

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

-----  
UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU  
FACULTE DES SCIENCES  
DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

**MEMOIRE DE MASTER**

SPECIALITE : CHIMIE PHARMACEUTIQUE

## *THEME*

*Etude de l'effet de quelques paramètres sur l'élaboration  
d'un savon et ses propriétés.*

*Présenté par :* MOHAMMEDI Anissa  
SALMI Amira

*Soutenu publiquement, le 15 /07 /2019*

*Devant le Jury composé de :*

Mr. ELIAS Abdelhamid	Professeur	Président	UMMTO
Mr. SAAL Amar	MCA	Examineur	UMMTO
Mlle. SEBAOUI Ouiza	Docteur	Encadreur	UMMTO
Mr. MOUSSAOUI Ramdane	Professeur	Co-Encadreur	UMMTO

## **Remerciements**

*Ce travail de recherche a été effectué au Laboratoire de recherche en sous-produits oléicoles au laboratoire de chimie pharmaceutique de la faculté des sciences de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, sous la direction de **Mlle SEBAOUI Ouiza** et **Mr MOUSSAOUI Ramdane**.*

*Nous tenons tout d'abord à remercier le bon dieu de nous avoir donné le courage et la volonté pour réaliser ce modeste travail.*

*Nous tenons particulièrement à remercier **Mlle SEBAOUI Ouiza**, Docteur à l'Université de Tizi-Ouzou, Département de chimie, pour avoir encadré et dirigé ce travail, tout au long de sa réalisation, pour ses précieux conseils et qu'elle puisse voir en ce travail l'expression de notre profonde gratitude.*

*Nous tenons à exprimer notre très grande considération et notre vive reconnaissance à **Mr MOUSSAOUI Ramdane**, Professeur à l'Université de Tizi-Ouzou, Département de Chimie, d'avoir accepté de nous Co encadrer et nous orienter afin de réaliser ce modeste travail.*

*Nous exprimons nos vifs remerciements à **Mr ILIAS Abdelhamid**, professeur à l'Université de Tizi-Ouzou, Département de Chimie, d'avoir accepté de présider ce jury.*

*Que **Mr SAAL Amar**, Maitre de conférences A à l'Université de Tizi-Ouzou, Département de Chimie, trouve ici l'expression de notre gratitude pour avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Nous ne saurons oublier de remercier **Mme AYATI Fadhila** et **Mr BENHOULAK Mounir** et les doctorantes du laboratoire **Celia** et **Sonia** pour leurs gentilleses et leurs aides dans la réalisation de ce modeste travail.*

**ANISSA et AMIRA**

# *Dédicaces*

*A mon très cher père*

*Tu astoujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager.*

*A ma très chère maman*

*Quoi que je fasse et quoi que je dise, je ne saurai point te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.*

*A mon très cher frère **Faríd** et mes très chères sœurs **Samíra**, **Karíma**, **Hakíma**, **Safía** et **Nora** et leurs belles familles.*

*A mon cher futur mari **Amazígh**.*

*A ma chère grand-mère **Fatíma** et mon cher oncle **Aklí**.*

*A mes très chère tantes **Ouíza**, **Malíka** et **Djamíla**.*

*A mes très chères cousines **Melissa**, **Ines**, **Sara** et **lyna***

*A mon binôme **Amíra** qui a partagée avec moi les moments difficiles de ce travail.*

*A mes très chère amies.*

*Puisse dieu vous donne santé, bonheur, courage et surtout réussite.*

*Aníssa*

# *Dédicaces*

*A mon très cher père*

*Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager.*

*A ma très chère maman*

*Quoi que je fasse et quoi que je dise, je ne saurai point te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.*

*A mes chère grand-mères **Dahbia** et **Saadia**.*

*A mes très chers frères **El Hadi**, **Djamel**, **Mouloud** et **Nabil** et mes très chères sœurs **Nadia** et **Khalida**.*

*A mes très chères **Farida** et **Karima** et leurs familles.*

*A ma très chère nièce **Malak**.*

*A mes très chères cousines.*

*A mon cher **Younes** qui a été toujours à mes coté.*

*A mon binôme **Anissa** qui a partagée avec moi les moments difficiles de ce travail.*

*A mes très chère amies **Anissa** et **Chahrazed**,*

*Puisse dieu vous donne santé, bonheur, courage et surtout réussite.*

***Amira***



Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction ..... 1

## **PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **CHAPITRE 1.GENERALITE SUR LES CORPS GRAS**

1.1. Origine et classification.....	3
1.1.1. Corps gras d'origine animale .....	3
1.1.2. Corps gras d'origine végétale.....	3
1.1.3. Corps gras élaborés .....	3
1.2. Composition .....	3
1.2.1. Constituants majeurs .....	4
1.2.1.1. Acides gras.....	4
1.2.1.2. Triglycérides .....	4
1.2.2. Constituants mineurs .....	4
1.2.2.1. Phospholipides.....	4
1.2.2.2. Insaponifiables .....	5
1.3. Exemples de corps gras utilisés pour la fabrication du savon.....	5
1.3.1. Huile d'olive.....	5
1.3.1.1. Définition.....	5
1.3.1.2. Origine .....	6
1.3.1.3. Classification .....	6
1.3.1.4. Composition.....	6
1.3.1.5. Caractéristiques physico-chimiques de classification des huiles d'olive .....	7
1.3.1.6. Effet de l'huile d'olive sur la peau.....	9

## Table de matières

---

1.3.2. Huile de palme .....	9
1.3.2.1. Définition .....	9
1.3.2.2. Origine .....	10
1.3.2.4. Composition.....	10
1.3.2.5. Caractéristiques physico-chimiques .....	11
1.3.2.6. Effet de l'huile de palme sur la peau .....	11
1.3.3. Huile de coco.....	11
1.3.3.1. Définition .....	11
1.3.3.2. Origine .....	12
1.3.3.3. Classification .....	12
1.3.3.4. Composition.....	12
1.3.3.5. Caractéristiques physico-chimiques .....	13
1.3.3.6. Effet de l'huile de coco sur la peau.....	13

## CHAPITRE 2. SAVON

2.1.Historique .....	14
2.2.Introduction .....	14
2.3. Définition .....	14
2.4. Saponification.....	14
2.5. Différent types de savon.....	15
2.5.1. Aspect ou la composition .....	15
2.5.1.1. Savon dur .....	15
2.5.1.2. Savon mou ou liquide .....	16
2.5.2. Suivant l'usage .....	16
2.5.2.1. Savon de toilette ou la savonnette .....	16

## Table de matières

---

2.5.2.2. Savon de ménage .....	16
2.5.2.3. Savon médical.....	16
2.5.2.4. Savon dentifrice.....	17
2.6. Composition générale d'un savon .....	17
2.6.1. Corps gras.....	17
2.6.1.1. Huile de d'olive .....	17
2.6.1.2. Huile de palme .....	17
2.6.1.3. Huile de coco .....	17
2.6.2. Alcalis .....	18
2.6.2.1. Soude caustique .....	18
2.6.2.2. Potasse caustique .....	18
2.6.2.3. Eau .....	18
2.6.2.4. Additifs .....	18
2.7. Mode de fabrication d'un savon.....	19
2.7.1. Fabrication artisanale .....	19
2.7.1.1. La refonte ou rebatch .....	19
2.7.1.2. Procédé à froid.....	20
2.7.1.3. Procédé à chaud .....	20
2.7.2. Fabrication industrielle .....	20
2.7.2.1. Empatage .....	20
2.7.2.2. Relargage .....	20
2.7.2.3. Epinage .....	20
2.7.2.4. Lavage.....	20
2.7.2.5. Séchage .....	21
2.8. Qualité requise d'un savon.....	21
2.8.1. Pouvoir mouillant.....	21

## Table de matières

---

2.8.2. Pouvoir émulsifiant .....	21
2.8.3. Pouvoir dispersant .....	21
2.8.4. Pouvoir moussant .....	21
2.9. Caractéristiques physico-chimiques .....	21
2.9.1. Alkali total .....	21
2.9.2. Alkali caustique libre.....	22
2.9.3. pH.....	22
2.9.4. Humidité.....	22
2.9.5. Point de fusion.....	22
2.10. Activité superficielle des savons .....	22
2.10.1. Formation des micelles .....	23
2.10.2. Propriétés détergentes .....	23

## CHAPITRE 3.MARGINE

3.1.Composition .....	25
3.2.Caractérisation des margines.....	25
3.2.1. Caractéristiques physico-chimiques.....	25
3.2.2. Caractéristiques biologiques (chimiques) .....	26
3.3.Impact des margines sur l'environnement .....	26
3.4. Traitement des margines .....	27
3.5. Valorisation des margines .....	27
3.5.1. Utilisation comme fertilisant.....	28
3.5.2. Compostage.....	28
3.5.3. Production des protéines unicellulaires (POU).....	28
3.5.4. Récupération de quelques composants.....	28

## PARTIE II: EXPERIMENTATION ET RESULTATS

### CHAPITRE 4. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

4.1. Matériels.....	29
4.1.1. Matériel végétal.....	29
4.1.1.1. Huile d'olive .....	29
4.1.1.2. Huile de palme .....	29
4.1.1.3. Huile de coco .....	29
4.1.1.4. Gel d'aloevera.....	29
4.1.1.5. Romarin .....	29
4.1.1.6. Margine.....	29
4.1.2. Produits .....	30
4.1.2.1. Soude .....	30
4.1.2.2. Potasse .....	30
4.1.2.3. Bentonite.....	30
4.1.2.4. Savon Palmolive .....	30
4.2. Méthodes .....	30
4.2.1. Caractérisations des matières premières .....	30
4.2.1.1. Huiles.....	30
4.2.1.2. Margine.....	32
4.2.2. Préparation du savon .....	34
4.2.2.1. Calcul de la quantité des différents constituants utilisés dans la fabrication du savon.....	34
4.2.2.2. Formulation.....	36
4.2.2.3. Caractérisation des savons obtenus .....	38
4.2.2.4. Caractérisation du savon commercial.....	39

## CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS

5.1. Caractéristiques des matières premières utilisées .....	40
5.1.1. Huiles .....	40
5.1.2. Margine .....	41
5.2. Préparation du savon .....	42
5.2.1. Quantité des différents constituants utilisés dans la fabrication du savon pour les trois proportions étudiées .....	42
5.2.2. Formulation .....	43
5.2.2.1. Effet de la vitesse d'agitation sur le temps d'apparition de la trace ainsi sur celui de fin de gélification .....	43
5.2.2.2. Etude de l'influence de l'ajout des additifs sur les propriétés du savon .....	45
5.3. Caractéristiques des savons élaborés.....	46
5.3.1. Utilisation de l'eau comme solvant.....	46
5.3.1.1. Alkali caustique libre .....	46
5.3.1.2. Humidité .....	48
5.3.1.3. pH .....	49
5.3.1.4. Pouvoir moussant.....	52
5.3.2. Utilisation de la margine comme solvant.....	53
5.3.2.1. Alkali caustique libre .....	53
5.3.2.2. Humidité .....	55
5.3.2.3. pH .....	56
5.3.2.4. Pouvoir moussant.....	59
5.4. Caractéristiques d'un savon commercial Palmolive .....	60
<b>Conclusion</b> .....	62
<b>Références bibliographiques</b> .....	63

## Liste des figures

<b>Figure 1.1.</b> Réaction d'estérification .....	4
<b>Figure 1.2.</b> Structure des phospholipides .....	5
<b>Figure 1.3.</b> Huile d'olive .....	5
<b>Figure 1.4.</b> Huile de palme .....	9
<b>Figure 1.5.</b> Huile de coco .....	12
<b>Figure 2.1.</b> Réaction de saponification .....	15
<b>Figure 2.2.</b> Schéma d'obtention d'un savon dur .....	15
<b>Figure 2.3.</b> Schéma d'obtention d'un savon mou/liquide .....	16
<b>Figure 2.4.</b> Structure schématique d'un tensioactif.....	22
<b>Figure 2.5.</b> Disposition des molécules de savon dans l'eau et formation des micelles.....	23
<b>Figure 2.6.</b> Phénomène de détergence .....	24
<b>Figure 3.1.</b> La pollution engendrée par le rejet direct des margines .....	27
<b>Figure 4.1.</b> Solution de soude .....	36
<b>Figure 4.2.</b> Préparation du mélange d'huile .....	36
<b>Figure 4.3.</b> Formulation du savon .....	37
<b>Figure 4.4.</b> Moulage .....	37
<b>Figure 4.5.</b> Démoulage du savon.....	37
<b>Figure 5.1.</b> Temps d'apparition de la trace en fonction de la vitesse d'agitation.....	44
<b>Figure 5.2.</b> Temps de fin de gélification en fonction de la vitesse d'agitation.....	45
<b>Figure 5.3.</b> Savons élaborés en utilisant l'eau comme solvant et différents additifs .....	46
<b>Figure 5.4.</b> Variation de l'alcali caustique libre en fonction du temps.....	47
<b>Figure 5.5.</b> Perte d'eau des différents savons formulés en fonction du temps .....	49
<b>Figure 5.6.</b> Perte d'eau des différents savons formulés en fonction du temps .....	50
<b>Figure 5.7.</b> Evaluation de pH des solutions savonneuses à 5 % en fonction du temps .....	51

<b>Figure 5.8.</b> Savons confectionnés en utilisant la margines comme solvant et différents additifs	53
<b>Figure 5.9.</b> Pourcentage d'alcali caustique libre en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.....	54
<b>Figure 5.10.</b> Perte d'eau en fonction du temps des savons préparés en utilisant la margine comme solvant.....	56
<b>Figure 5.11.</b> Evaluation du pH des solutions savonneuses à 1% en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.....	57
<b>Figure 5.12.</b> Evaluation de pH des solutions savonneuses à 5% en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.....	59

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1.1.</b> Composition en acide gras de l'huile d'olive.....	7
<b>Tableau 1.2.</b> Données physico-chimiques des huiles d'olive .....	8
<b>Tableau 1.3.</b> Caractéristiques complémentaires des huiles d'olive.....	9
<b>Tableau 1.4.</b> Teneur des différents acides gras de l'huile de palme en pourcentage.....	10
<b>Tableau 1.5.</b> Propriétés physico-chimiques de l'huile de palme.....	11
<b>Tableau 1.6.</b> Composition en acide gras d'huile de noix de coco .....	13
<b>Tableau 1.7.</b> Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de coprah .....	13
<b>Tableau 3.1.</b> Composition générale des margines.....	25
<b>Tableau 3.2.</b> Caractéristiques physico-chimiques des margine .....	26
<b>Tableau 3.3.</b> Caractéristiques biologique des margine.....	26
<b>Tableau 4.1.</b> Les différentes proportions d'huiles.....	35
<b>Tableau 4.2.</b> Etapes de préparation d'un savon.....	36
<b>Tableau 5.1.</b> Propriétés physico-chimiques des huiles.....	40
<b>Tableau 5.2.</b> Caractéristiques physico-chimiques des margines .....	42
<b>Tableau 5.3.</b> Masses des différents constituants d'un savon en fonction des proportions.....	43
<b>Tableau 5.4.</b> Temps d'apparition de la trace et celui de fin de gélification en fonction du temps en fonction de la vitesse d'agitation .....	43
<b>Tableau 5.5.</b> Pourcentage en alcali caustiques libre des savons élaborés .....	47
<b>Tableau 5.6.</b> Perte d'eau (%) des savons élaborés au cours du temps .....	48
<b>Tableau 5.7.</b> Types du savon étudiés Résultats du pH (solution à 1%) des quatre .....	50
<b>Tableau 5.8.</b> Résultats du PH des solutions savonneuses à 5% en fonction du temps.....	51
<b>Tableau 5.9.</b> Hauteur de la mousse des différents savons préparés en fonction du temps.....	52
<b>Tableau 5.10.</b> Pourcentage d'alcali caustique libre en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant .....	54

<b>Tableau 5.11.</b> Perte d'eau (%) des savons préparés en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant .....	55
<b>Tableau 5.12.</b> Résultats du pH des savons élaborés en fonction du temps (solution à 1%) en utilisant la margine comme solvant.....	57
<b>Tableau 5.13.</b> Résultats du pH des savons élaborés en fonction du temps (solution à 5%) en utilisant la margine comme solvant.....	58
<b>Tableau 5.14.</b> Hauteur de la mousse des différents types de savons en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.....	60
<b>Tableau 5.15.</b> Caractéristiques du savon commercial Palmolive.....	61

## Liste des abréviations

**CNUCED** : conférence des nations unies sur le commerce et le développement

**FAO**: food and agriculture organization

**Meq**: masse equivalent gramme

**nD** : unité de la vitesse

**KOH** : hydroxyde de potassium

**FFAS** : fonds français pour l'alimentation et la sante

**RBD** : raffinée, blanchie et désodorisée

**NaOH** : hydroxyde d sodium

**BHA** : butylhydroxyanisol

**BHT** : butylhydroxytoluene

**pH** : potentiel hydrogène

**Na<sub>2</sub>O** : oxyde de sodium

**NTU** : turbidité néphélométrique

**DCO** : demande chimique en oxygène

**DBO<sub>5</sub>** : demande biologique en oxygène pendant 5 jours

**IA** : indice d'acide

**IS** : indice de saponification

**II** : indice d'iode

**mS.cm<sup>-1</sup>** : millisiemens par centimètre

**TE** : teneur en eau

**MS** : teneur en matière sèche

**TC** : teneur en cendre

**MV** : teneur en matière volatil

**UV** : ultraviolet

**nm** : nanomètre

**H** : humidité

**BaCl<sub>2</sub>** : chlorure de barium

**COI** : conseil oléicole international

**m.Pa.s** : millipascal seconde

## *INTRODUCTION*

Les corps gras, encore appelés matières grasses, lipides alimentaires, huiles ou graisses, représentent l'une des trois grandes classes de macronutriments de notre alimentation, avec les glucides et les protéides. Ils sont présents dans toutes les matières animales (viande, poisson,...) et végétales (huiles végétales liquides et solides,...).

Les corps gras ont des applications dans divers domaines : agroalimentaire, cosmétique, pharmaceutique,... Parmi les produits de l'industrie cosmétique, nous avons les savons où les corps gras représentent en volume environ 2/3 des matières premières nécessaires à l'élaboration de ces derniers.

Le mot savon provient du terme latin qui est *sapo*, faisant référence au Mont Sapo. Il s'agit des vrais savons fabriqués uniquement avec des produits naturels, comme le savon de Marseille, le savon noir et le savon d'Alep, à ne pas confondre avec les savons industriels auxquels sont ajoutés des conservateurs, des colorants et autres agents chimiques. La confection d'un savon peut se faire selon deux procédés : procédé à froid et procédé à chaud. Généralement, le solvant utilisé pour élaborer un savon est l'eau qui a pour rôle primordial la dissolution de l'hydroxyde de sodium. Un autre type de solvant qui est la margine peut être aussi utilisé. Ce solvant est l'un des deux déchets de l'industrie de l'huile d'olive. Cet effluent riche en composés phénoliques en vitamines,... donne aux savons des caractéristiques antioxydantes bénéfiques pour la peau.

L'objectif de ce travail consiste d'abord en l'élaboration des savons durs 100% naturels conçus à base d'huiles végétales (huile d'olive, huile de palme et huile de coco), ceci en appliquant le procédé de fabrication à froid. Ensuite, ces savons seront caractérisés en étudiant leurs propriétés physico-chimiques. Une comparaison avec un savon de type commercial (Palmolive) sera effectuée.

Cette étude est structurée en 5 chapitres, les trois premiers chapitres sont consacrés à l'étude bibliographique au cours de laquelle nous avons d'abord présenté quelques généralités sur les corps gras, leurs origines et leur constitution. Nous nous sommes intéressés par la suite aux procédés de fabrication du savon. Après cela, nous avons présenté la composition des margines.

Le quatrième chapitre est consacré aux descriptions des matériels et méthodes utilisés dans notre étude.

Le cinquième chapitre porte sur la présentation et l'interprétation des résultats obtenus. Nous avons d'abord procédé aux analyses physico-chimiques des huiles utilisées : acidité, indice de saponification et indice d'iode, ensuite nous avons déterminé quelques propriétés physico-chimiques de la margine utilisée. En fin, les savons élaborés en utilisant l'eau et la

marginine comme solvant ont été caractérisés en déterminant leur pH, leurs humidité, leurs alcali caustique libre et leurs pouvoir moussant. Une étude comparative avec un savon de type commercial a été effectuée.

*PARTIE I :*  
*ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE*

*CHAPITRE 1. GENERALITES SUR LES CORPS*

*CRAS*

*CHAPITRE 2. SAVON*

*CHAPITRE 3. MARGINE*

**CHAPITRE 1**  
**GENERALITES SUR LES**  
**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. Ils sont solubles dans les solvants organiques tels que : l'éther, le benzène, l'hexane, et le chloroforme [1].

Les corps gras ont été utilisés à diverses fins, d'une part dans le domaine industriel, comme la fabrication du savon, des peintures et des produits cosmétiques, d'autre part dans les industries cosmétiques et alimentaires telles que les huiles, la production de beurre et de margarine.

### 1.1. Origine et classification

Les corps gras sont un des constituants indispensables de notre ration alimentaire quotidienne. Ils sont classés selon leur origine, leur consistance, leur composition, leur présentation et leur rôle dans l'organisme. Les corps gras proviennent des sources végétales ou animales [2].

#### 1.1.1. Corps gras d'origine animale

Les corps gras sont repartis en deux groupes :

- Huiles et graisses d'origine animale terrestre : saindoux (graisse de porc), suif (graisse de bœuf et de mouton), huile de cheval, graisse d'oie,...
- Huiles et graisses marines : baleine, cachalot, poissons (sardine, hareng, morue...),...

#### 1.1.2. Corps gras d'origine végétale

Les corps gras d'origine végétale sont classés comme suit :

- Huiles végétales fluides : huiles d'arachides, de colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja, d'olive, de noix, de pépins de raisin,...
- Huiles végétales concrètes (ou graisses) : coprah (provenant de la noix de coco), huiles de palme et de palmiste,...

#### 1.1.3. Corps gras élaborés

Les corps gras élaborés sont : beurres et margarines [3].

### 1.2. Composition

Les huiles végétales sont des corps gras composés majoritairement de triglycérides d'acide gras dont le nombre d'atome de carbone varie de 14 à 20 [4]. Chaque huile est caractérisée principalement par sa composition en acides gras que l'on peut connaître par chromatographie en phase gazeuse. Cette composition peut être classée de la façon suivante :

## 1.2.1. Constituants majeurs

Les constituants majeurs sont regroupés en deux composants représentés comme suit :

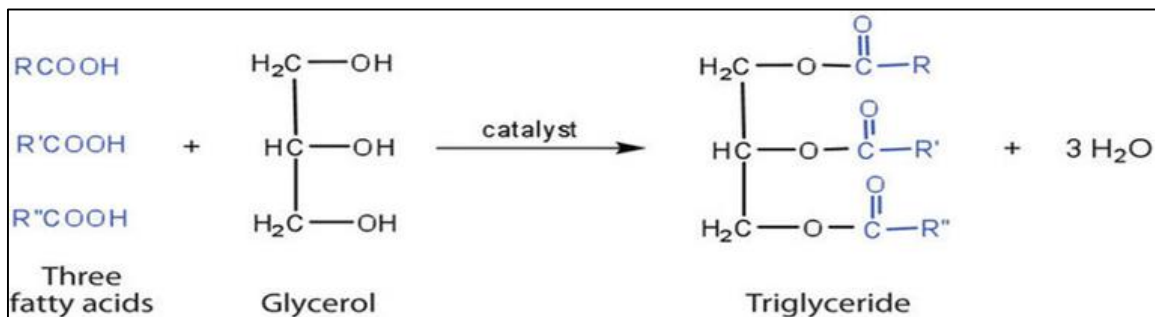
### 1.2.1.1. Acides gras

Les acides gras appartiennent à la famille des lipides. Ils représentent 90 à 96 % des lipides totaux. Ces lipides contiennent une fraction principale dite saponifiable (phospholipides, triglycérides) et une fraction mineure insaponifiable (stéroïls, vitamines liposolubles, caroténoïdes,...). Ils sont caractérisés par leur insolubilité dans l'eau et leur solubilité dans les solvants organiques [5].

Les acides gras ne sont que des acides carboxyliques à chaînes carbonées linéaires, la longueur des chaînes peut varier de 10 à 30 atomes de carbone, mais la plupart du temps de 12 à 18 atomes de carbone. Certains acides gras sont saturés et d'autres sont insaturés en renferment une ou plusieurs doubles liaisons [6].

### 1.2.1.2. Triglycérides

Le nom officiel de la molécule de triglycéride est triacylglycérol, indiquant qu'elle consiste en un squelette de glycérol qui est estérifié par trois acides gras (figure 1.1). Ils peuvent être homogènes lorsque les molécules d'acides gras estérifiant le glycérol sont identiques, et hétérogènes ou mixtes lorsqu'ils sont différents [7].



**Figure 1.1.**Réaction d'estérification.

## 1.2.2. Constituants mineurs

Les constituants mineurs sont représentés par les phospholipides et les insaponifiables.

### 1.2.2.1. Phospholipides

Les phospholipides sont des esters de glycérol, d'acides gras, d'acide phosphorique et d'autres alcools. Ces phospholipides partagent les caractéristiques communes des acides gras estérifiés aux positions 1 et 2 du squelette glycérol avec le groupe phosphate estérifié à la position 3[8]. La structure des phospholipides est donnée par la figure 1.2.

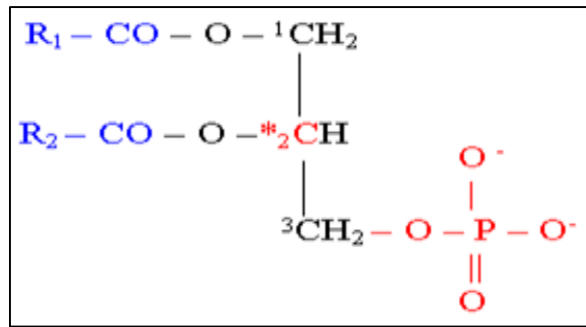


Figure 1.2. Structure des phospholipides.

### 1.2.2.2. Insaponifiables

Les insaponifiables ou fraction insaponifiable d'une matière grasse comprennent tous les composants qui, après un processus appelé hydrolyse alcaline (saponification), sont à peine solubles dans les solutions aqueuses, mais sont solubles dans les solvants organiques. Les insaponifiables sont constitués de tous les composants non hydrolysables de la matière grasse ainsi que de ceux qui résultent principalement de la saponification des esters gras (esters de stérols, cires, esters de tocophérols...) [7].

### 1.3. Exemples de corps gras utilisés pour la fabrication du savon

Les propriétés de tout savon dépendent largement des caractéristiques des divers corps gras utilisés dans sa production. En se basant sur les propriétés de trois huiles : huile d'olive, huile de palme et huile de coco, nous les avons choisies afin de préparer des savons solides qui pourront être bénéfiques pour la peau.

#### 1.3.1. Huile d'olive

##### 1.3.1.1. Définition

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. On peut la considérer comme un ingrédient du régime méditerranéen [5]. L'image correspondant à l'huile d'olive est donnée par la figure 1.3.



Figure 1.3. Huile d'olive.

### 1.3.1.2. Origine

L'huile d'olive est obtenue à partir des olives de l'olivier. Ce dernier fait partie de la famille des Oléacées (*Olea europaea*), qui est un arbre à tronc noueux qu'on retrouve fréquemment sur le pourtour méditerranéen et en Californie. Il peut atteindre une hauteur pouvant aller de 8 à 10 mètres. Son fruit, l'olive, est une drupe charnue à noyau, de couleur noire à maturité et de forme ovoïde [9].

### 1.3.1.3. Classification

Huile d'olive est commercialisé selon les dénominations et définitions suivantes :

- **Huile d'olive vierge** : elle est obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermiques qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Les huiles d'olive font l'objet du classement et des dénominations ci-après :
  - **Huile d'olive vierge** : son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes.
  - **Huile d'olive vierge extra**: son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes.
  - **Huile d'olive vierge courante** : son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes.
  - **Huile d'olive vierge lampante** (non propre à la consommation en l'état) : son acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes.
- **Huile d'olive raffinée** : est une huile obtenue par le raffinage d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes.
- **Huile d'olive** : est une huile obtenue par un coupage d'huile d'olive raffinées et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 gramme [10].

### 1.3.1.4. Composition générale des huiles d'olive

La composition des huiles d'olive en acide gras varie selon les conditions pédoclimatiques et autres. Le tableau 1.1 donne la composition en acide gras de l'huile d'olive.

**Tableau 1.1.** Composition en acide gras de l'huile d'olive.

<b>Acides gras(%)</b>	<b>Pinatel et Artaud, (2005)</b>	<b>Tanouti et al. (2011)</b>	<b>Codex Alimentarius</b>
Myristique	-	-	≤ 0,1
Palmitique	11,9	10,16 - 13,5	7.5-20.0
Palmitoléique	0,12	0,78 - 0,95	0,3 - 3,5
Stéarique	2,26	2,10 - 2,84	0,5–5
Oléique	72,2	73,2 - 76,5	55– 83
Linoléique	8,35	8,76 - 9,36	3,5 – 21
Linoléinique	0,65	0,87 - 0,91	<1,5
Arachidonique	0,38	-	<0,6
Acide lignocérique	0,05	-	<1
Acides gras saturés	14,9	13,0 - 15,6	
Acides gras insaturés	76,1	84,37 – 87	

### **1.3.1.5. Caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive**

Le CNUCED propose une classification des huiles en fonction de leur acidité libre. Cependant, les critères de sélection ou d'exclusion d'une huile dans une catégorie sont très nombreux. Le suivi de ces différents critères est nécessaire car une dégradation de la qualité de l'huile peut avoir de nombreuses conséquences tant d'un point de vue nutritionnel que d'un point de vue risque sanitaire [5]. Les données physico-chimiques des huiles d'olive sont consignées dans les tableaux 1.2 et 1.3.

**Tableau1.2.**Données physico-chimiques des huiles d'olive (Food and Agriculture Organization (FAO), 2001 et Codex Alimentarius, 1989).

<b>Classification des huiles</b>	<b>Densité relative (à 20°C)</b>	<b>Acidité (% acide oléique)</b>	<b>Indice peroxyde (meq O2/kg)</b>	<b>Acides gras saturé en position 2 (%)</b>
<b>Huile d'olive vierge extra</b>		<1	<20	<1,5
<b>Huile d'olive Vierge</b>		<2	<20	<1,5
<b>Huile d'olive vierge ordinaire</b>	0,910	<3,3	<20	<1,5
<b>Huile d'olive Raffinée</b>	0,916	<0,3	<5	<1,8
<b>Huile d'olive</b>		<1,5	<15	-
<b>Huile de grignon d'olive raffinée</b>		<1,5	<5	<2,2
<b>Huile de grignon d'olive</b>		<1,5	<15	-

**Tableau1.3.** Caractéristiques complémentaires des huiles d'olive (Codex Alimentarius, 1989).

Huiles	Indice de réfraction (nD 20°C)	Indice de saponification (mg KOH/g)	Indice d'iode (Wijs)	Insaponifiable
Huile d'olive Vierge	1,4677-1,4705	184-196	75-94	<15g/kg
Huile de grignon d'olive raffinée	1,4680-1,4707	182-193	75-92	<25 g/kg

### 1.3.1.6. Effet de l'huile d'olive sur la peau

L'huile d'olive a une 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 [11].

### 1.3.2. Huile de palme

#### 1.3.2.1. Définition

L'huile de palme est une huile végétale extraite par pression à chaud de la pulpe des fruits du palmier à huile. Elle ne doit pas être confondue avec l'huile de palmiste extraite du noyau des fruits [12]. Elle est solide sous les conditions normales de pression et de température, on lui attribue le nom de graisse concrète. Elle est de couleur orangée dans un premier temps car elle contient beaucoup de caroténoïdes puis devient translucide après raffinage [13]. Dans la figure 1.4, nous représentons l'image correspondante de l'huile de palme.



**Figure 1.4.** Huile de palme.

### 1.3.2.2. Origine

Elle est extraite à partir du palmier à huile *Elaeis guineensis*. Le palmier à huile appartient à la famille des palmacées et est originaire de la côte occidentale africaine. Cet arbre possède un stipe en bouquet de feuilles pouvant atteindre 8 mètres de longueur [9].

### 1.3.2.3. Classification

Les huiles de palme sont classées comme suit :

#### a. Huile de palme raffinée

Cette huile est soumise à des températures plus élevées, ce qui modifie sa composition moléculaire et conduit à la formation d'éléments non naturels voire toxiques [14].

#### b. Huile de palme brute

L'huile de palme brute est appelée red palm oil, en raison de sa couleur rouge liée à sa richesse en caroténoïdes. Elle a une texture unique qui lui permet d'être solide à température ambiante. Cette huile est utilisée dans divers domaines tels que : le domaine d'agroalimentaire, d'oléochimie et biodiesel.

- Plus de 80 % dans le domaine agroalimentaire : huiles de friture, margarines, matières grasses pour la boulangerie, pâtisserie et tout type de préparation alimentaire.
- Plus de 19 % dans le domaine oléochimie : cosmétiques, savonneries, lubrifiants et graisses,...
- Plus de 1 % pour le biodiesel [15].

### 1.3.2.4. Composition

La teneur en acides gras de l'huile de palme est donnée dans le tableau 1.4.

**Tableau 1.4.** Teneur des différents acides gras de l'huile de palme en pourcentage (d'après FFAS).

<b>Acides gras saturés</b>	<b>45 à 55</b>
Acide myristique	0,5 à 2
Acide palmitique	39,5 à 47,5
Acide stéarique	3,5 à 6
<b>Acides gras monoinsaturés</b>	<b>38 à 45</b>
Acide oléique	36 à 44
<b>Acides gras polyinsaturés</b>	<b>9 à 12</b>
Acide linoléique	9 à 12
Acide $\alpha$ -linoléique	< 0,5

### 1.3.2.5. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de palme

Les propriétés physico-chimiques de l'huile de palme sont rassemblées dans le tableau 1.5.

**Tableau 1.5.** Propriétés physico-chimiques de l'huile de palme (codex Stan, 2015).

Propriétés	Valeurs
Point de fusion (°C)	36- 40
Densité relative (20 °C)	0.891-0.899
Indice de réfraction	1.454- 1.456
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	190-209
Indice d'iode	50.0-55.0
Insaponifiables (g/kg)	≤ 12

### 1.3.2.6. Effet d'huile de palme sur la peau

Émolliente, nourrissante et protectrice, l'huile de palme est particulièrement hydratante, et c'est d'ailleurs pour cette raison qu'elle est beaucoup utilisée en savonnerie. Cette huile est riche en acides gras saturés, particulièrement en acide palmitique (à l'origine de sa consistance semi-solide à température ambiante), mais aussi en vitamine E, antioxydant, en caroténoïdes, antioxydants et régénérant cutanés, ainsi qu'en phytostérols, qui ont des vertus apaisantes et cicatrisantes [16].

## 1.3.3. Huile de coco

### 1.3.3.1. Définition

L'huile de coco, aussi appelée huile de coprah, est une huile végétale concrète de couleur blanche, elle est extraite à partir de la chair de coco fraîche et mure. Elle est vierge, car elle n'a fait l'objet d'aucun traitement chimique ; elle est qualitativement intacte, car elle est pressée à froid. Elle est séchée par dessiccation de la chair (méthode sèche) ou par décantation du lait de coco issu de cette dernière (méthode humide) [17]. L'image correspondante à l'huile de coco est donnée par la figure 1.5.



**Figure 1.5.** Huile de coco

### **1.3.3.2. Origine**

L'huile de coco, est issue du cocotier appelé *cocos nucifera*. Ce dernier fait partie de la famille des *Arecaceae*, c'est-à-dire des palmiers. Les premiers pays producteurs et exportateurs de cette huile sont les Philippines, l'Indonésie et l'Inde [18].

### **1.3.3.3. Classification**

#### **a. Huile de coco raffinée, blanchie et désodorisée**

L'huile de coco RBD a une couleur jaune pâle distinguable. Elle n'a pas d'odeur particulière et elle est légèrement salée. Elle est obtenue à partir de l'albumen (ou amande) séché (coprah) et pressée de la noix de coco. C'est la plus utilisée dans l'industrie cosmétique.

#### **b. Huile de coco vierge**

L'appellation « vierge » vient du fait que l'huile est « vierge » de tout processus de raffinage. L'huile de coco vierge est presque incolore, elle possède une odeur légère de noix de coco. Son goût sucré est assez distinguable. Elle est obtenue à partir du lait de coco et non directement de l'albumen séché comme c'est le cas pour l'huile de coco RBD [19].

### **1.3.3.4. Composition**

La forte proportion en acides gras saturés (tableau 1.6) lui confère un fort pouvoir moussant, même à basses températures [9].

**Tableau 1.6.** Composition en acide gras d'huile de noix de coco.

<b>Composant</b>	<b>Fraction pourcentage (%)</b>
Acide laurique	51.0
Acide myristique	18.5
Acide caprilique	9.5
Acide palmitique	7.5
Acide oléique	5.0
Acide caprique	4.5
Acide stéarique	3.0
Acide linoléique	1.0

### 1.3.3.5. Caractérisation physico-chimique de l'huile de coco (coprah)

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de coprah sont regroupées dans le tableau 1.7.

**Tableau1.7.** Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de coprah.

<b>Caractéristiques</b>	<b>Valeurs</b>	<b>Auteurs</b>
Point de fusion (°C)	26 - 28	<b>(Michel, 2012).</b>
Densité	0.908 – 0.920	
Viscosité (m.Pa.s)	17 – 20.	
Indice de réfraction (40 °C)	1.448 - 1.451	<b>(Codex Stan ,2015)</b>
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	245- 270	
Indice d'acide	0,5 max	
Indice d'iode	7 – 12	
Insaponifiable (g/kg)	≤15	

### 1.3.3.6. Effet d'huile de coco sur la peau

La richesse en acides gras et en composés phénoliques confère à l'huile de coco des pouvoirs hydratants, anti oxydants, réparateurs et lissants [20].

## **CHAPITRE 2**

### **SAVON**

### 2.1. Historique

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 [21].

Les Egyptiens, les Grecs et les Romains étaient conscients de la propreté du corps. Ils enrobaient leur corps d'huile d'olive contenant du sable. Les chercheurs ont découvert que les graisses et les cendres provenant des sacrifices d'animaux mélangées à la pluie et formaient une substance ayant la composition d'un savon.

Par la suite, le savon a subi la concurrence des poudres à laver puis des détergents synthétiques, lié à l'évolution des tissus et des techniques de lavage. Ce n'est que pendant la seconde guerre mondiale que la production de détergents a réellement commencé aux Etats unis, étant donné l'interruption de l'approvisionnement en corps gras et d'huile nécessaire à la fabrication du savon.

Le développement des sciences, de l'industrie, du commerce et de la publicité, la venue de l'eau courante et l'amélioration graduelle du niveau de vie ont depuis contribué à la longue épopée qui a fait du savon un élément de notre quotidien [22].

### 2.2. Introduction

À l'antiquité, le savon était fabriqué à partir des graisses animales, sa qualité est largement améliorée lorsque ces dernières sont remplacées par les huiles végétales (huile d'olive, huile de palme,...).Le savon a longtemps été l'un des produits de soin, d'hygiène et d'entretien les plus utilisés [23].

### 2.3. Définition

Les savons peuvent être définis comme des sels hydrosolubles d'acides gras de formule générale  $\text{RCOO}^-$ ,  $\text{M}^+$ , contenant plus de huit atomes de carbone. Les savons sont préparés par la réaction de saponification en traitant une solution alcaline forte avec des graisses ou des huiles animales ou végétales. Le caractère amphiphile du savon lui donne des propriétés importantes, notamment la capacité de ses composants moléculaires à se placer à l'interface entre la phase aqueuse (solvant hydrophile) et la phase lipidique (graisse hydrophobe) [22].

### 2.4. Saponification

La réaction de saponification, également connue sous le nom de procédé à froid pour la fabrication du savon est l'hydrolyse alcaline des triacylglycérols. Bien que la réaction soit montrée comme une réaction en une seule étape, il s'agit en fait de trois étapes :

- 1- Première étape : addition nucléophile de l'ion  $\text{HO}^-$  sur l'ester ;

- 2- Deuxième étapes : élimination du groupe alcoolate ;
- 3- Troisième étape : réaction acide-base entre l'acide carboxylique et l'ion alcoolate [24].

Les esters sont les constituants majeurs des huiles végétales et des graisses animales ; ils peuvent réagir avec une base minérale forte comme l'hydroxyde de sodium en solution aqueuse, pour produire les sels de sodium des acides gras libres (le savon opaque) et du glycérol hydrolysé (figure 2.1) [25].

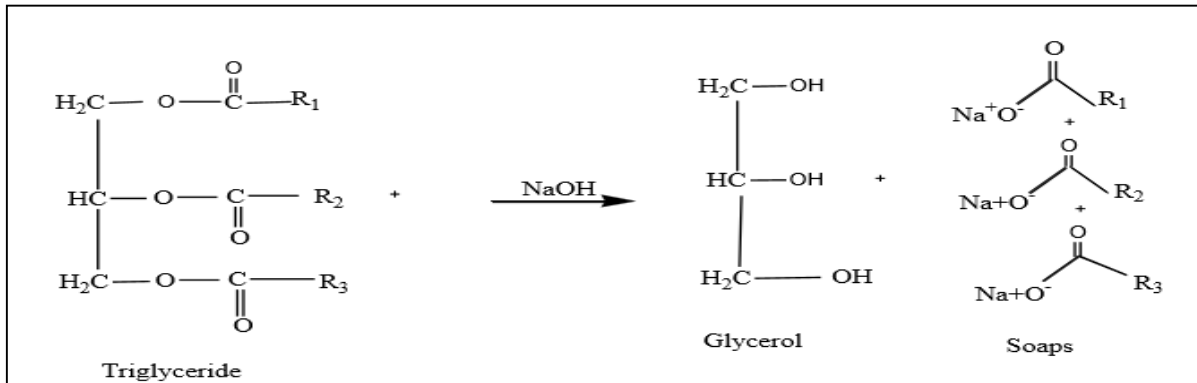


Figure 2.1. Réaction de saponification.

## 2.5. Différent types de savon

Les savons peuvent être classés selon différents critères :

### 2.5.1. Aspect ou la composition

Selon la nature de la base alcaline utilisée qui conditionne la dureté et la solubilité du savon fini, nous distinguons :

#### 2.5.1.1. Savon dur

La base utilisée pour obtenir le savon dur est l'hydroxyde de sodium (NaOH). Différents types d'huiles peuvent être utilisés dans ce cas, mais la nature et le pourcentage de ces dernières sera déterminant sur la qualité du savon désiré. Les savons durs sont particulièrement bons nettoyants dans l'eau dure qui contient des ions de magnésium, de chlorure et de calcium [26]. Le schéma d'obtention d'un savon dur est donné par la figure 2.2.

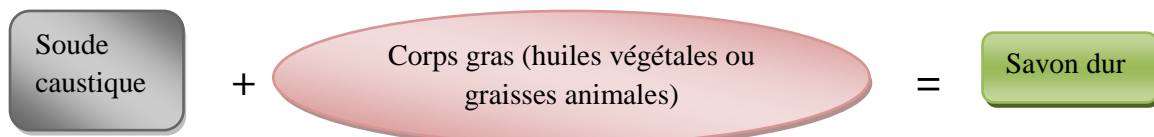
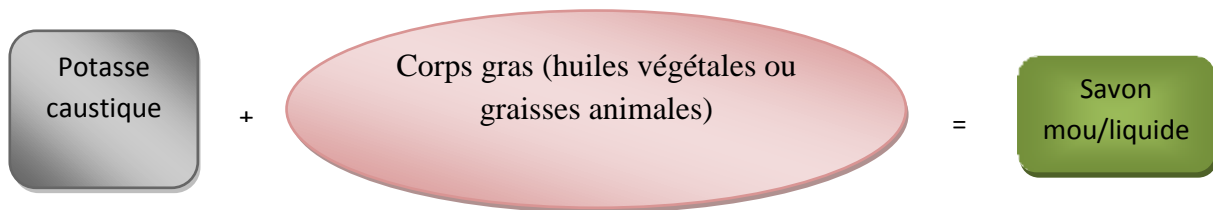


Figure 2.2. Schéma d'obtention d'un savon dur.

### 2.5.1.2. Savons mou et liquide

La base utilisée pour obtenir les savons mou et liquide est l'hydroxyde de potassium (KOH). Ces savons sont de consistance molle et d'une solubilité dans l'eau plus élevée que les savons préparés à base de soude [6]. La figure 2.3 illustre le schéma d'obtention d'un savon mou/liquide.



**Figure 2.3.** Schéma d'obtention d'un savon mou/liquide.

### 2.5.2. Suivant l'usage

Selon l'usage, les savons sont classés comme suit :

#### 2.5.2.1. Savon de toilette ou la savonnette

Par définition un savon de toilette est un savon spécialement adapté à la toilette par ce qu'il nettoie bien et mousse facilement. La caractéristique essentielle de ce savon est le fait qu'il ne contient pas d'alcalis caustiques et tout autre ingrédient susceptible de causer une irritation cutanée [27].

#### 2.5.2.2. Savon de ménage

Les savons de ménage sont préparés à base de cendres de végétaux et de matières grasses. Ils sont utilisés pour le nettoyage domestique en raison de leurs propriétés moussantes et détergentes [28].

#### 2.5.2.3. Savon médical

Plusieurs savons médicaux ayant des propriétés antiseptiques et antibactériennes sont des produits nettoyant conçus pour tuer les germes sur les mains ou le corps en toute sécurité. Ces savons sont fabriqués sous forme liquide ou en barres en mélangeant des additifs détergents avec des ingrédients qui ont des propriétés antimicrobiennes. Lors de la conception d'un savon médical, il doit être tenu compte des types d'organismes contre lesquels ce produit doit être agir de manière efficace et du temps qu'il faut pour que celui-ci soit actif. Il doit être tenu compte aussi des facteurs liés au nettoyage tels que la qualité de la mousse, la vitesse de moussage, la facilité de rinçage, le toucher de la peau,... De plus, les qualités esthétiques du produit (son apparence et son odeur) doivent également être [29].

#### **2.5.2.4. Savon dentifrice**

Pour les soins buccaux, le savon est préparé à base de glycérine, du bicarbonate de soude et d'eau. Dans la composition de ce type de savon, l'incorporation du peroxyde d'hydrogène, du sel et des arômes comme le zeste d'orange ou l'huile de cannelle recommandés [30].

### **2.6. Composition générale d'un savon**

Les matières premières nécessaires à la fabrication du savon couvrent une vaste gamme de substances qui peuvent se classer ainsi :

- Corps gras : graisses ou huiles.
- Alcalis ou les lessives : soude caustique ou potasse caustique.
- Eau.
- Additifs.

#### **2.6.1. Corps gras**

Les corps gras constituent environ 90% des matières premières nécessaires pour la fabrication d'un savon. Les caractéristiques d'un savon (pouvoir détergent, pouvoir moussant,...) dépendent principalement de la nature et de la qualité des corps gras utilisés. Généralement, dans la confection d'un savon, un mélange de plusieurs types de corps gras est utilisé. A titre d'exemple, les corps gras les plus utilisés dans la confection d'un savon sont : huile d'olive, huile de palme, huile de coco, huile de tournesol,... [31].

##### **2.6.1.1. Huile d'olive**

Le savon à base d'huile d'olive est considéré comme l'un des meilleurs traitements pour les peaux sèches, car ses propriétés hydratantes aident à adoucir la texture de la peau, à maintenir son hydratation et à la nourrir sans interférer avec les fonctions naturelles de celle-ci. Le savon à base d'huile d'olive est recommandé pour ceux qui ont une peau sensible ou sèche [32].

##### **2.6.1.2. Huile de palme**

L'huile de palme permet d'augmenter la dureté des savons et de stabiliser leurs mousses [27].

##### **2.6.1.3. Huile de coco**

Huile de coco permet d'obtenir un savon bien moussant, nettoyant et dur de couleur blanche avec une dissolution rapide [33].

### 2.6.2. Alcalis

Le type et la pureté de la base (alcali) utilisée détermine la dureté et la solubilité du produit fini.

Les deux alcalis qui sont souvent utilisés dans la fabrication d'un savon sont la soude et la potasse caustique.

#### 2.6.2.1. Soude caustique (hydroxyde de sodium)

La soude caustique (NaOH) est la lessive la plus employée, il s'agit d'un produit chimique assez répandu car utilisé dans différentes entreprises artisanales (ateliers de teinture, les tanneries, les savonneries,...). La soude caustique est vendue sous forme de blocs solides, de paillettes fondant à 320°C, de poudre et de liquide. C'est un produit hygroscopique, c'est-à-dire qu'il attire facilement l'eau à l'air libre et il réagit avec le gaz carbonique de l'atmosphère pour former le carbonate de sodium. Alors, il est recommandé de conserver la soude dans des récipients bien fermés, de préférence hermétiquement [26].

#### 2.6.2.2. Potasse caustique (hydroxyde de potassium)

L'hydroxyde de potassium (KOH) ou la potasse caustique possède des propriétés semblables à celle de la soude caustique, elle fond à 300°C et elle est très hygroscopique. Elle est surtout utilisée dans la fabrication des savons liquides et des shampooings [34].

#### 2.6.2.3. Eau

L'eau est le milieu dans lequel se fait la réaction entre le corps gras et la lessive. La saponification nécessite l'eau douce (eau de pluie) parce que l'eau dure contient les ions de calcium et de magnésium qui vont réagir avec le savon et qui l'empêcheront d'agir comme agent détergent.

#### 2.6.2.4. Additifs

Les additifs sont introduits dans les savons à fin de leur conférer des propriétés particulières. Ces additifs comprennent les colorants, les parfums et antioxydants,... [35].

##### a. Colorants

On ajoute des colorants au savon pour l'embellir ou pour supprimer les couleurs originales du produit. Dans la confection d'un savon deux types de colorants (synthétiques et naturels) peuvent être utilisés. Les colorants naturels, appelés aussi biocolorants sont souvent utilisés pour leurs propriétés bioactives. Ces matériaux ne sont pas de véritables colorants, mais sont typiquement des extraits de plantes (feuilles, fleurs, une partie de plante,...) qui donnent une variété de couleurs vives au produit. Ils se présentent sous forme de liquides et de poudres solubles dans l'eau, ainsi que sous forme de cires et de poudres solubles dans l'huile [36].

### **b. Parfums**

L'évaluation olfactive des bases de savon et des produits de savon finis est aussi importante que toute autre mesure des caractéristiques physiques. Les consommateurs ont tendance à considérer la perception des parfums comme étant au moins aussi importante que toute autre caractéristique du produit ; par conséquent, il est important que les parfums soient formulés pour le savon afin d'assurer autant de stabilité que possible. La stabilité des odeurs peut être évaluée dans les mêmes conditions que la stabilité de la couleur [36].

### **c. Antioxydants**

Les antioxydants sont introduits dans la formulation des savons afin de réduire l'oxydation des corps gras. Ils réduisent la formation de radicaux libres créés sous l'action du soleil ou de l'oxygène de l'air qui sont nuisibles pour la peau.

Il existe des antioxydants d'origine naturelle (vitamine A, vitamine E,...) et des antioxydants d'origine synthétique (BHA, BHT,...) [34].

### **d. Agents surgraisants**

Les surgraisants sont ajoutés aux savons afin d'adoucir et d'assouplir la peau, et de reconstituer le film hydrolipidique du à leur fort pouvoir détergent et à l'élévation du pH cutané.

Les surgraisants les plus utilisés sont : huile d'amande douce, huile de jojoba et le beurre de karité,... [37].

## **2.7. Mode de fabrication d'un savon**

On distingue deux méthodes de fabrication : artisanale et industrielle.

### **2.7.1. Fabrication artisanale**

Il existe trois grandes méthodes artisanales pour produire un savon : le rebatch, le procédé à froid et le procédé à chaud.

#### **2.7.1.1. La refonte ou "rebatch"**

La méthode 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 formulé. 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 de la refonte pour obtenir une pâte qui puisse être versée facilement dans des moules.

### 2.7.1.2. Procédé à froid

Le procédé à froid est le procédé discontinu le plus élémentaire. Il consiste à ajouter graduellement aux corps gras une quantité de lessive de soude pour assurer une saponification complète à une température proche de la température ambiante. Le mélange est maintenu sous agitation vigoureuse pendant un temps bien déterminé. Les additifs et parfums sont ajoutés au mélange après l'apparition de la trace (la trace indique que la pâte commence à se solidifier). Le mélange obtenu est introduit dans des moules, après durcissement, le savon est démoulé et ensuite coupé en blocs.

Le savon obtenu par cette méthode doit murir au moins un mois avant d'être utilisé. Ce temps de maturation est souvent considéré comme indispensable pour terminer la saponification [38].

### 2.7.1.3. Procédé à chaud

Le procédé à chaud se distingue du procédé à froid par le chauffage du mélange à saponifier entre 70° et 90 °C, ceci afin d'accélérer la réaction de saponification. Les colorants, les parfums et additifs, sont ajoutés à la fin de l'opération pour éviter leur éventuelle évaporation.

La saponification est généralement complète et le temps de maturation du savon sera réduit [39].

## 2.7.2. Fabrication industrielle

La fabrication et les procédés industriels des savons sont caractérisés par l'empilage, relargage, l'épinage, le lavage et le séchage.

### 2.7.2.1. Empilage

L'empilage consiste à mélanger en même temps les matières grasses et la soude dans une cuve ou dans un chaudron de grande contenance, tout en les chauffant. La température élevée sert à accélérer la réaction de saponification.

### 2.7.2.2. Relargage

Le relargage utilise des lessives salées qui permettent une meilleure séparation des sels alcalins d'acide gras, c'est-à-dire du savon formé qui est relargué et surnage en grumeaux.

### 2.7.2.3. Epilage

L'épilage prend son nom de l'épave qui est le robinet du bas de la cuve consiste à soutirer l'eau salée et le glycérol.

### 2.7.2.4. Lavage

Il consiste à répéter l'ajout de solutions salines, pour emporter le glycérol et les lessives résiduelles.

### 2.7.2.5. Séchage

Le savon est séché à l'air libre. Cette étape permet d'obtenir des pains de savon secs et consistants [40].

## 2.8. Qualités requises d'un savon

Les qualités requises sélectionnées pour élaborer un bon savon sont les suivantes :

### 2.8.1. Pouvoir mouillant

Le pouvoir mouillant d'un savon est défini par sa capacité à pénétrer entre les fibres d'un tissu et à s'étaler sur une surface. L'eau mélangée avec le détergent pénètre très vite dans le tissu car l'eau savonneuse diminue les forces de tension superficielle et imprègne le tissu [41].

### 2.8.2. Pouvoir émulsifiant

Le pouvoir émulsifiant d'un savon est sa capacité à réduire la tension superficielle de l'eau pour lui permettre de répandre des gouttes sur une surface, augmentant ainsi la capacité d'étalement d'un liquide. L'abaissement de la tension superficielle diminue l'énergie nécessaire pour répartir les gouttes sur un film, ce qui affaiblit les propriétés cohésives du liquide et renforce ses propriétés adhésives.

### 2.8.3. Pouvoir dispersant

Le pouvoir dispersant est provoqué par les propriétés des ions carboxylates et la structure des micelles, celles-ci se repoussent entre elles, qui se retrouvent ainsi dispersées dans l'eau savonneuse.

### 2.8.4. Pouvoir moussant

Un film d'ions carboxylates se forme 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 [42].

## 2.9. Caractéristiques physico-chimiques

La qualité des savons dépend de leurs propriétés physico-chimiques qui sont définis comme suit :

### 2.9.1. Alkali total

L'alcalinité totale est la quantité totale de matières alcalines présentes dans le savon fini. Cela comprend de nombreux composants alcalins, tels que les hydroxydes d'oxyde de sodium (II)  $\text{Na}_2\text{O}$ , les carbonates et les bicarbonates [43].

### 2.9.2. Alkali caustique libre

L'alcali caustique libre est l'un des paramètres qui détermine l'abrasivité d'un savon donné. C'est la quantité d'alcali libre pour contrer et éviter que le savon ne devienne huileux [43].

### 2.9.3. pH

La littérature publie plusieurs valeurs du pH de la peau humaine. Ces valeurs sont comprises dans un domaine de pH allant de 4 à 7. Le savon étant basique, généralement voisin de 10, perturbe le pH de la peau, mais dans la pratique, on constate à de rares exceptions près, que le pH de la peau se rétablit assez vite après deux heures environ et que les irritations cutanées causées par le caractère basique des savons sont peu fréquentes [44].

### 2.9.4. Humidité

La teneur en humidité qui 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 [45].

### 2.9.5. Point de fusion

Le point de fusion est la température à laquelle la substance est complètement fondue, avec une disparition de la phase solide et la transparence totale du liquide obtenu [46].

### 2.10. Activité superficielle des savons

Le savon se compose de molécules dites « bipolaires » ou « tensioactifs » (Figure 2.4), contenant des ions carboxylates qui possèdent :

- une tête hydrophile polaire ( $-\text{COO}^-$ ) chargée négativement,
- une extrémité lipophile (R) qui a beaucoup d'affinité pour les chaînes carbonées présentes dans les lipides et les graisses.

Dans la composition d'un savon, l'huile apporte la partie hydrophobe (ou non polaire) et la soude apporte la partie hydrophile (ou polaire).

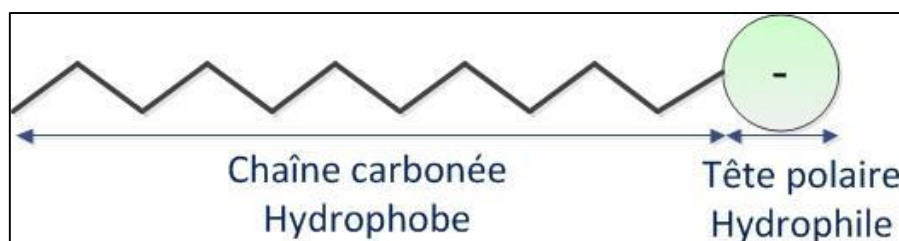
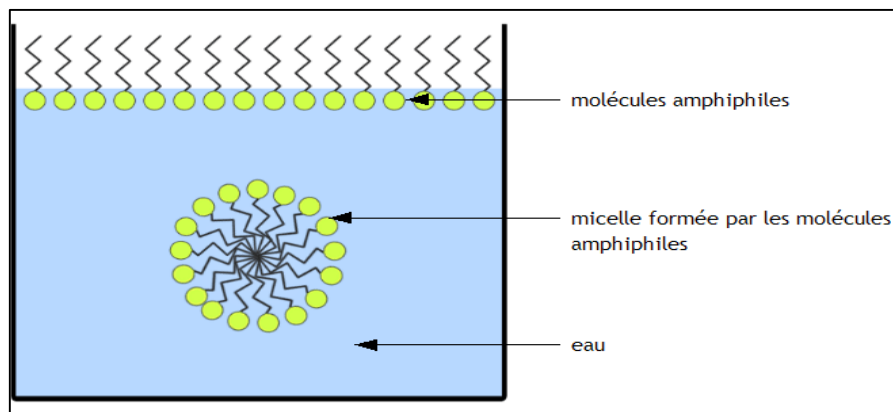


Figure 2.4. Structure schématique d'un tensioactif.

### 2.10.1 Formation des micelles

Les ions carboxylates d'un savon forment plutôt des films à la surface de l'eau. La partie polaire, hydrophile, se trouve dans l'eau et la chaîne carbonée, hydrophobe, se trouve dans l'air. Si la concentration en ions carboxylates augmente, lorsque la surface du liquide est entièrement recouverte d'un film, les autres ions carboxylates pénètrent dans l'eau et s'unissent entre eux. Les parties hydrophobes se regroupent et se resserrent entre elles de manière à s'isoler de l'eau, les parties hydrophiles étant dirigées vers l'extérieur. On obtient alors des micelles (Figure 2.5).



**Figure 2.5.** Disposition des molécules de savon dans l'eau et formation des micelles.

### 2.10.2. Propriétés détergentes

En présence d'un savon en solution aqueuse, une salissure grasse présente sur un tissu se laisse entourer par la partie lipophile de ce savon alors que la partie hydrophile entraîne la tache vers l'eau (figure 2.6.a et b).

Ce phénomène contribue à arracher la salissure, conjointement à une action mécanique d'agitation ou de brossage (Figure 2.6. c).

La graisse est alors piégée dans des micelles pour être ensuite évacuée grâce aux eaux de rinçage [47].

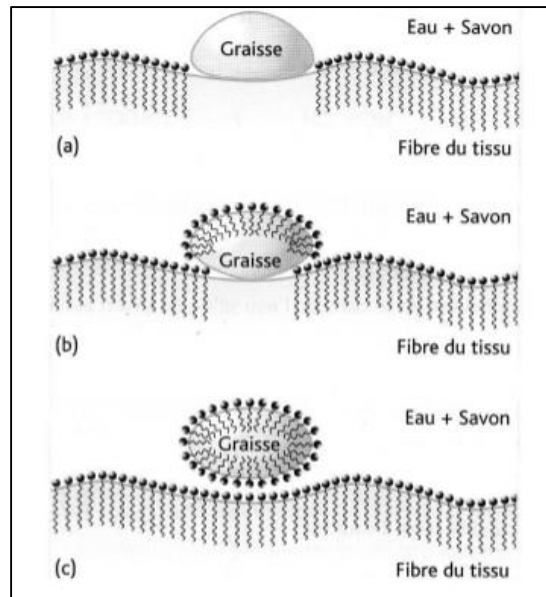


Figure 2.6. Phénomène de détergence.

**CHAPITRE 3**  
**MARGINE**

Les margines sont des eaux de végétation qui sont générées lors de l'extraction de l'huile d'olive. Ce sont des effluents riches en matière organique (composés phénoliques, lipides, sucres, protéines,...) et en sels minéraux (potassium, sodium, magnésium,...). Ces effluents liquides sont caractérisés par une intense couleur brun-violet ou brun-rouge à noir et une odeur de l'huile d'olive [48].

La qualité et la quantité des margines dépendent de l'opération d'extraction d'huile d'olive. Elles sont aussi influencées par la variété des olives, la saison de récolte, le taux de maturation des fruits et les conditions climatiques [49].

### 3.1. Composition

Les margines ont une forte charge saline et sont acides, riches en matières organiques et en polyphénols peu biodégradables [50].

La composition générale des margines est consignée dans le tableau 3.1.

**Tableau3.1.** Composition générale des margines [51].

Composant	Teneur en %
Eau	83-88 %
Matières organiques	10-15 %
Matière minérales	1,5-2 %
Matières azotées totales	1,25-2,4 %
Matières grasses	0,08-1 %
Polyphénols	1-1,5 %

### 3.2. Caractérisation des margines

La caractérisation des margines est basée sur l'évaluation des caractéristiques physico-chimiques, biologique.

#### 3.2.1. Caractéristiques physico-chimiques

La caractérisation physico-chimique des margines dépend de plusieurs facteurs tels : le stade de maturation des olives, la variété des olives et le procédé d'extraction d'huile d'olive (Tableau 3.2).

**Tableau 3.2.** Caractéristiques physico-chimiques des margines [52].

Les paramètres physico-chimiques	Valeurs
pH	4,2 à 5,9
Turbidité (NTU)	140
Couleur	coloration brun-rougeâtre
Conductivité	18 et 50 ms.cm-1

### 3.2.2. Caractéristiques biologiques (chimiques)

Pour caractériser les margines biologiquement, des paramètres tels que la demande chimique en oxygène et la demande biologique en oxygène doivent être déterminés.

Dans le tableau 3.3 sont données les caractéristiques biologique des margines

**Tableau 3.3.**Caractéristiques biologique des margines [52].

Paramètre	Valeurs
DCO	100 à 220 kg/m <sup>3</sup>
DBO <sub>5</sub>	100 kg/m <sup>3</sup>

### 3.3. Impact des margines sur l'environnement

Les margines sont des eaux considérées très polluantes car fortement chargées en matières organiques, elles affectent particulièrement la qualité des eaux dans lesquelles elles sont déversées [53]. Ces rejets liquides causent de sérieux dégâts environnementaux. Elles sont à l'origine de diverses pollutions (figure 3.1).

#### ➤ La pollution de l'air

La décomposition des margines engendre en partie la pollution de l'air. La forte teneur en sels et en charge organique ainsi que l'acidité de ces effluents sont à l'origine des dégagements d'odeurs désagréables liées à la formation d'hydrogène sulfureux (H<sub>2</sub>S), lors du processus de leur fermentation [54].

#### ➤ La pollution des eaux

Souvent rejetés dans des récepteurs naturels sans aucun traitement préalable, les margines nuisent fortement à la qualité des eaux de surfaces. Leur forte charge en matières organiques

empêche les eaux de s'auto-épurer et la pollution peut s'étendre sur de très longues distances [55].

### ➤ La pollution du sol

L'épandage direct des effluents d'huileries d'olive sur les sols provoque un colmatage et une diminution de leur qualité [56]. Les substances toxiques contenues dans ces eaux se fixent dans les sols. Certaines de ces substances telles que les composés phénoliques peuvent inhiber l'activité microbienne du sol [57].

Dans la figure 3.1 est donnée une image montrant la pollution engendrée par le rejet directe des margines dans l'environnement.



**Figure 3-1 :** La pollution engendrée par le rejet directe des margines

(Photos prises à Alaghen-Bejaia, 2016).

### 3.4. Traitements des margines

Divers procédés de traitement des margines sont envisageables : procédés physiques (processus thermique, techniques membranaire), procédés chimiques (coagulation-floculation, adsorption), procédés biologiques (traitement anaérobie, traitement aérobie) et procédés combinés (procédé physique et biologique, procédé physicochimique).

### 3.5. Valorisation des margines

Compte tenu de leur teneur en matières organiques et de leur composition chimique, les margines seules ne peuvent constituer un produit de valeur. Des études de plus en plus nombreuses ont été conduites par plusieurs chercheurs avec la vision de développer différentes applications de valorisation des margines en vue de limiter leur effet polluant [58]. Parmi les différentes utilisations des margines, nous citons :

### 3.5.1. Utilisation comme fertilisant

L'épandage des margines sur les sols et les cultures est une pratique courante qui permet de résoudre partiellement le problème de l'élimination de ces effluents liquides. Comme cet effluent est constitué de matières organiques et des éléments minéraux nutritifs (azote, phosphore, ..), il représente un excellent substrat pour le développement de la microflore qui permet d'améliorer les propriétés physico-chimiques du sol.

### 3.5.2. Compostage

Le compostage est l'une des techniques de recyclage des margines. Ces dernières sont adsorbées sur un substrat carboné solide avant d'être utilisées comme un compost. Ce compost s'obtient principalement par une dégradation aérobie-anaérobie des substances organiques et des résidus solides [59].

### 3.5.3. Production des protéines d'organismes unicellulaires (POU)

Les margines peuvent être utilisées comme milieu pour l'obtention des protéines unicellulaires par des procédés qui sont basés sur l'utilisation des levures capables de transformer les substances organiques en biomasse à haut contenu en protéines et vitamines de grande valeur pour l'alimentation animale et même humaine [60].

### 3.5.4. Récupération de quelques composants

Il s'agit, en particulier de la récupération des composants aromatiques, phénoliques et glucidiques.

- Les composés aromatiques peuvent être obtenus par distillation sous vide et les arômes sont récupérés par extraction par solvants [61]. Les principaux composants du mélange sont des terpènes, des dérivés benzéniques, des éthers, ... [62].

- Les extraits phénoliques des margines peuvent être récupérés à l'aide de l'extraction liquide-liquide en utilisant des solvants polaires ou semi polaires. Ces composés phénoliques, appelés antioxydants peuvent être utilisés dans le domaine de l'agro-alimentaire pour prolonger la durée de conservations des produits [63].

- La fraction de marge est riche en glucides fermentescibles utilisables comme substrat de fermentation pour la production de biomasse. Cette biomasse est constituée principalement de protéines unicellulaires de haute valeur biologique [64].

*PARTIE II :*  
*EXPERIMENTATION ET RESULTATS*

*CHAPITRE 4. TECHNIQUES  
EXPERIMENTALES*

*CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS*

**CHAPITRE 4**  
**TECHNIQUES**  
**EXPERIMENTALES**

L'objectif de ce présent travail est de préparer des savons solides à base des huiles végétales (huile d'olive, huile de palme et huile de coco). A cet effet, nous avons appliqué le procédé de fabrication à froid afin de conserver les propriétés des différents principes actifs présents dans les huiles comme les vitamines, les antioxydants, ...

Pour cela, nous avons d'abord analysé les huiles utilisées, ensuite nous avons procédé à la préparation et au contrôle de 8 types de savon solides obtenus.

### **4.1. Matériels**

Le matériel utilisé lors de la préparation du savon est constitués d'huiles végétales, additifs et produits chimiques.

#### **4.1.1. Matériel végétal**

Les huiles végétales utilisées sont : huile d'olive, huile de palme et huile de coco. Les additifs sont composés de gel d'aloevera et de feuilles de romarin. En plus de ces matériaux, la margine d'olive est aussi utilisée.

##### **4.1.1.1. Huile d'olive**

L'huile d'olive employée dans ce travail provient d'une huilerie à chaîne continue située dans la région de Boghni, à environ 38 km au sud-ouest de la wilaya de Tizi Ouzou, ceci durant la campagne oléicole 2018.

##### **4.1.1.2. Huile de palme**

L'huile de palme de marque AROMA ZONE provient d'un magasin spécialisé dans les huiles essentielles et est situé dans la ville de Lyon (France). Riche en acides gras saturés très appréciés en saponification, cette huile apporte une dureté et un toucher riche et crémeux aux savons. Elle convient à tous les types de peaux.

##### **4.1.1.3. Huile de coco**

L'huile de coco achetée au niveau du commerce est produite par Golden Brand, India. Cette huile est riche en acide gras saturés (64%).

##### **4.1.1.4. Gel d'aloevera**

Le gel d'aloevera est récolté dans la région de Draa ElMizan.

##### **4.1.1.5. Romarin**

Il provient du jardin du campus Hasnaoua, Université Mouloud Mammeri.

##### **4.1.1.6. Margine**

Les margines employées dans ce travail proviennent d'une huilerie moderne située de Ain-El Hammam, durant la campagne oléicole 2019.

### 4.1.2. Produits

#### 4.1.2.1. Soude

L'hydroxyde de sodium (NaOH) ou la soude caustique est utilisée dans la confection de notre savon. Elle est produite par Biochem Chemopharma sous forme de paillettes. Sa masse moléculaire est de 40 g/mol.

#### 4.1.2.2. Potasse

L'hydroxyde de potassium (KOH) est utilisé pour effectuer le dosage dans la caractérisation des huiles. Il est produit par Riedel-Dehaen sous forme de paillettes de poids moléculaire de 56.11 g/mol.

#### 4.1.2.3. Bentonite

La bentonite utilisée dans notre étude provient d'un gisement situé dans la wilaya de Mostaganem.

#### 4.1.2.4. Savon Palmolive

Ce savon provient du marché local (Tizi-Ouzou).

### 4.2. Méthodes

Avant de passer à la confection du savon, nous devons caractériser les matières premières utilisées.

#### 4.2.1. Caractérisations des matières premières

##### 4.2.1.1. Huiles

Pour déterminer la qualité des huiles employées dans notre formulation (huile d'olive, huile de palme et huile de coco), nous avons procédé aux analyses décrites ci-dessous :

##### a) Acidité

Par définition, l'acidité est le pourcentage d'acides gras libres du corps gras. Elle s'exprime en pourcentage :

- d'acide oléique de poids moléculaire 282,5 pour l'huile d'olive,
- d'acide palmitique pour l'huile de palme et d'acide laurique pour l'huile de coco de poids moléculaire 256 et 200 respectivement.

On définit également l'indice d'acide (I.A) comme étant le nombre de mg de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres d'1 g 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 prise d'essai d'un mélange de solvant (oxyde diéthylique-éthanol : 50/50 ; V/V), puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0.1N.

L'acidité est donnée par la relation suivante :

$$\text{Acidite (\%)} = \frac{N \times V \times 282,5}{m \times 1000} \times 100$$

Où :

282.5 : poids moléculaire de l'acide oléique (256 et 200 poids moléculaires de l'acide palmitique et d'acide laurique respectivement)

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).

### b) Indice de saponification

On entend par indice de saponification (IS) d'un corps gras le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour saponifier un gramme de produit. Autrement dit, c'est le nombre de mg de KOH nécessaire pour transformer en savon tous les acides gras libres et liés aux triglycérides 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 soumis à ébullition sous réfrigérant à reflux pendant une heure. Ensuite, l'excès d'alcalis est titré avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique 0.5N.

L'indice de saponification est calculé comme suit :

$$IS = \frac{(V_1 - V) \times 28,055}{M}$$

Où :

V (ml) : Volume en ml de la solution d'acide utilisé dans l'essai avec le corps gras.

V<sub>1</sub> : Volume en ml d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc.

M (g) : Masse en gramme de la prise d'essai.

28.005 : Nombre de mg de KOH dans un ml de la solution alcoolique de potasse 0,5 N.

### c) Indice d'iode

L'indice d'iode d'une huile ou d'une graisse est défini comme la masse d'iode en gramme absorbée par 100 g d'échantillon.

L'indice d'iode est un paramètre qui exprime le degré d'insaturation, le nombre de doubles liaisons carbone-carbone dans les graisses ou les huiles. Cette valeur pourrait être utilisée pour quantifier la quantité de double liaison présente dans l'huile qui reflète la sensibilité de l'huile à l'oxydation.

### *Mode opératoire*

Un échantillon d'huile de 1g a été pesé dans une fiole jaugée de 200 à 300 ml. 15 ml de tétrachlorure de carbone ont été ajoutés à cet échantillon. Le mélange obtenu est agité pour s'assurer que l'échantillon est complètement dissous. Un volume de 25mL de réactif de Wijs a été introduit dans le mélange. Le flacon contenant ce mélange a été bouché et agité, ensuite placé à l'obscurité pendant une à deux heures à température ambiante. La fiole a été ensuite retirée de l'entreposage et 20 ml de la solution d'iodure de potassium (KI) 10 % a été ajoutée à celle-ci suivie de 150 ml d'eau distillée. Le mélange a été titré avec 0.1N de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$ ) jusqu'à ce que la couleur jaune soit presque disparue. Quelques gouttes d'indicateur d'amidon ont été ajoutées à la solution et le titrage s'est poursuivi jusqu'à ce que la couleur bleue ait disparu. Une détermination à blanc a été effectuée simultanément [65].

L'indice d'iode est donné par :

$$II = \frac{12.96 \times (V_2 - V_1) \times N}{p}$$

Où :

$V_1$  : Volume de thiosulfate de sodium versé dans l'essai avec l'huile (ml).

$V_2$  : Volume de thiosulfate de sodium versé dans le test à blanc (ml).

N : Normalité de thiosulfate de sodium (g/l).

P : Poids de la prise d'essai (g).

### **4.2.1.2. Margine**

Dans le but d'effectuer une caractérisation physico-chimique des margines nous avons étudié les paramètres suivants : teneur en eau, teneur en eau, teneur en cendre, teneur en matière volatile, teneur en composés phénoliques des margines, pH, conductivité des margines.

#### **a) pH**

La mesure du pH des margines a été réalisée à l'aide d'un pH-mètre de marque Hanna muni d'une électrode combinée. L'étalonnage de l'appareil a été obtenu avec des solutions

tampons de pH 4.0 - 7.0. Le procédé consiste à introduire la sonde du pH-mètre dans un bécher contenant 50 ml de margines et lire ensuite le pH.

### b) Conductivité des margines

La conductivité caractérise la résistance au passage du courant ou de la chaleur dans un matériau. La conductivité électrique de la margine a été mesurée à l'aide d'un conductimètre de type Consort C3030, elle est exprimée en mS.cm-1.

### c) Teneur en eau

La détermination de la teneur en eau des margines consiste à évaporer un échantillon de 20 ml de celle-ci à une température de  $100 \pm 3^\circ\text{C}$  jusqu'à obtention d'une masse constante. Cette teneur est déterminée comme suit :

$$TE (g/L) = \frac{m_1 - m}{m_1 - m_0} \times 1000$$

Où :

$m_0$ : la masse du creuset vide ;

$m_1$  : la masse du creuset contenant 20 ml de margine avant séchage ;

$m$  : représente la masse du creuset et des margines après séchage.

### d) Teneur en matière sèche

La détermination de la teneur en matière sèche (MS) des margines consiste à évaporer un échantillon de 20 ml de celle-ci dans un creuset en porcelaine à une température de  $100^\circ\text{C}$  jusqu'à obtention d'un poids constant. Cette teneur est calculée par la relation suivante :

$$MS(g/L) = \frac{m - m_0}{20} \times 1000$$

Soient :

$m_0$  : la masse du creuset vide.

$m$  : est la masse du creuset et des margines après séchage.

### e) Teneur en cendre

La matière sèche des margines (MS) précédemment préparée a été incinérée à  $600^\circ\text{C}$  jusqu'à obtention d'une masse constante dans un four à moufle. La teneur en cendres (TC), est donnée par la relation suivante.

$$TC(g/L) = \frac{m_2 - m_0}{V} \times 1000$$

Soient :

$m_0$  est la masse de creuset vide ;

$m_2$  est la masse de la matière sèche calcinée ;

V est le volume de la prise d'essai (20 ml).

### f) Teneur en matière volatile

La teneur en matière volatile (MV) est déterminée en faisant la différence entre la teneur en matière sèche obtenue par évaporation à une température de  $100 \pm 3$  °C et celle en résidus de cendres issus de la calcination à 600°C pendant 4 heures. Elle est exprimée en g.L<sup>-1</sup> par rapport à la matière sèche.

$$MV (g/l) = MS - TC$$

### g) Teneur en composés phénoliques des margines

La teneur en composés phénoliques a été déterminée sur 0.5 ml d'échantillon dilué dans 10 ml d'eau distillée, auquel sont ajoutés 0.5 ml du réactif de Folin. Après trois minutes, on ajoute 1 ml d'une solution de carbonate de sodium saturée. La lecture des absorbances contre un blanc (0.5 ml d'eau distillée à la place de l'échantillon) se fait après une heure d'incubation à température ambiante et à l'obscurité, à l'aide d'un spectrophotomètre UV (Shimadzu UV-1601PC) à 750 nm. La concentration en composés phénoliques est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage qui a été réalisée dans les mêmes conditions en utilisant l'acide gallique.

## 4.2.2. Préparation du savon

La préparation du savon se fait en deux étapes : calcul de la quantité des différents constituants utilisés puis la formulation.

### 4.2.2.1. Calcul de la quantité des différents constituants utilisés dans la fabrication du savon

Avant de commencer la préparation proprement dite, il est nécessaire de déterminer les quantités à utiliser de chaque constituant du savon, à savoir : les huiles, la soude et la quantité d'eau nécessaire.

#### a) Huiles

La quantité de savon est approximée égale à la somme des quantités des huiles qui le constituent. Dans notre travail, trois séries de savon ont été fabriquées en faisant varier le pourcentage des huiles utilisées (tableau 4.1).

**Tableau 4.1.** Les différentes proportions d'huiles.

1 <sup>ere</sup> proportion	2 <sup>eme</sup> proportion	3 <sup>eme</sup> proportion
60% d'huile d'olive	70% d'huile d'olive	80% d'huile d'olive
30% d'huile de palme	25% d'huile de palme	18% d'huile de palme
10% d'huile de coco	5% d'huile de coco	2% d'huile de coco

Les quantités des huiles à utiliser ont été déterminées par rapport à 100 g du savon.

A titre d'exemple, pour un pourcentage d'huile d'olive égale à 60%, la masse de cette huile est déterminée comme suit :

$$\begin{array}{l}
 100\text{g huile} \longrightarrow 100\% \\
 m_{\text{huile d'olive}} \longrightarrow 60\%
 \end{array}$$

Nous avons appliqué la même méthode pour calculer les masses des autres huiles utilisées.

### b) Soude caustique

Chaque corps gras nécessite une quantité d'alcali bien définie pour être transformé en savon. Cette quantité est calculée par la formule suivante :

$$\text{Quantité de soude totale en gramme} = \sum_i^n IS_i \cdot m_{hi}$$

Où :

$IS_i$  : est l'indice de saponification correspondant à chaque huile.

$m_{hi}$  : est la masse d'huile à utiliser.

### c) Surgras

Afin de formuler un savon surgras, deux méthodes ont été utilisées, à savoir :

1- Réduction de la quantité de soude utilisée avec un surgras de 5%, dans ce cas la formule de calcul est la suivante :

$$\begin{array}{l}
 100\% \longrightarrow \text{quantité totale de la soude avant réduction.} \\
 95\% \longrightarrow \text{quantité de la soude à déterminer après réduction.}
 \end{array}$$

2- Ajout d'une quantité d'huile à la fin de la réaction de saponification avec un surgras de 7%. Cette quantité est calculée comme suit :

$$\begin{array}{l}
 100\% \longrightarrow 100 \text{ g d'huiles} \\
 7\% \longrightarrow \text{Quantité d'huile à rajouter}
 \end{array}$$

### d) Quantité d'eau nécessaire

L'eau est le milieu dans lequel se fait la réaction entre le corps gras et la lessive, dans notre formulation nous avons effectué deux préparations :

La première consiste à utiliser l'eau comme solvant, dans la deuxième nous avons utilisé la margarine comme solvant.

La quantité de solvant (eau ou margines) est calculée par la formule suivante [66].

Quantité d'eau = Quantité d'huile x pourcentage d'eau qui est compris entre 0.30 et 0.35.

### 4.2.2.2. Formulation

La formulation du savon est constituée de trois étapes qui sont :



- Elaboration d'un savon de manière générale.
- Etude de l'effet du temps et de la vitesse d'agitation de la formulation.
- Etude de l'influence de l'ajout des additifs sur les propriétés.




#### a) Procédure générale d'élaboration d'un savon

Afin d'élaborer un savon, différentes étapes ont été envisagées.

Ces étapes sont rapportées dans le tableau 4.2.

**Tableau 4.2.** Etapes de préparation d'un savon.

<b>Etapes de préparation d'un savon</b>		
<b>1. Préparation de la solution de soude.</b>	<p>Peser séparément l'eau puis la soude et verser la soude dans l'eau (pas l'inverse) en plaçant le mélange dans un bain de glace afin d'abaisser la température de la solution, agiter doucement jusqu'à ce que toute la soude soit dissoute (figure 4.1).</p>	 <p><b>Figure 4.1.</b> Solution de soude.</p>
<b>2. Préparation du mélange d'huile.</b>	<p>Peser et faire fondre les huiles solides (huile de coco et huile de palme) dans un bol au bain-marie. Quand tout est fondu, ajouter l'huile d'olive et bien mélanger</p>	

	(figure 4.2).	<b>Figure 4.2.</b> Préparation du mélange d'huile.
<b>3. Mélange des huiles avec la soude</b>	Dès que les huiles et l'hydroxyde de sodium atteignent chacun une température voisine (la différence ne doit pas dépasser 10°C), nous ajoutons la solution d'hydroxyde de sodium dans le mélange d'huiles à l'aide d'une burette (figure 4.3) jusqu'à l'obtention de la trace.	 <p><b>Figure 4.3.</b> Formulation du savon</p>
<b>4. Moulage.</b>	Une fois la trace atteinte, nous versons le mélange dans des moules que nous recouvrons ensuite (figure 4.4.).	 <p><b>Figure 4.4.</b> Moulage.</p>
<b>5. Séchage et démoulage.</b>	Nous avons laissé durcir le savon durant 24 à 48 heures, ensuite nous avons procédé au démoulage du savon (figure 4.5).	 <p><b>Figure 4.5.</b> Démoulage du savon.</p>

### b) Etude de l'effet du temps et de la vitesse d'agitation sur la formulation du savon.

Pour optimiser les paramètres techniques de formulation, nous avons préparé 100 g du savon en utilisant différentes proportions d'huiles (tableau 4.1) dont lesquelles nous avons

étudié le temps d'apparition de la trace en fonction de la vitesse d'agitation (400, 600, 800, 1000 tr/min). Ce temps a été suivi après l'apparition de la trace à des temps allant de 5 à 15 minutes, avec un pas de 5 minutes, ceci afin d'obtenir les meilleures conditions de formulation du savon.

### c) Etude de l'influence de l'ajout des additifs sur les propriétés du savon

#### - Utilisation de l'eau comme solvant

Dans le but d'étudier l'influence de l'ajout des additifs sur les caractéristiques du savon, nous avons préparé 4 types de ce dernier avec l'utilisation de différents additifs : aloevera, bentonite et romarin, ceci en suivant le même procédé que celui décrit dans le tableau 4.2. L'ajout d'additifs se fait après l'apparition de la trace.

#### -Utilisation de la margine comme solvant

Dans ce cas, nous avons remplacé l'eau par la margine et nous avons utilisé toujours le même procédé de confection d'un savon avec additifs.

#### 4.2.2.3. Caractérisation des savons obtenus

Dans le but d'évaluer la qualité des savons préparés, différentes analyses ont été effectuées : pH, taux d'humidité, alcali caustique libre, pouvoir moussant et point de fusion. Ces analyses ont été effectuées au cours du temps (après 2, 8, 14, 11, 17 jours). Les mêmes analyses ont été effectuées sur un savon commercial, ceci afin de comparer les propriétés des savons obtenues.

##### a) pH

Pour la détermination du pH, deux types de solutions ont été analysées (1 et 5% dans un milieu aqueux). Le pH a été observé à l'aide d'un pH-mètre de type Hanna [43].

##### b) Taux d'humidité

La méthode utilisée est celle décrite par la norme NF T 60-305 de juin 1993. Environ 5 g d'échantillon ont été pesé avec précision à l'aide d'une balance d'analyse (scout pro haous) dans des creusets et séché dans une étuve (Memmert) à  $100 \pm 1$  C°. On détermine la perte en poids du savon au cours du temps jusqu'à ce qu'un poids constant soit atteint. Le % d'humidité a été calculé à l'aide de la formule suivante.

$$\%H = \frac{Cs - Ch}{Cs - CW} \times 100$$

Où :

C<sub>w</sub> : Poids du creuset

C<sub>s</sub> : Poids du creuset + échantillon

C<sub>h</sub> = Poids du creuset + échantillon après chauffage.

### c) Alkali caustique libre

Pour déterminer l'alkali caustique libre, 15 ml d'éthanol ont été ajoutés à 2,5 g de savon. 5 ml de BaCl<sub>2</sub> à 20 % et 5 gouttes de phénolphtaléine ont été ajoutées au mélange. La solution obtenue a été titrée à l'aide d'une solution d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0,05M), jusqu'à la disparition de la couleur rose [25].

Cette teneur est donnée par la relation suivante :

$$NaOH = \frac{0.31 \times VA}{P}$$

Soient :

V<sub>A</sub> : volume de l'acide versé dans l'échantillon.

P : poids de la prise d'essai (2.5g)

### d) Pouvoir moussant

Le pouvoir moussant a été déterminé selon la méthode décrite par Togbé et al, (2014). 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 de 10 à 15 mn.

#### 4.2.2.3. Caractérisation du savon commercial

Dans le but d'effectuer une étude comparative des caractéristiques physico-chimiques du savon préparé avec celles d'un savon commercial de marque Palmolive, nous avons réalisé les mêmes analyses que celles effectuées précédemment.

**CHAPITRE 5**  
***RESULTATS ET***  
***DISCUSSIONS***

Dans ce chapitre, sont représentés l'ensemble des résultats se rapportant aux matières premières utilisées et aux savons formulés et commercial.

### 5.1. Caractéristiques des matières premières utilisées

#### 5.1.1. Huiles

Les résultats des analyses effectuées sur les différentes huiles sont donnés dans le tableau 5.1

**Tableau 5.1.** Propriétés physico-chimiques des huiles.

<b>Indices</b>	<b>Acidité (%)</b>	<b>Indice de saponification</b>	<b>Indice d'iode</b>
<b>Huiles</b>			
<b>Huile d'olive</b>	4,50	0,27	18,14
<b>Huile de palme</b>	1,53	0,21	15,32
<b>Huile de coco</b>	0,75	0,34	7,00

- **Acidité des huiles**

Parmi les trois huiles végétales utilisées, l'huile d'olive est celle qui présente la plus forte acidité, viennent ensuite dans l'ordre l'huile de palme et l'huile de coco. La forte acidité de l'huile d'olive peut être attribuée aux facteurs suivants :

- la durée et condition de stockage de l'huile et des fruits.
- Système d'extraction de l'huile utilisé.

D'après les normes du C.O.I, (1999), l'huile d'olive utilisée est dite "lampante".

La valeur de l'acidité de l'huile de palme (1.53%) est inférieure à celle donnée par la norme Codex Stan, (1999) qui est de 5%. Ceci signifie que cette huile est de bonne qualité.

Concernant l'huile de coco, elle possède une acidité de 0.73% qui est inférieure à celle donnée par la norme Codex Stan, (1999) de valeur de 4%.

- **Indice de saponification**

Les résultats donnés dans le tableau 5.1 montrent que l'huile de coco est celle qui présente le plus fort indice de saponification. Le plus bas indice de saponification correspond à l'huile de palme.

L'indice de saponification de l'huile d'olive étudiée est de 0.27. Cette valeur n'est pas conforme aux limites fixées par la norme Codex Alimentarius, (1989) qui le fixe entre 0,184

et 0.196. La valeur élevée de cet indice explique la richesse de cette huile en courte chaîne d'acide gras.

L'huile de palme présente un indice de saponification de 0,205. Cette valeur est conforme aux limites données par la norme Codex Stan, (2015) qui sont : 0,190 -0,209. Cet indice nous renseigne sur le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes d'acide gras de cette huile.

L'indice de saponification de l'huile de coco utilisée est de 0.336. Cette valeur n'est pas conforme aux valeurs données par la norme Codex Stan, (2015) qui sont comprises entre 0,245 et 0,270.

- **Indice d'iode.**

D'après les données du tableau 5.1, nous remarquons que l'huile d'olive est celle qui présente le plus d'acide gras insaturés (indice d'iode le plus grand). L'huile de coco quant à elle, possède l'indice d'iode le plus bas, ce qui signifie qu'il contient d'acides gras insaturés.

L'indice d'iode de l'huile d'olive utilisée est de 18,14. Cette valeur n'est pas conforme à la valeur décrite par la norme Codex Alimentarius qui est située entre 75 et 94.

La valeur de l'indice d'iode de l'huile de palme est de 15,32. Cette valeur ne rentre pas dans l'intervalle fixé par la norme Codex Stan, (2015) qui est de 50 -55.

La valeur de l'indice d'iode de l'huile de coco est de 7. Cette donnée est conforme aux valeurs de la norme Codex Stan, (2015) qui sont entre 7 et 12.

### **5.1.2. Margine**

Les résultats des caractéristiques physico-chimiques des margines sont consignés dans le tableau 5.2.

**Tableau 5.2.** Caractéristiques physico-chimiques des margines.

Paramètres	Valeurs
pH	4.84
Conductivité	4.45mS/cm
Humidité	96%
matière sèche	14.5 g/l
Cendre	6.5 g/l
matière volatile	8g/l
composés phénoliques	2.04 g/l

La valeur de pH trouvée est égale à 4,84 ; celle-ci serait due à la présence des acides organiques, tels que : acide gras, acides phénoliques,...ce résultat est comparable à celui rapporté par A. Yaakoubi et al, (2010) qui est de 4.93.

La margine utilisée possède une conductivité électrique de l'ordre de 4.45mS/cm. Cette valeur nous renseigne sur la présence des sels dans cette margine.

La teneur en humidité de la margine utilisée est de 96%, cela explique par l'eau existant habituellement dans les olives d'une part et d'autre part par celle ajoutée au cours du processus d'extraction de l'huile d'olive.

La teneur en matière sèche et en matière volatile sont respectivement 14.5 et 8 g/l. ces valeurs sont inférieures à celles trouvées par Sebaoui. O, (2018).

La teneur en composés phénoliques de la margine utilisée est de 2,04 g/l. Ce taux est supérieur à celui obtenu par Yahyaoui. N et Mousaoui. R, (2013) qui est de 1.2 g/l

### **5.2. Préparation du savon**

#### **5.2.1. Quantité des différents constituants utilisés dans la fabrication du savon pour les trois proportions étudiées.**

Les quantités des différents constituants utilisés (huile d'olive, huile de palme, huile de coco, NaOH et l'eau) dans la fabrication du savon sont rapportées dans le tableau 5.3.

## CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS

**Tableau 5.3.** Masses des différents constituants d'un savon en fonction de proportion.

	Masse des constituants (g)					
	Huile d'olive	Huile de palme	Huile de coco	Soude caustique totale	Soude après surgras de 5%	Eau
<b>Première proportion</b>	60	30	10	25	23	35
<b>Deuxième proportion</b>	70	25	5			
<b>Troisième proportion</b>	80	18	2			

### 5.2.2. Formulation

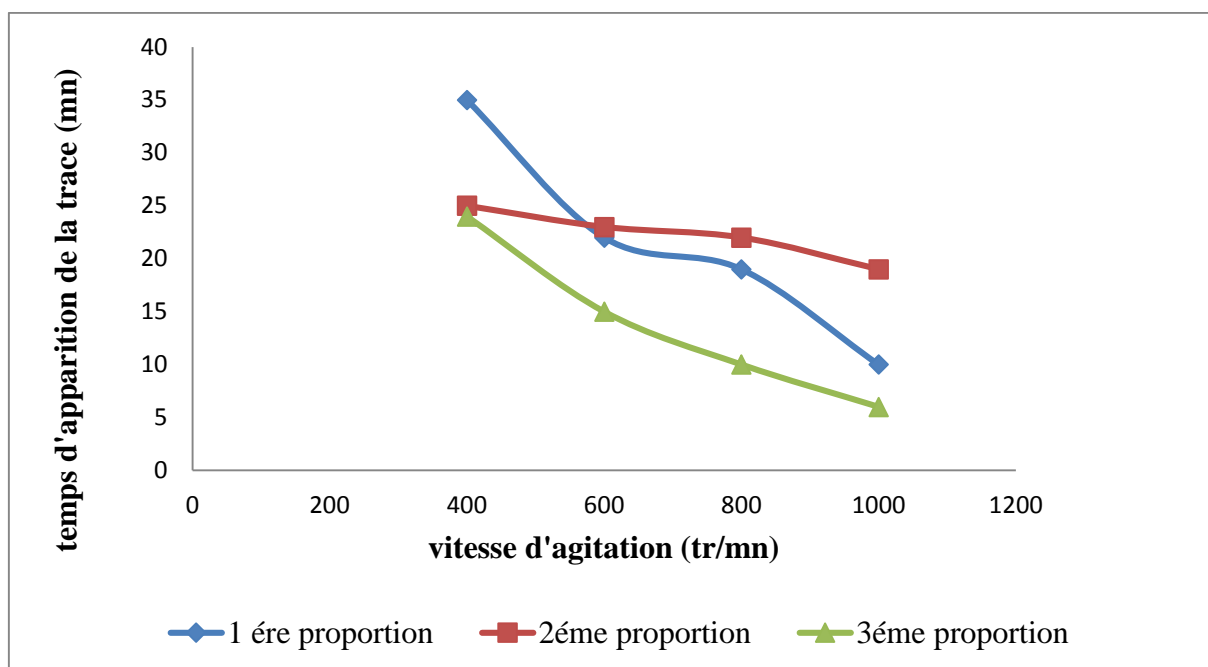
#### 5.2.2.1. Effet de la vitesse d'agitation sur le temps d'apparition de la trace ainsi sur celui de fin de gélification

Les résultats de l'effet de la vitesse d'agitation sur le temps d'apparition de la trace ainsi que sur le temps de fin de gélification pour les différentes proportions sont rapportés dans le tableau 5.4.

**Tableau 5.4.** Temps d'apparition de la trace ( $t_i$ ) et celui de la fin de gélification ( $t_f$ ) en fonction de la vitesse d'agitation.

Vitesse d'agitation	400 tr/min		600 tr/min		800 tr/min		1000 tr/min	
$t_i, t_f$ proportion	$t_i$	$t_f$	$t_i$	$t_f$	$t_i$	$t_f$	$t_i$	$t_f$
(1)	35	50	22	37	19	34	10	25
(2)	25	40	23	38	22	37	19	34
(3)	24	39	15	30	10	25	6	21

La représentation graphique des résultats concernant le temps d'apparition de la trace en fonction de la vitesse d'agitation pour les trois proportions étudiées sont donnés dans la figure 5.1.



**Figure 5.1.** Temps d'apparition de la trace en fonction de la vitesse d'agitation.

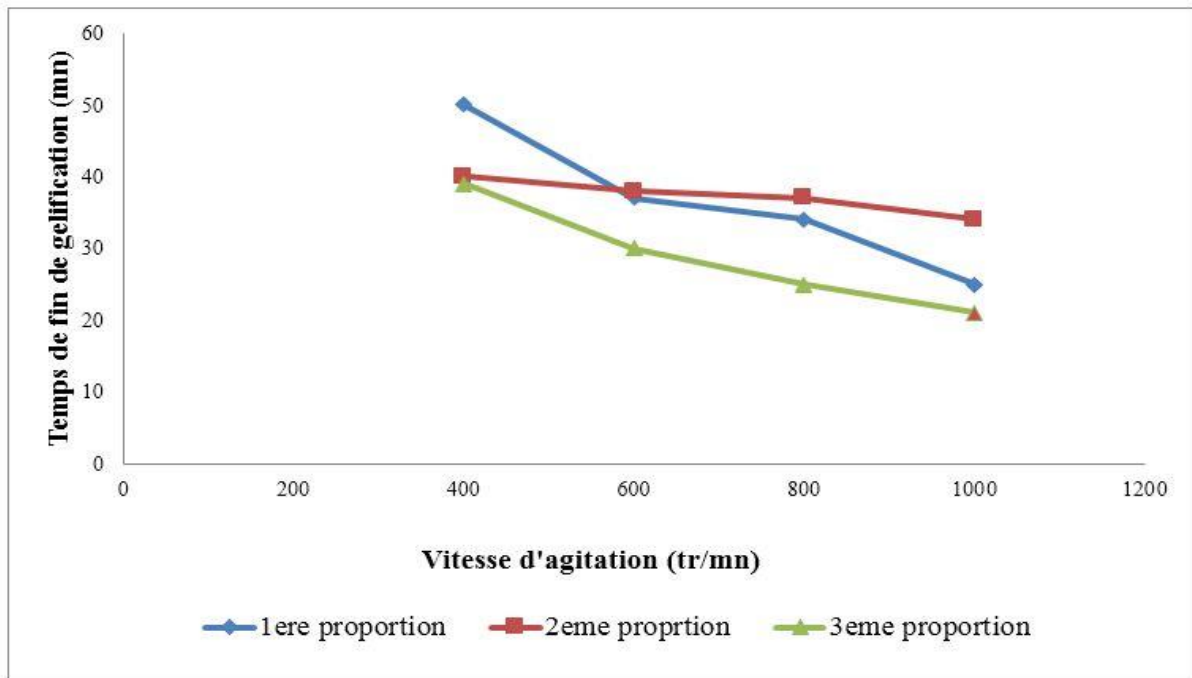
Selon les résultats donnés dans le tableau 5.4 et consignés dans la figure 5.1, nous observons une diminution du temps de l'apparition de la trace en fonction de la vitesse d'agitation pour toutes les formulations étudiées. Ce temps varie de 35 à 10 mn, de 25 à 19 mn et de 24 à 6 mn pour la première, la deuxième et la troisième proportion respectivement.

Le temps d'apparition de la trace est plus réduit pour la troisième proportion, cela du au grand pourcentage de l'huile d'olive (80 %).

Pour chacun des cas étudiés, la variation du temps d'apparition de la trace observée est respectivement de 71%, de 24% et de 75%, ceci en allant d'une vitesse de 400 à 1000 tr/mn.

Ceci signifie que la vitesse d'agitation permet de réduire de manière significative le temps de l'apparition de la trace.

Concernant l'étude de temps de fin de gélification de la formulation, les résultats sont donnés dans la figure 5.2.



**Figure 5.2.** Temps de fin de gélification en fonction de la vitesse d'agitation.

D'après cette figure, les résultats montrent que le temps de fin de gélification en fonction de la vitesse d'agitation pour les trois proportions varie de la même façon que celui de l'apparition de la trace, ce qui veut dire que ce temps diminue en fonction de la vitesse d'agitation.

Les figures 5.1 et 5.2, montrent que le temps d'apparition de la trace est celui de fin de gélification est plus bas pour une vitesse d'agitation de 1000 tr/mn, ceci en utilisant les masses d'huiles suivantes : huile d'olive 80g, huile de palme 18g et huile de coco 2g (quantités correspond à la troisième proportion).

A cet effet, nous avons opté pour ces conditions de formulation dans l'étude de l'influence de l'ajout des additifs sur les propriétés du savon.

### **5.2.2. Etude de l'influence de l'ajout des additifs sur les propriétés du savon**

Dans cette partie, l'influence de l'ajout des trois additifs (bentonite, aloevera et romarin) sur les propriétés du savon a été étudiée en utilisant l'eau ou la margarine comme solvant. Ces trois additifs ont été choisis en se basant sur leurs effets bénéfiques sur la peau.

### 5.3.5.3. Caractéristiques des savons élaborés

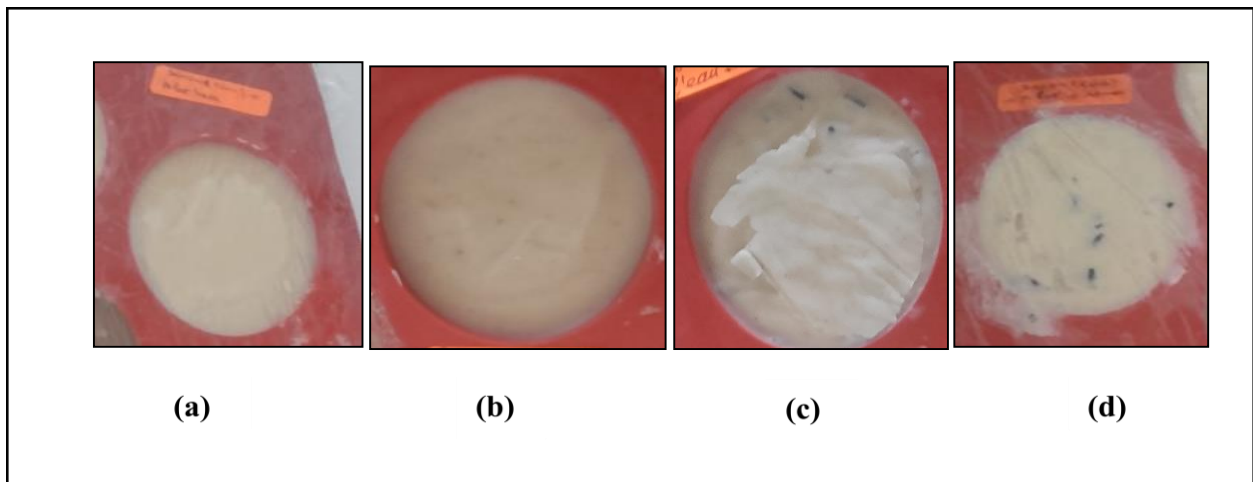
Les caractéristiques des savons élaborés ont été étudiées en utilisant deux types du solvant l'eau ou la margine.

#### 5.3.1. Utilisation de l'eau comme solvant

Les images correspondantes aux différents types du savon élaborés en utilisant de l'eau comme solvant sont données dans la figure 5.3.

Les savons obtenus sont de couleur blanche, de forme ovale, ils ont un aspect lisse et brillant, une odeur semblable à celle de l'huile d'olive (figure 5.3). Concernant les savons fabriqués en utilisant le gel d'aloevera comme additifs (figure 5.3.a) présentent un aspect plus lisse et plus brillant par rapport à ceux obtenus lors de l'utilisation de la bentonite (figure 5.3.b).

L'ajout des feuilles de romarin aux deux types de savons confectionnés en utilisant les deux additifs bentonite et gel d'aloevera (figure 5.3.c et d), nous a permis d'avoir des savons ayant une odeur caractéristique à celle de l'huile essentielle de romarin.



**Figure 5.3.** Savons élaborés en utilisant l'eau comme solvant et différents additifs.

Les résultats des différentes analyses effectuées sur les savons obtenus sont les suivants :

#### 5.3.1.1. Alkali caustique libre

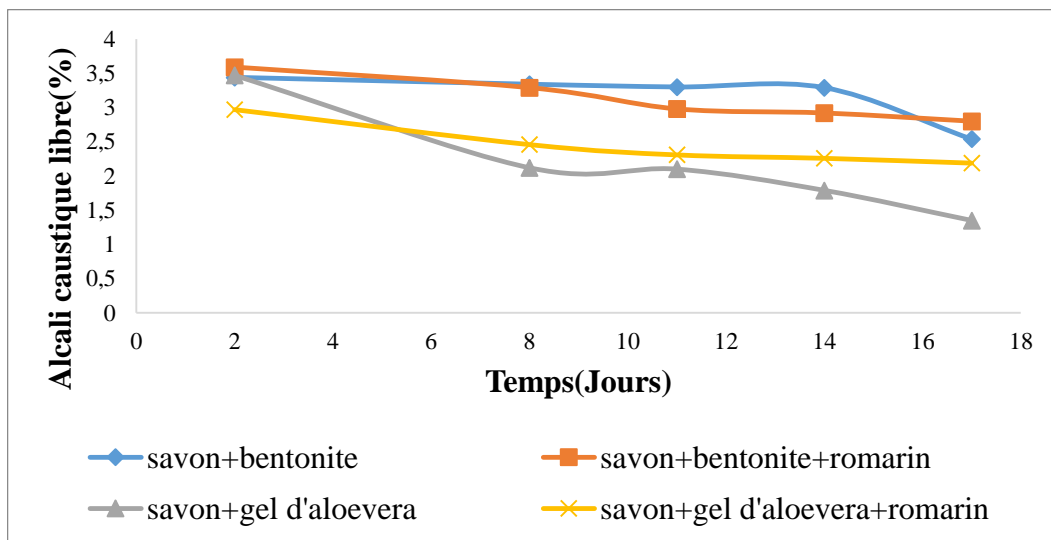
Les résultats de l'analyse de l'alkali caustique libre au cours du temps (2-17 jours) des 04 savons obtenus sont représentés dans le tableau 5.5.

## CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS

**Tableau 5.5.** Pourcentage en alcali caustique libre des savons élaborés.

Temps (jours)	Alcali caustique libre (%)			
	Savon+bentonite	Savon+bentonite +romarin	Savon+ gel d'aloevera	Savon+gel d'aloevera +romarin
2	3.44	3.59	3.47	2.97
8	3.34	3.29	2.12	2.46
11	3.30	2.98	2.10	2.31
14	3.29	2.92	1.79	2.26
17	2.54	2.80	1.35	2.19

La représentation graphique des résultats de l'alcali caustique libre au cours du temps pour les différents savons confectionnés est donnée par la figure 5.4.



**Figure 5.4.** Variation de l'alcali caustique libre en fonction du temps.

Les résultats rapportés dans le tableau 5.5 et la figure 5.4 montrent qu'il n'y a pas de variation notable de l'alcali caustique libre au cours du temps pour les savons élaborés à base des additifs suivants : bentonite (3.44 à 2.54 %), bentonite+romarin (3.59 à 2.80%) et le gel d'aloevera+romarin (2.97 à 2.19%). Concernant le savon fabriqué en ajoutant le gel

d'aloevera, nous constatons une diminution en termes d'alcali caustique libre de 1.35 %, ça du à l'acidité élevée de gel d'aloevera. Ces valeurs sont largement supérieures à celles obtenues par Ogunsuyi et Akinnawo, (2015) (0.09 à 0.25 %) dans le cas de la préparation des savons noir et améliorés, ceci serait probablement dû au procédé à froid utilisé dans notre étude. Selon les données de la littérature, ce procédé nécessite au minimum deux mois pour que la réaction de saponification soit complète [43].

### 5.3.1.2. Humidité

L'évaluation de la perte d'eau en pourcent des savons préparés en fonction du temps est donnée dans le tableau 5.6 et présentée par la figure 5.5.

**Tableau 5.6.** Perte d'eau (%) des savons élaborés au cours du temps.

Temps (Jours)	Perte d'eau (%)			
	Savon+ bentonite	Savon+ bentonite+ romarin	Savon + gel d'aloevera	Savon+gel d'aloevera+ Romarin
4	19.80	18.60	19.00	21.00
8	23.20	20.20	22.20	22.80
11	23.80	22.00	22.20	22.80
14	24.20	22.00	22.20	22.80
17	24.20	22.00	22.20	22.80

La représentation graphique de perte d'eau des différents savons préparés en fonction du temps est illustrée dans la figure 5.5.

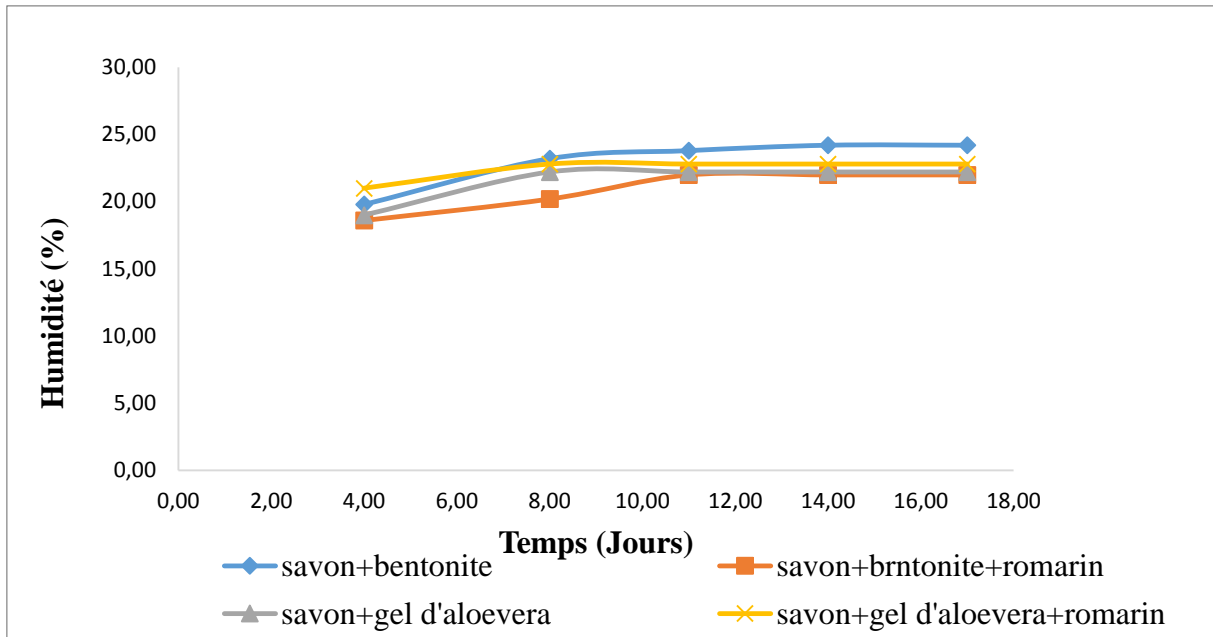


Figure 5.5. Perte d'eau des différents savons formulés en fonction du temps.

D'après les résultats donnés dans le tableau 5.6 et consignés dans la figure 5.5, nous constatons que le taux d'humidité varie de 22.00 à 24.20 % pour les différents savons étudiés.

Ce résultat répond à la norme fixée par Kenya Bureau of Standards, (2012) qui est de 22 - 26%. Comparativement à d'autres travaux, le taux d'humidité trouvé dans cette étude est légèrement inférieur à celui obtenu par Ogunsuyi.O et al, (2012) (29%), par contre cette valeur est largement supérieure à celle trouvée par Ainie.K et al, (1996) (6 à 8%). Cette différence peut être attribuée au procédé de fabrication, les types des huiles utilisées et la nature des additifs ajoutés.

### 5.3.1.3. pH

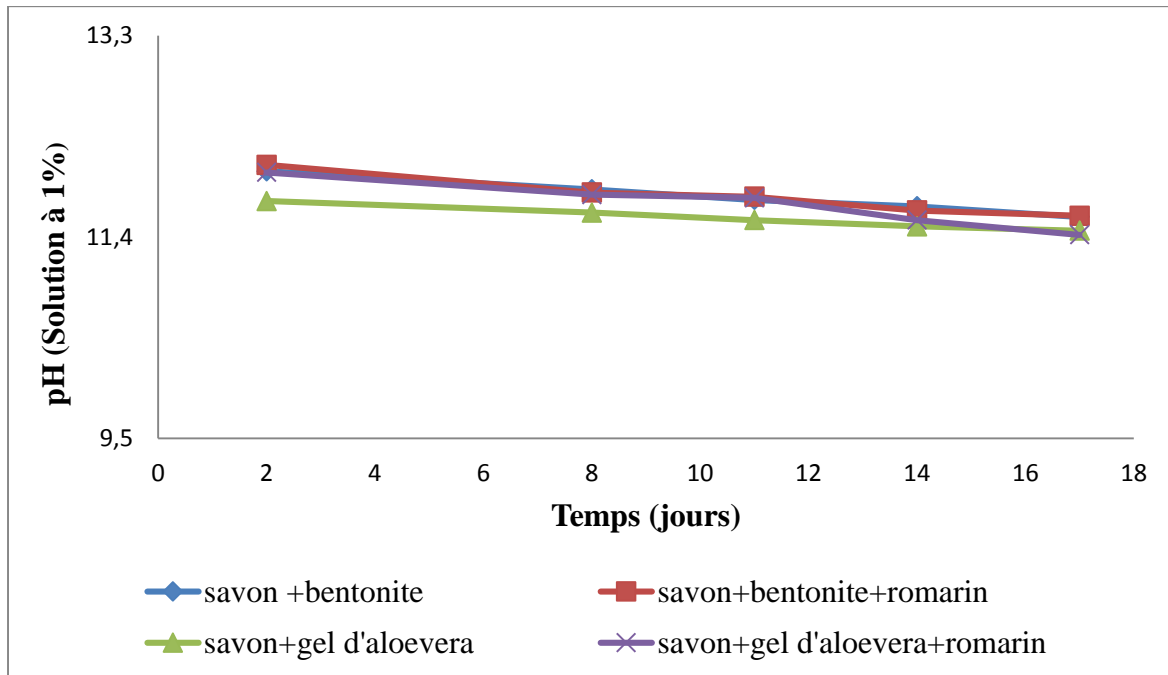
Les résultats de pH des différents savons élaborés sont regroupés dans le tableau 5.7.

## CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS

**Tableau 5.7.** Résultats du pH des quatre types du savon étudiés (solution à 1%).

Temps (jours)	PH (solution à 1%)			
	Savon+bentonite	Savon+bentonite +romarin	Savon+gel d'aloevera	Savon+gel d'aloevera +romarin
2	12.02	12.08	11.74	12.01
8	11.85	11.82	11.63	11.80
11	11.75	11.78	11.56	11.77
14	11.69	11.65	11.50	11.56
17	11.29	11.60	11.46	11.42

La représentation graphique de l'évaluation du pH des solutions savonneuses à 1% est représentée par la figure 5.6.



**Figure 5.6.** Evaluation du pH des solutions savonneuses à 1% en fonction du temps.

Selon les résultats donnés dans le tableau 5.7 et la figure 5.6, nous observons une diminution légère des valeurs de pH des différents types de savons préparés au cours du temps. Ces valeurs diminuent de 12.02 à 11.29, de 12.08 à 11.60, de 11.74 à 11.46 et de 12.01

## CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS

à 11.42 pour les savons auxquels nous avons rajoutés la bentonite, bentonite et romarin, gel d'aloevera, gel d'aloevera et romarin respectivement.

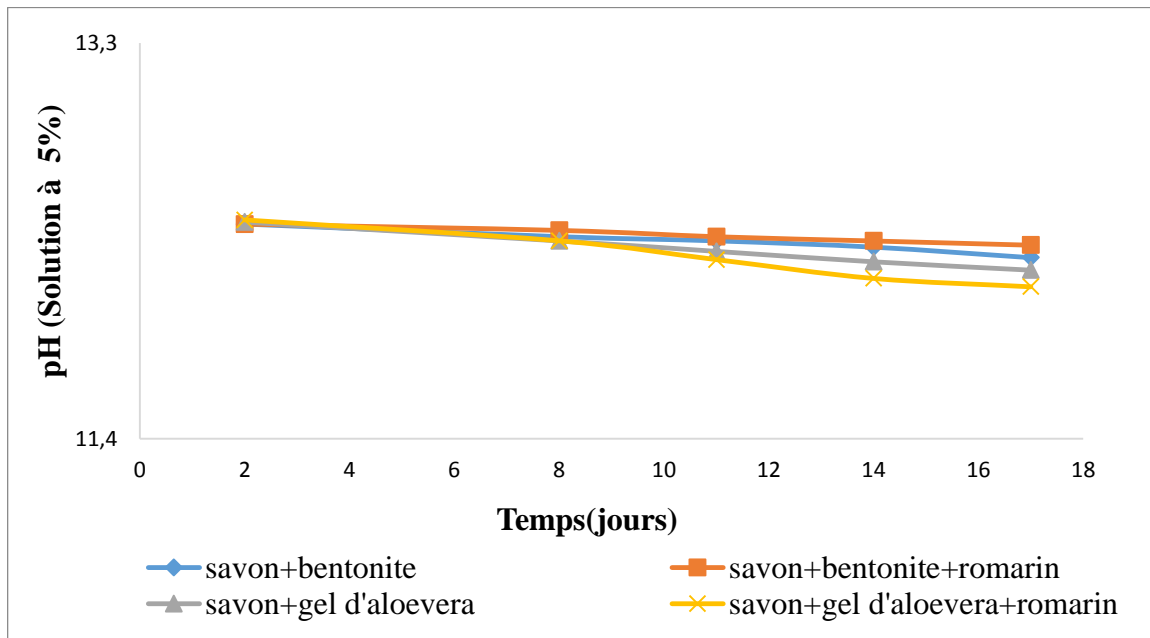
D'après ces résultats nous pouvons conclure que les savons obtenus sont basiques.

Le tableau 5.8 présente les valeurs de pH pour les solutions savonneuses de 5% en fonction du temps.

**Tableau 5.8.** Résultats de pH des solutions savonneuses à 5% en fonction du temps.

Temps (jours)	pH (solution à 5%)			
	Savon+bentonite	Savon+bentonite +romarin	Savon+gel d'aloevera	Savon+gel d'aloevera+romarin
2	12.43	12.43	12.44	12.45
8	12.37	12.40	12.35	12.35
11	12.35	12.37	12.30	12.26
14	12.32	12.35	12.25	12.17
17	12.27	12.33	12.21	12.13

La représentation graphique des valeurs de pH pour les solutions savonneuses de 5% est donnée dans la figure 5.7.



**Figure 5.7.** Evaluation de pH des solutions savonneuses à 5 % en fonction du temps.

## CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les valeurs du pH des solutions des différents savons préparés à 5% présentées dans le tableau 5.8 et la figure 5.7 sont pratiquement constantes (peu différent de 12). Par rapport aux valeurs de pH des solutions préparées précédemment, ces savons sont légèrement plus basiques.

Le faible écart observé serait probablement due à la durée totale de l'étude qui a été fixée à 17 jours.

Les valeurs de pH obtenues pour les différents savons formulés sont légèrement supérieures à celles trouvées par Onyango et al, (2014) (10.63 à 11.71) sur les savons commerciaux.

### 5.3.1.4. Pouvoir moussant

Les valeurs de la hauteur de la mousse des différents types des savons préparés sont données par le tableau 5.9.

**Tableau 5.9.** Hauteur de la mousse des différents savons préparés en fonction du temps

Temps (Jours)	Hauteur de la mousse (cm)			
	Savon+ bentonite	Savon+ bentonite +romarin	Savon+ gel d'aloevera	Savon+ gel d'aloevera +romarin
2	3	3	4	3
8	3	3	3	3
11	3	4	3	4
14	3	3	3	3
17	3	3	3	3

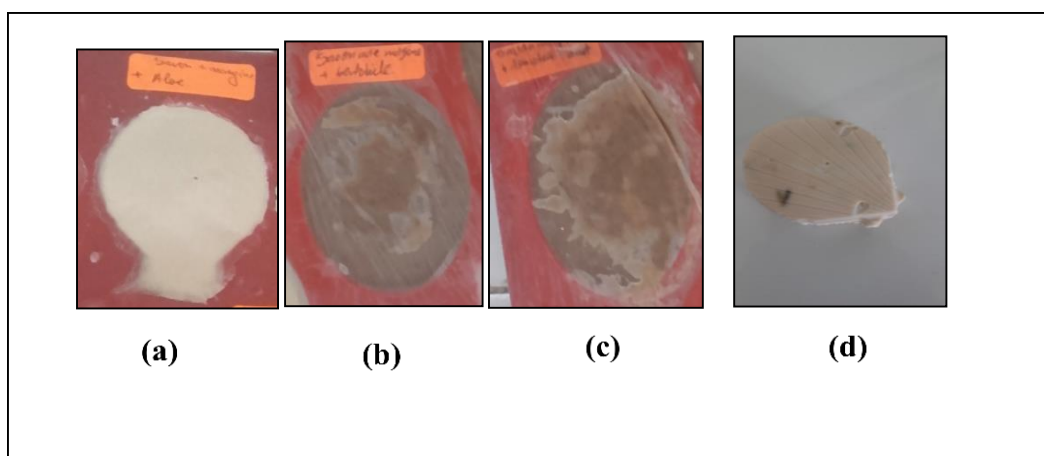
Selon les valeurs données dans le tableau 5.9, nous observons les mêmes valeurs de la hauteur de la mousse pour tous les savons préparés. Ces valeurs sont de l'ordre de 3 et 4 cm. Ceci signifie que les différents additifs utilisés n'ont pas d'influence sur le pouvoir moussant des savons obtenus.

### 5.3.2. Dans le cas d'utilisation de la margine comme solvant

Les images correspondantes aux différents types du savon élaborés en utilisant de la margine comme solvant sont données dans la figure 5.9.

Les savons obtenus sont de couleur marron, de forme ovale et de coquille (selon le moule utilisé) (figure 5.8). Ils ont un aspect lisse, une odeur semblable à celle de la margine. Concernant les savons fabriqués en utilisant le gel d'aloevera comme additifs (figure 5.8.a) présentent un aspect plus lisse par rapport à ceux obtenus lors de l'utilisation de la bentonite (figure 5.8.b).

L'ajout des feuilles de romarin aux deux types de savons confectionnés en utilisant les deux additifs, qui sont la bentonite et l'aloevera (figure 5.8.c et d), nous a permis d'obtenir des savons ayant une belle texture.



**Figure 5.8.** Savons confectionnés en utilisant la margines comme solvant et différents additifs.

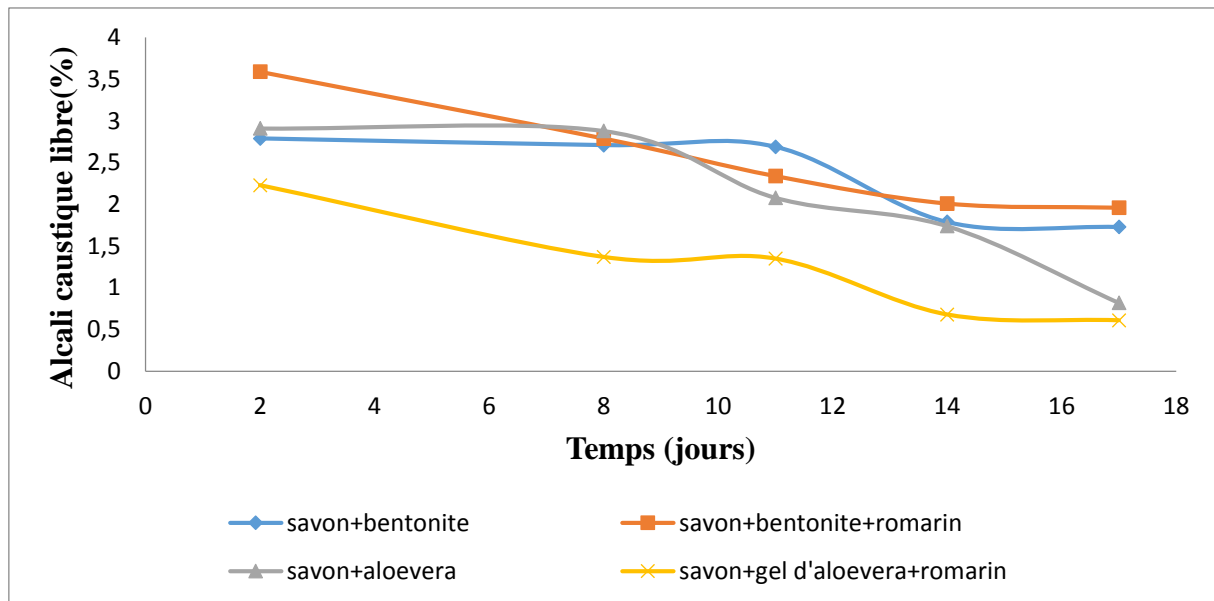
#### 5.3.2.1. Alkali caustique libre

Les résultats obtenus pour l'alcali caustique libre des savons élaborés en utilisant la margine comme solvant sont présentés par le tableau 5.10.

**Tableau 5.10.** Pourcentage d'Alcali caustique libre en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.

Temps (jours)	Alcali caustique libre (%)			
	Savon+ bentonite	Savon+ bentonite +romarin	Savon+ gel d'aloevera	Savon+ gel d'aloevera +romarin
2	2.79	3.59	2.91	2.23
8	2.71	2.79	2.88	2.37
11	2.69	2.34	2.08	2.35
14	1.79	2.01	1.74	0.68
17	1.73	1.96	0.82	0.61

Les résultats d'alcali caustique libre des savons confectionnés sont donnés dans la figure 5.9.



**Figure 5.9.** Pourcentage d'alcali caustique libre en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.

Les résultats de l'alcali caustique libre présentés dans le tableau 5.10 et la figure 5.9, montrent une diminution des valeurs de l'alcali caustique libre au cours du temps pour tous les savons préparés. Ces valeurs varient de 2.79 à 1.73%, de 3.59 à 1.96%, de 2.91 à 0.82% et

de 2.23 à 0.61% pour les savons auxquels nous avons rajouté la bentonite, bentonite et romarin, gel d'aloevera, gel d'aloevera et romarin respectivement.

Les valeurs de l'alcali caustique libre obtenus pour les savons confectionnés en utilisant la margine comme solvant sont légèrement inférieurs à celles obtenus pour les savons préparés en utilisant l'eau comme solvant ceci du à l'acidité de la margine.

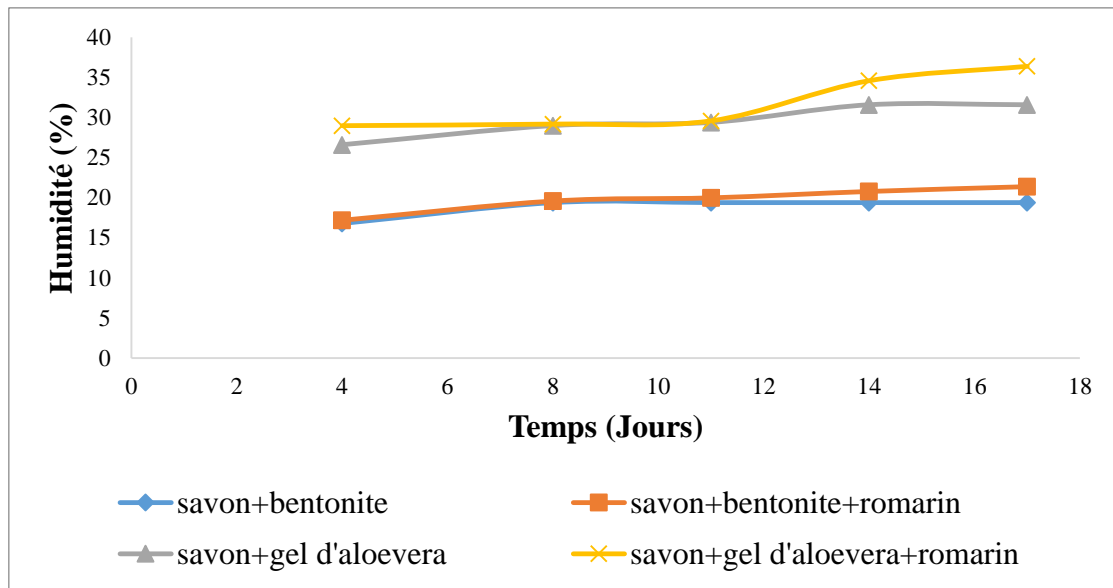
### 5.3.2.2. Humidité

Le tableau 5.11 et la figure 5.10 traduisent respectivement l'évaluation de la perte d'eau en pourcent des savons préparés en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.

**Tableau 5.11.** Perte d'eau (%) des savons préparés en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.

Temps (Jours)	Perte d'eau (%)			
	Savon+ bentonite	Savon+ Bentonite+ romarin	Savon+ gel d'aloevera	Savon+ gel d'aloevera+ romarin
4	16.80	17.20	26.60	29.00
8	19.40	19.60	29.00	29.20
11	19.40	20.00	29.40	29.60
14	19.40	20.80	31.60	34.60
17	19.40	21.40	31.60	36.40

La perte d'eau (%) des différents types des savons formulés en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant est présentée par la figure 5.10.



**Figure 5.10.** Perte d'eau en fonction du temps des savons préparés en utilisant la margine comme solvant.

Selon les résultats présentés par le tableau 5.11 et consignés dans la figure 5.10, nous constatons une augmentation de la perte d'eau des différents types de savons en fonction du temps.

Les teneurs en humidité des différents savons préparés sont : 19.40% pour le Savon+bentonite, 21.40% pour Savon+bentonite+romarin, 31.60% pour savon +gel d'aloevera et 36.40% pour savon+ gel d'aloevera+romarin. Ces teneurs en humidité sont obtenus au bout de 17 jours. Ces différences des taux d'humidité peuvent être expliquées par la nature des différents additifs utilisés et aussi par la nature du solvant utilisé.

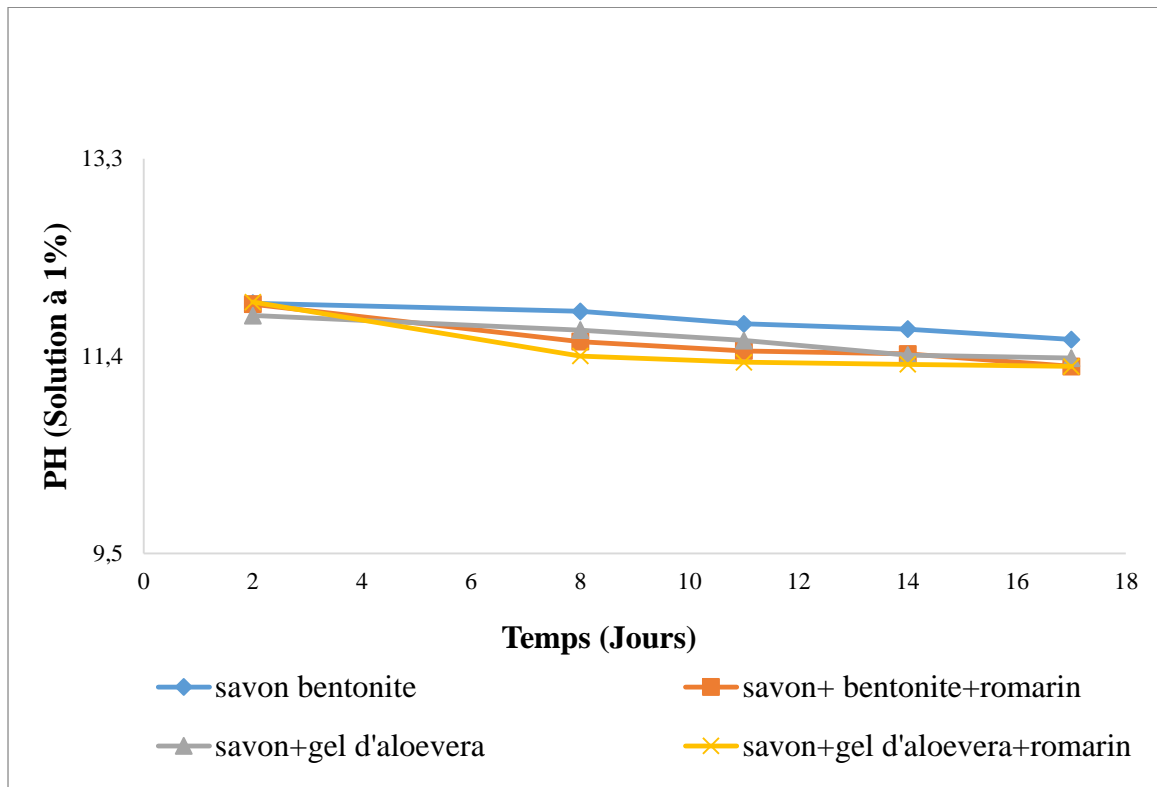
### 5.3.2.3. pH

Les résultats de pH des différents savons confectionnés en utilisant la margine comme solvant sont représentés par le tableau 5.12.

**Tableau 5.12.** Résultats du pH des savons élaborés en fonction du temps (solution 1%) en utilisant la margine comme solvant.

Temps (jours)	PH (solution à 1%)			
	Savon +bentonite	Savon+ bentonite+ romarin	Savon+ gel d'aloevera	Savon+gel d'aloevera+ romarin
2	11.91	11.90	11.79	11.92
8	11.83	11.54	11.65	11.40
11	11.71	11.45	11.55	11.34
14	11.66	11.42	11.41	11.32
17	11.56	11.30	11.38	11.30

La représentation graphique des résultats du pH des solutions savonneuses de 1% est donnée dans la figure 5.11.



**Figure 5.11.** Evaluation du pH des solutions savonneuses à 1% en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.

## CHAPITRE 5. RESULTATS ET DISCUSSIONS

D'après les résultats de tableau 5.14 et la figure 5.13, nous observons une très légère diminution des valeurs du pH au cours du temps pour tous les savons préparés. Ces valeurs sont voisines, elles varient de 11.91 à 11.56, de 11.90 à 11.30, de 11.79 à 11.38 et de 11.92 à 11.30 pour les savons avec bentonite, bentonite et romarin, le gel d'aloevera, le gel d'aloevera et romarin respectivement.

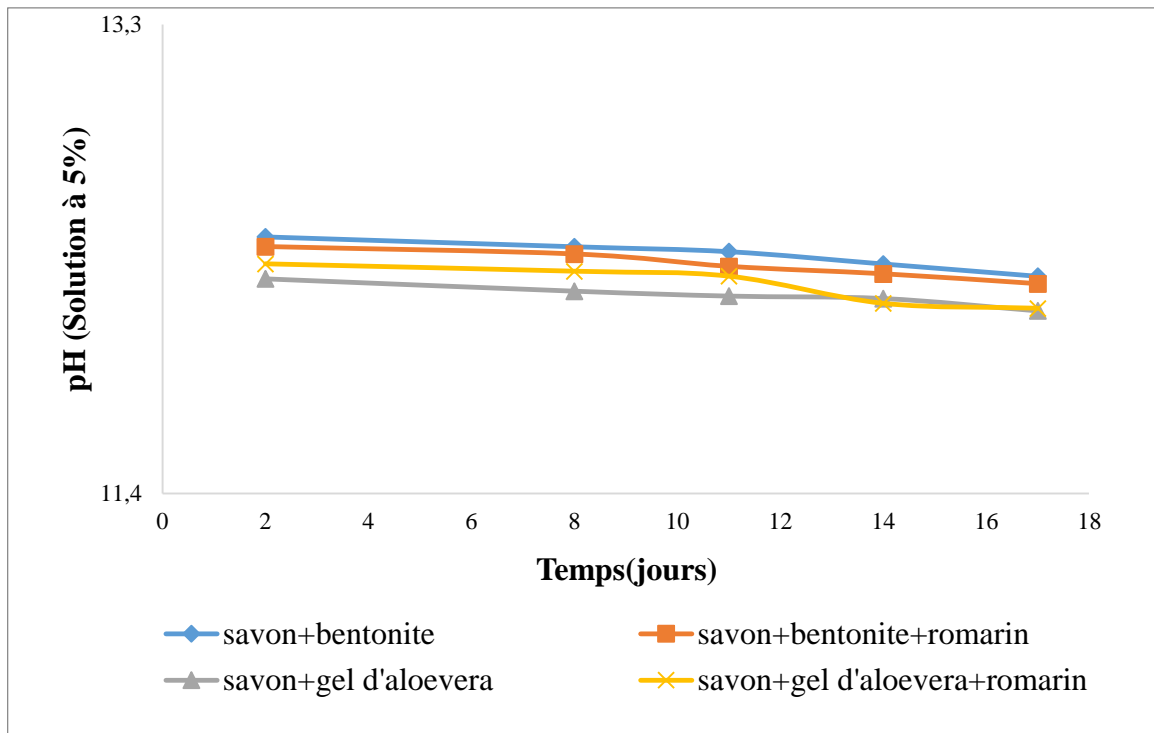
Les valeurs de pH élevées montrent que tous les savons obtenus sont fortement basiques. Ce qui signifie que la réaction de saponification est incomplète (excès de la soude). Comparativement aux résultats obtenus en utilisant l'eau comme solvant, nous remarquons que ces valeurs sont légèrement inférieures. Ceci s'expliquerait par la nature acide de la margine utilisée.

Les valeurs de pH en fonction du temps des solutions savonneuses à 5% sont données dans le tableau 5.13.

**Tableau 5.13.** Résultats du pH des savons élaborés en fonction du temps (solution à 5%) en utilisant la margine comme solvant.

Temps (jours)	pH (solution à 5%)			
	Savon+ bentonite	Savon+bentonite +romarin	Savon+ gel d'aloevera	Savon+ gel d'aloevera+romarin
2	12.44	12.40	12.27	12.33
8	12.40	12.37	12.22	12.30
11	12.38	12.32	12.20	12.28
14	12.33	12.29	12.19	12.17
17	12.28	12.25	12.14	12.15

La représentation graphique des valeurs de pH des solutions savonneuses de 5% en fonction du temps est illustrée dans la figure 5.12.



**Figure 5.12.** Evaluation de pH des solutions savonneuses à 5% en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.

Les valeurs de pH des solutions savonneuses à 5% rapportées dans le tableau 5.13 et consignées par la figure 5.12 sont pratiquement constantes (environ 12). Ces savons sont plus basiques que ceux correspondant à une solution de 1%.

Les valeurs de pH obtenues pour les différents savons formulés sont comparables à celles trouvées par Onyango et al, (2014) (10.63 à 11.71) sur les savons commerciaux.

#### 5.3.2.4. Pouvoir moussant

Le tableau 5.14 présente les valeurs de la hauteur de la mousse au cours du temps des savons élaborés en utilisant la margine comme solvant.

**Tableau 5.14.** Hauteur de mousse des différents types des savons en fonction du temps en utilisant la margine comme solvant.

Temps (Jours)	Hauteur de mousse (cm)			
	Savon+ bentonite	Savon+ bentonite +romarin	Savon+ gel aloevera	Savon+ gel aloevera +romarin
<b>2</b>	4	3	3	3
<b>8</b>	3	3	4	4
<b>11</b>	3	3	4	3
<b>14</b>	4	4	3	4
<b>17</b>	4	3	4	4

Selon le tableau 5.14, nous observons les mêmes valeurs de la hauteur de la mousse pour tous les savons préparés qui sont de l'ordre de 3 et 4 cm. Ce qui veut dire que les additifs n'ont pas d'influence sur le pouvoir moussant.

Les résultats du pouvoir moussant des différents types de savons élaborés en utilisant l'eau ou la margine comme solvant sont pratiquement les mêmes.

D'après les analyses des différents résultats obtenus relatifs aux savons confectionnés en utilisant l'eau ou la margine comme solvant, nous constatons que leurs propriétés physico-chimiques sont semblables. Ceci signifie qu'à la place de l'eau qui coûte chère, nous pourrions utiliser un déchet qui est la margine (rejet liquide de l'industrie oléicole) pour confectionner des savons. Parallèlement à cela, les savons obtenus en utilisant la margine ont des propriétés antioxydantes (présence des composés phénoliques dans la composition de la margine).

#### **5.4. Caractéristiques d'un savon commercial Palmolive**

Les résultats des analyses effectuées sur le savon commercial Palmolive sont donnés dans le tableau 5.15.

**Tableau 5. 15. Caractéristiques du savon Palmolive.**

Caractéristiques du savon		Valeurs obtenues pour le savon commercial	Valeurs obtenues pour les savons préparés
Alcali caustique libre (%)		0.00	0.61
L'humidité (%)		17.60	19.40
pH	1%	9.93	11.29
	5%	10.11	12.13
Hauteur de la mousse (cm)		5.00	4

Comparativement aux savons issus de l'industrie qui est le Palmolive et qui est choisis par rapport à sa composition importante en l'huile d'olive, nous constatons une différence significative concernant l'alcali caustique libre. Cette différence par rapport aux savons confectionnés au cours de notre étude est de 0.61%.

Concernant le pH, les savons formulés sont plus basiques par rapport au savon commercial Palmolive.

Les valeurs de l'humidité et de la hauteur de la mousse trouvées pour le savon Palmolive sont pratiquement les mêmes à celles obtenus pour les savons confectionnés.

*CONCLUSION*

La confection des savons est une réaction simple sur le plan chimique. Cependant, la démarche technologique à adopter pour obtenir un savon de qualité satisfaisante est un peu complexe.

Les résultats de la caractérisation des huiles utilisées ont montré qu'à l'exception de l'huile d'olive les deux autres huiles utilisées ont une faible acidité, l'huile d'olive dont l'acidité est de 4.50 % est dite huile d'olive lampante c'est-à-dire riche en acide gras libre. L'indice de saponification, parmi les trois huiles utilisées huile de coco présente l'indice de saponification le plus élevé (0.34), elle est riche en matière saponifiable, les deux autres huiles présentant des indices de saponification plus faible sont moyennement riche en fraction saponifiable. L'indice d'iode nous renseigne sur le taux d'insaturation d'un corps gras. Les résultats obtenus montrent que l'huile d'olive présente un indice d'iode le plus élevé (18.14).

L'étude de l'influence de la vitesse d'agitation sur le temps d'apparition de la trace et celui de fin de gélification en faisant varier les proportions des trois huiles utilisées a montré que la meilleure formulation est obtenue pour les pourcentages en huiles suivants : 80% huile d'olive, 18% huile de palme et 2% huile de coco ; ceci pour une vitesse d'agitation de 1000 tr/min et une durée de formulation de 21 mn.

La caractérisation physico-chimique (l'alcali caustique libre, d'humidité, le pH et le pouvoir moussant) effectuée sur les différents savons élaborés en utilisant l'eau ou la margine comme solvant et auxquels nous avons additionné des additifs suivants : bentonite, gel d'aloevera et romarin a montré que les résultats obtenus sont très peu différents. Cela signifie que l'addition des additifs aux savons ne présente pas une influence notable sur leurs caractéristiques physico-chimiques. Mais, leur influence sur le plan thérapeutique peut se manifester. D'après ces résultats, l'utilisation des margines comme solvant à la place de l'eau dans la confection des savons présente un avantage sur les plans économique (économiser l'eau) et environnemental (réduction de la pollution). De ce fait, deux objectifs ont été atteints : dépollution de l'environnement et valorisation de cet effluent.

Les résultats de l'étude comparative entre les propriétés des savons élaborés et celui issu du commerce (Palmolive) ont montré une différence significatifs concernant l'alcali caustique libre et le pH, par contre l'humidité et le pouvoir moussant sont pratiquement les mêmes.

*REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES*

## REFERENCES

- [1] J.C. Cheftel, Introduction à la biochimie à la technologie des aliments, Ed. Lavoisier, (1977).
- [2] J.C. Cheftel et H. Cheftel. Introduction à la biochimie et à la technologie des Aliments, Ed. Lavoisier, pp 246-264, (1977).
- [3] A. Karleskind. Manuel des corps gras, Ed. Tech et Doc, Paris, (1992).
- [4] Les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisance et Réglementation, Ed. Tec & Doc. pp 333-337, 1992.
- [5] S. Veillet, Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive entre tradition et innovation, thèse de doctorat, Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse, Marseille, (2010).
- [6] P. Oghome, M.U. Eke and C.I.O. Kamalu, Characterization of fatty acid used in soap manufacturing in Nigeria toilet, medicated and antiseptic soap, International journal of moderne ngineering research (IJMER), Vol.2, Federal University of Technology, pp-2930-2934, (2012).
- [7] A-J. Dijkstraã, Vegetable Oils: Composition and analysis, Encyclopedia of food and health, Elsevier, (2003).
- [9] K, limon, fabrication du savon, Evocation d'une activité industrielle nantaise, thèse de doctorat en pharmacie, 78p, Nantes, France, (2001).
- [10] B. Bermudez, S. Lopez1, A. Ortega1, L. M. Varela1, Y. M. Pacheco, Rocio Abia and Francisco, J.G. Muriana, Oleic Acid in Olive Oil: From a metabolic framework toward a clinical perspective. Instituto de la Grasa (CSIC), Avda. Padre Garcia Tejero 4, 41012 seville, Spain, (2011).
- [11] N. Al-Waili, Topical application of natural honey, beeswax and olive oil mixture foratopic dermatitis or psoriasis: partially controlled, single-blinded study. Complementary therapies in medicine, pp 226-234, (2003).
- [12] A. kantom, et al, Chemical and physical characteristics of soap made from distilled fatty acids of palm oil and palm kernel oil, JAOCS. Vol 73, (1996).
- [13] J-M .LECERF, Les huiles végétales : particularités et utilités Médecine des maladies Métaboliques. vol5 n°3 Elsevier, (2011).
- [14] <https://www.oxfammagasinsdumonde.be/blog/2010/06/24/huile-de-palme-et-modele-de-développement-agricole/#.XQv9-1UzbIU>, 2010.
- [15] <https://www.etudier.com/dissertations/Huile-De-Palme/520776.html>, (2013).
- [16] <http://www.doctissimo.fr/nutrition/equilibre-alimentaire/huile-de-palme/huile-de>

- Palme, (2000).
- [17] R. Kinsella, T. Maher et M-E. Clegg, Coconut oil has less satiating properties than medium chain triglyceride oil, *Journal homepage, University, Gipsy Lane*, p422-426, (2017).
- [18] R. D. O'Brien, *Fat and oils, formulating and processing for applications*. Taylor & Francis Group, vol 20, pp 8 – 10 ; 13 ; 48, (2009).
- [19] J. V. Blanca, M. D. Lianne, Concepc'ion C. L, *Descriptive sensory evaluation of virgin coconut oil and refined, bleached and deodorized coconut oil*. *Science Direct, Vol 40*, pp 193 – 199, (2007).
- [20] C. Moreau, *Bienfaits de l'huile de coco. Les utilisations beauté des stars*, Université du Québec à Chicoutimi, (2016).
- [21] E. Duclay, *Influence de l'évolution des mœurs, des croyances et des connaissances scientifiques sur celle de l'hygiène corporelle, en France*. Thèse de pharmacie, p 98, Nantes, (2009).
- [22] M. moyen, Louise. Ed. Van puyvéledé, *la production de savon*. Centre pour le développement industriel (convention de Lomé ACP /CEE), (1993).
- [23] L. Delcourt A. *Le savon malin*. Edition Leduc. S.ISBN:978-284899-970-8P07, (2011).
- [24] D. A. Kartz .*The science of soaps and detergents*. Department of Chemistry, St. Teresa's College, Ernakulam Kochi, Kerala, India, (2013).
- [25] P. Onyango.O. Vivian,A.Nathan, L. Osano, W.Mesopirr, N. Omwoyo, *Assessment of the physico-chemical properties of selected commercial soaps manufactured and sold in Kenya*. Department of Chemistry, Maasai Mara University, Narok, Keny, (2014).
- [26] Lisette Cauberg, *LA fabrication du savon. Aspects techniques, économiques et sociaux*. (1998), <http://creativecommons.org/licenses/by-nc/2.5/legalcode>.
- [27] Peter Donkor. *Small-scale, soap-making, a handbook*© Technology Consultancy Centre and Intermediate Technology Publication, p 91, Belgique, (1986).
- [28] Togbé FC Alexis yetePelagie, Azandegbe ENI Coffi, Wotto D. Valentin. *Journal of Applied Biosciences* 83:7493– 7498, Laboratoire de Chimie Physique (LCP/FAST/CHIMIE/UAC) 01BP526, Cotonou, Bénin, (2014).
- [29] July. *Antibacterial Activities of Some Medicalted Soaps Selected Human*, Umuahia, Abia State, Nigeria, (2013), b4brocliff@gmail.com.

- [30] Emilie Chapusot. Les critères qui déterminent le choix d'une pâte dentifrice, thèse de doctorat en d'état en pharmacie, UNiversite Henri poincare-Nancy Faculté D'odontologie, (2006).
- [31] N.P.Vida, O. Adeseun Adigun, Thu Huong Pham, A. Mumtaz, C. Manful, G. Callahan, P. Stewart, D. Keough and R. H. Thomas, The effects of cold saponification on the unsaponified fatty acid composition and sensory perception of commercial natural herbal soaps. Memorial University of Newfoundland, Canada, (2016).
- [32] <https://www.nourishedlife.com.au/article/29788/benefits-of-olive-oil-soap.html> Benefits of Olive Oil Soap.
- [33] A. Pel. Fatty acid: a versatile and substance source of raw materials for the surfactant industrie. OCL, p 145-151, (2001).
- [34] K. Limon, La fabrication du savon, Evocation d'une activité industrielle nantaise. Thèse de doctorat en pharmacie, p 78, Nantes, France, (2001).
- [35] M.C. Martini. Cosmétologie Masculine. p 401, Lavoisier, Paris, (2009).
- [36] D. E. George and J. D. Raymond. West warwick, Rhode Island, États-Unis, (2016).
- [37] C. lafforgue, J. thiroux. Produits dermocosmétiques, mode d'emploi. Arnette, p 419, Reuil- Malmaison, (2008).
- [38] M. Donnez. La production du savon. Centre du développement industriel, pp 1-50, Bruxelles, Belgique, (1993).
- [39] M. Donner. La production de savon, Cdt centre pour le développement industriel, Bruxelles, Belgique, (1993).
- [40] S. Kone,. Fabrication de savons améliorés. Technical information, p1-14, Eschborn, Allemand, (2000),
- [41] A. Chaterbache. Etude et synthèse de composés tensioactifs à base de souches naturelles et obtention de détergents industriels biodégradables, Mémoire de magister, Université Mentouri Constantine, (2007).
- [42] R. Awang, S. Ahmad and R. Ghazali. Properties of sodium soap derived from palm-based dihydroxystearic acid. Journal of Oil Palm Research Vol. 13 No. 2, p 33-38, Kuala Lumpur, Malaysia, (2001).
- [43] F. Mandokhail, N. Jamil, M. Riaz, Z. Masood, S. Ahmed, B. Asif, G. Shams-Ud-Din, G. Noor, N. Rehman, S. Zahid, A. Bano, F. D. Murad, D. Shakeel and F. Mengal. Study of physical and chemical properties of local neem (azadirachtaindica) soap with branded soapin relation to their impact on skin. American-Eurasian Journal of

- Toxicological Sciences. Sardar Bahadur Khan Women University, Quetta, Pakistan, (2015).
- [44] G. Waterval. savon artisanal. GNU free Documentation, p 1-20, (2011).
- [45] O. Idoko, S. A. Emmanue, A. A. Salau and P. A. Obigwa. Quality assessment on some soaps sold in nigeria. Nigerian Journal of Technology (Nijotech). Vol. 37, pp 1137 – 1140, (2018)
- [46] P. Joho. Les Graisses. Paul Emile Victor : maintenance et environnement, (2007).
- [47] S. Besson. Propriétés adhésives Entre deux bulles de savon. Thèse de doctorat de l'université pierre et marie curie, p 1-144, Paris, France, (2007).
- [48] A. Yaakoubi, A. Chahlaoui, M. Rahmani, M. Elyachioui, et Y. Oulhote. Effet de l'épandage des margines sur la microflore du sol, pp 35-43, (2009).
- [49] D. Daâssi, J. Lozano-Sánchez, I. Borrás-Linares, L. Belbahr, iS. Woodward, Zouari-H. Mechichi, T. Mechichi, M. Nasri and A. S. Carretero Olive oil mill wastewaters: Phenolic content characterization during degradation by *Corioliopsis gallica*. Chemosphere, pp 113, 62–70, (2014)..
- [50] A. Ranalli. L'effluent des huiles d'olives : propositions en vue de son utilisation et son épuration. Références aux normes italiennes en la matière, pp 39, 18-34.
- [51] R. Sansoucy (FAO, Rome), étude FAO production et santé animales, ( 1983).
- [52] P. Amirante, A. Montervino; Epuration par concentration thermique des effluents des huileries d'olives et compostage du concentré. Une expérience appliquée dans les pouilles, Olivea, ) ,pp 64-69, (1966).
- [53] M. Hamdi, H. Bouhamed, R. Ellouz Optimisation of *Aspergillus niger* growth on Olivemill waste waters, Appl. Microbiol. Biothechnol, ), pp 285-288, (1991).
- [54] K. Pendias and H. Pendias, Traces elements in soils and plants. 2eme Edn. CRC, Press. Boca Raton, Fla, P 534, (1984).
- [55] M. Mebirouk Rejet des huileries. Développement d'un procédé intégré pour la biodégradation des polyphénols dans la margine. CMPP News, N°11(2002).

- [56] D. Ghattas. Valorisation des margines par digestion anaérobie. Mémoire de diplôme d'études approfondies (DEA). Contrôle et gestion de qualité. Application à l'agroalimentaire. Institut de recherches agronomiques, p39, Libanais, (2004).
- [57] N. Benyahia et K.Zein .Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solution récemment développées. 2ème conférence Internationale Swiss Environmental Solutions for Emerging Countries (SESEC II), pp1-7, Lausanne, Suisse, (2003).
- [58] Francesco G.L. 1993. Evaluations économiques sur l'innovation technologique. Les problèmes de l'environnement dans le secteur oléicole en Italie. *Olivae* p 47- 47.
- [59] M. Hamdi. Anaerobic Digestion of Olive Mill Wastewaters. *Process Biochemistry*, pp31, 105 – 110, (1996).
- [60] El Alami, B. Contribution à l'étude de l'activité anti-oxydante de la fraction phénolique des margines. Mémoire de 3ème cycle, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, p 93, Rabat, Maroc, (2000).
- [61] A. Nefzaoui. Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous produits. pp 17-28, *Revue Olive*, (1987).
- [62] E.Fedeli, F. Camurati, In : Séminaire International sur la Valorisation des Sous Produits de l'olivier. PNUDFAO., pp111 – 113, Monastir, Tunisie,(1981).
- [63] R. Moussaoui, Siziani, D. Youyou, A. Sharrock, P. Fiallo, M.. Antioxidant effect of phenolic compounds recovered from olive mill wastewater of Chemlal variety cultivated in Kabylia (Algeria) on the oxidative stability of virgin olive oil. *Journal of Food, Agriculture and Environment*. pp 86 – 89, (2010).
- [64] A. Nefzaoui, Importance de la production oléicole et des sous-produits de l'olivier. Etude de l'utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale en Tunisie. Étude FAO production et santé animales, Rome. (1984).

- [65] W. Odoom and V. Opoku Edusei : Evaluation of Saponification value, Iodine value and Insoluble impurities in Coconut Oils from Jomoro District in the Western Region of Ghana, Department of Food and Postharvest Technology, Koforidua, Ghana, (2015).
- [66] K.Fee. Soap Session, [http:// soapsession.com](http://soapsession.com), (2010).

## Résumé

Les savons sont des sels de sodium ou de potassium des acides gras, ils sont préparés par le processus de saponification. Les propriétés des savons dépendent de la qualité et de la nature des huiles qui le constituent. A cet effet, trois types d'huiles ont été utilisés : l'huile d'olive, l'huile de palme et l'huile de coco. Ces huiles ainsi que la margine utilisées ont été caractérisées. L'objectif de ce travail consiste en l'élaboration d'un savon à base d'huile végétales et d'additifs naturels (bentonite, gel d'aloevera et romarin). Pour cela, nous avons utilisé l'eau et la margine comme solvant.

L'étude de l'influence de la vitesse d'agitation sur le temps d'apparition de la trace et celui de fin de gélification en faisant varier les proportions des trois huiles utilisées a montré que la meilleure formulation est obtenue pour les pourcentages en huiles suivants : 80% huile d'olive, 18% huile de palme et 2% huile de coco ; ceci pour une vitesse d'agitation de 1000 tr/min et une durée de formulation de 21 mn.

L'ajout des adjuvants dans la formulation ne présente pas d'influence notable sur les propriétés physico-chimiques des savons élaborés. Les propriétés des savons obtenues en utilisant l'eau ou la margine comme solvant sont peu différentes. La margine constitue un déchet de l'industrie de l'huile d'olive. Elle peut être valorisée en l'utilisant comme solvant dans l'élaboration des savons susceptibles d'avoir des propriétés antioxydantes.

**Mots clés :** acides gras, savon, saponification, margine et additifs.

## Abstract

Soaps are sodium or potassium salts of fatty acids. They are prepared by the saponification process. The properties of soaps depend on the quality and nature of the oils they contain. For this purpose, three types of oils were used: olive oil, palm oil and coconut oil. These oils and the margine used were characterized. The objective of this work is to develop a soap based on vegetable oil and natural additives (bentonite, aloe vera gel and rosemary). To do this, we used water and margine as solvents.

the influence of the stirring rate on the time of appearance of the trace and that of the end of gelation by varying the proportions of the three oils used has shown that the best formulation is obtained for the following oil percentages: 80% olive oil, 18% palm oil and 2% coconut oil; this for a stirring speed of 1000 rpm and a formulation time of 21 mn.

The addition of adjuvants in the formulation does not have a significant influence on the physico-chemical properties of the soaps produced. The properties of soaps obtained using water or margine as solvent are not very different. Following this, the margine, which is a waste from the olive oil industry, can be recovered by using it as a solvent in the production of soaps. The soaps obtained from the margine will have antioxidant properties.

**Key words:** fatty acids, soap, saponification, marge, and additives.