

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de sciences alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Option : Biotechnologies, agro ressources, aliment et nutrition



Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Préparation d'un savon pâteux et
liquide à base d'huiles végétales.**

Présenté par :

SELLAH Lynda & MOKRI Lynda

Soutenu le : 16 Juin 2015 à 10h30

Devant le jury composé de :

M^r MADANI K.

M^{elle} Smail L.

M^{me} Aidli.

Professeur

MAA

MAA

Président

Encadreur

Examineur

Année universitaire : 2014 / 2015

Remerciements

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

Nous tenons à remercier également notre promotrice M^{me} Smail.L qui a accepté de nous encadrer et de nous être un guide durant ce travail.

Nous remercions M^r MADANI.K et M^{me} AIDL.I d'avoir accepté de faire part du jury de notre travail.

Nos vifs remerciements s'adressent également à

M^r ASLOUNI.H pour sa précieuse aide dans la réalisation de notre travail.

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

MERCI

« Seul on va rapide à deux on va loin »





Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents pour leur amour, leurs sacrifices et leur soutien

Mon seul et unique frère Nourredine

Mes adorables sœurs Lamia, Kahina et Nadia

Mes oncles et tantes

Mes cousins et cousines

La mémoire de mes grands parents et mes oncles Arezki et Ahmed

Toute ma famille et tous mes amis

Toi Mahdi

Tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin

SELLAH Lynda

Toute la section de BAAN, de SA, de IL et de CG

MOKRI Lynda





Dédicace



Je dédie ce modeste travail

*A la mémoire de **ma mère** qui a donné sa vie très jeune, qui n'a même pas vu ses enfants grandir.*

Dieu lui pardonne et l'accueille dans son vaste paradis.

*A mon père et sa femme **Naima** qui sont toujours présents à mon côté par leur amour, soutien et encouragement. Que Dieu leur procure bonne santé et longue vie.*

*A mon très cher fiancé **Ghiles**.*

*A mes très chères sœurs : **Salima et Katia**.*

*A mon frère : **Khellafet** sa femme **Hadjira**.*

A toute la famille de mon fiancé.

*A toute ma famille, et mes amies : **Sabrina, Nacira, Dida,...***

*A mon binôme **Mokri Lynda** et toute sa famille.*

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



Lynda

Liste des abréviations

AG : Acide Gras

3BS : Laboratoire Biomathématiques Biophysique Biochimie et de Scientométrie

CG : Corps Gras

CO.G.B : Corps Gras de Bejaïa

HE : Huile Essentielle

HOV : Huile d'Olive Vierge

HN : Huile de Nigelle

I_A : Indice d'acide

I_p : Indice de peroxyde

I_s : Indice de saponification

KOH : Hydroxyde de potassium

LLL : Trilinoléate du glycéryl

LLO : Oléate, dilinoléate du glycéryl

LLP : Palmitoate, dilinoléate du glycéryl

LOP : Palmitoate, oléate, linoléate du glycéryl

NAOH : hydroxyde de soude

N : Normalité

OOO : Trioléate du glycéryl

OOL : Dioléate, linoléate du glycéryl

pH : Potentiel d'Hydrogène

POO : Palmitoate, dioléate du glycéryl

SOO : Stéarique, dioléate du glycéryl

CCE : Commition of the European Communities

FAO : Food Agriculture Organisation

Liste des figures

Numéro	Titre de la figure	Page
01	Réaction de saponification	05
02	Disposition des ions RCOO^- à la surface de l'eau	08
03	Micelle	9
04	Huile d'olive	10
05	Huile de nigelle	12
06	Huile de lentisque	14
07	Huile de laurier	15
08	Huile de coco	17
09	Appareil d'extraction de l'huile de nigelle	19
10	Chauffage à reflux pour la détermination de l'IS	20
11	La solution de KOH	27
12	Préparation du mélange d'huile	27
13	Mixer le mélange	27
14	Aspect final de la pâte de savon	28
15	Photographie des salles d'évaluation sensorielle	31
16	Photographie montrant les couleurs des trois classes de savon pâteux et liquide	35
17	Pouvoir discriminant par descripteur	40
18	Coefficient des modèles des 6 échantillons de savon	41
19	Corrélations entre les variables et les facteurs	43
20	Profil des classes	44
21	Courbe de niveau et carte des préférences	45

Liste des tableaux

Numéro	Titre du tableau	Page
I	Propriétés reposant sur l'activité superficielle des savons	09
II	Composition en acide gras de l'huile d'olive	10
III	Composition en acides gras de l'huile fixe de <i>Nigella sativa</i> L	13
IV	Composition en acides gras de l'huile de <i>Pistacia lentiscus</i> L	14
V	Composition en acide gras de l'huile de baie de laurier	16
VI	Composition en acides gras de l'huile de coco	17
VII	Composition des savons	24
VIII	Etapes de la préparation des savons	27
IX	Tableau récapitulatif des analyses effectuées sur les huiles	32
X	Tableau récapitulatifs des analyses effectuées sur les savons pâteux	36
XI	Taux de réduction bactérienne exprimé en pourcentage	38
XII	Evaluation du plan d'expérience	39
XIII	Moyennes ajustées par produit	42

SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale..... 1-2

Partie théorique

Chapitre I : Généralité sur les savons

I.1 Historique 03

I.2 Définition du savon..... 05

I.3 La réaction de saponification 05

I.4 Type de savon..... 07

I.5 Mécanisme de fabrication du savon 07

I.5.1 Le procédé à froid 07

I.5.2 Le procédé semi-chaud..... 07

I.5.3 Le procédé à chaud..... 08

I.6 Propriétés reposant sur l'activité superficielle des savons..... 08

Chapitre II : Généralité sur les huiles

II.1 Huile d'olive..... 10

II.1.1 Définition..... 10

II.1.2 Composition chimique..... 10

II.1.3 Aspect thérapeutique..... 11

II.2 Huile de nigelle *Nigella sativa* L..... 12

II.2.1 Définition..... 12

II.2.2 Composition chimique..... 12

II.2.3 Effets de l'huile de nigelle..... 13

II.3 Huile de lentisque *Pistacia lentiscus* L..... 14

II.3.1 Définition..... 14

II.3.2 Composition en acide gras de l'huile..... 14

II.3.3 Activité Pharmacologiques et effets thérapeutiques..... 15

II.4 Huile des baies de laurier *Laurus nobilis* L..... 15

II.4.1 Définition..... 15

II.4.2 Composition chimique.....	15
II.4.3 Effets thérapeutiques.....	16
II.5 Huile de la noix de coco.....	16
II.5.1 Définition.....	16
II.5.2 Composition de l’huile de la noix de coco.....	17
II.5.3 Les biens faits de l’huile de la noix de coco.....	17

Matériel et méthodes

I Choix des matières premières.....	18
I.1 Les corps gras.....	18
I.2 La lessive de potasse.....	19
I.3 Eau.....	20
II. Analyses effectuées sur les huiles.....	20
II.1 Indice de saponification.....	20
II.2 Indice d’acide.....	21
II.3 Indice de peroxyde.....	22
II.4 Taux d’humidité.....	23
III. Préparation des savons pâteux et liquides à base d’huiles végétales.....	24
III.1 Etapes Préparation du savon pâteux.....	27
III.2 Préparation du savon liquide	28
IV. Analyses effectués sur le savon pâteux.....	28
IV.1 La teneur en alcali libre.....	28
IV.2 Humidité.....	29
IV.3 Indice de peroxyde.....	29
IV.4 Le pH de savon.....	29
IV.5 Evaluation de l’activité antiseptique des savons préparés.....	29
IV.6 Analyse hédonique.....	31

Résultats et discussion

I. Résultats Analyses effectués sur les huiles.....	32
1. Humidité.....	32
2. Acidité.....	32
3. Indice de saponification.....	33
4. Indice de peroxyde.....	34

II. Types de savons pâteux et liquides préparés.....	34
III. Résultats des analyses effectuées sur les savons.....	36
1. Humidité.....	36
2. Indice de peroxyde.....	37
3. Teneur en alcali libre.....	37
4. Le pH du savon.....	37
5. Résultats de l'évaluation du pouvoir antiseptique des savons.....	37
6. Analyse hédonique sur le savon.....	39
6.1 Test du plan d'expérience.....	39
6.2 Caractérisation des produits.....	39
6.3 Cartographie des préférences (préférence Mapping).....	43
6.4 Analyse en composantes principales (ACP).....	43
6.5 Classification ascendante hiérarchique (CAH).....	44
6.6 Synthèse de Mapping des préférences.....	44
Conclusion et perspectives.....	46-48

Références bibliographiques

ANNEXES

INTRODUCTION

GENERALE

Les matières grasses ou les corps gras font partie d'un ensemble complexe des composés organiques, utilisés pour leurs différentes propriétés depuis les temps les plus éloignés. Ils ont été utilisés à divers fins, d'une part dans le domaine alimentaire tel que les huiles de friture, la production de beurre et de margarine, d'autre part ces derniers représentent en volume plus ou moins 2/3 des matières premières dans la fabrication du savon. Leur disponibilité et leur sécurité d'approvisionnement sont des éléments essentiels dans le choix de l'utilisation de ces corps gras. En théorie, on peut employer n'importe quelle huile ou graisse non-volatile mais dans la pratique leur nombre est fort réduit à cause de raisons économiques, techniques et chimiques.

Le savon tel qu'on l'entend aujourd'hui est le résultat de siècles d'évolution dans sa composition. À l'antiquité, il était fabriqué à partir des graisses animales, sa qualité est largement améliorée lorsque ces dernières sont remplacées par l'huile d'olive et les autres huiles. Le savon est un sel d'acide gras, il résulte de la combinaison de la soude ou de potasse avec un acide gras à longue chaîne ou un mélange de différents acides gras à longue chaîne, la longueur de la chaîne est comprise entre 8 et 20 atomes de carbone.(Libbey, 2004)

Quel ingrédient plus commun et plus ordinaire que le savon ? Et pourtant que d'atouts et d'applications pratiques dans tous les domaines de notre quotidien ! Connus depuis des siècles par les hommes, le savon a longtemps été l'un des produits de soin, d'hygiène et d'entretien les plus utilisés. Malheureusement, les nettoyants industriels du commerce l'ont petit à petit détrôné, et on a eu tendance à oublier que le savon était le seul détergent à la fois 100% naturel, entièrement biodégradable, protecteur des peaux les plus sensibles, efficace et économique.

Depuis quelque année, on assiste toutefois à un retour en grâce du savon. Engouement pour les produits naturels, préoccupations économiques, mode du fait-maison... : le savon profite lui aussi de cette nouvelle donne. Nous parlons 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, (Lefief-Delcourt, 2011).

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

Notre travail est consacré à l'élaboration de savons 100% naturelles. Pour cela nous avons tenté de fabriquer 9 types de savons pâteux et liquides à base d'huiles végétales.

A cet effet nous avons d'abord analysés les matières premières qui sont: l'huile d'olive, huile de nigelle, huile de lentisque, l'huile de coco et l'huile des baies de laurier à savoir : taux d'humidité, indice d'acide, indice de saponification et indice de peroxyde ; ensuite nous avons procédé à la préparation et au contrôle des savons de point de vue : taux d'humidité, indice de peroxyde, teneur en alcali libre.

Enfin nous avons procédé à l'évaluation du pouvoir antiseptique des savons obtenus.

Il est indispensable pour nous de connaître l'avis des gens sur nos savons, et de s'interroger : nos savons 100% naturelles plaisent-ils aux gens ? Le quelle est le plus apprécié? L'analyse hédonique été le moyen pour avoir des réponses à nos questions. Cette analyse a été réalisée sur 120 sujets naïfs après avoir établi un questionnaire adéquat. Les résultats obtenus sont traités par le logiciel de statistique **XLSTAT-MX version 2015.2.01.17502.**

PARTIE THEORIQUE

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

- **Les savons** : Le savon est une matière moléculaire obtenue par la combinaison d'une base (soude ou potasse) avec un corps gras (graisses animales ou végétales) et servant à blanchir, et à nettoyer. Il peut se présenter sous forme de bloc (pain), de poudre, de paillettes (lessives) et peut être vendu en solution (savon dit liquide). (Moyen et Van puyvelde ; 2009)
- **Les détergents** : qui sont les sels produits de la synthèse chimique. Ce sont des produits permettant d'éliminer d'un milieu solide les salissures qui y adhèrent, par leur mise en suspension ou en solution. Ils ont une action de surface, d'où leur nom d'agents de surface, ou de surfactif (superficiellement actifs) ; ils sont aussi appelés agents mouillants ou tensio-actifs. (Libbey, 2004).

Selon la norme MALAGASY les détergents sont des agents de surface appartenant à l'une des catégories suivantes : anioniques, cationiques, ampholytes et non ioniques.

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

I.1 Historique

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

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

À l'époque romaine, une légende suppose que le savon aurait été découvert par des femmes lavant leur linge le long du Tibre, rivière située au bas du mont Sapo à Rome. Ces dames avaient remarqué que leurs vêtements devenaient plus propres et cela, avec moins d'efforts. La cause de ce phénomène est très simple : des chercheurs ont découvert que les graisses et les cendres provenant de sacrifices d'animaux, qui se faisaient dans les temples situés au sommet du mont Sapo, se mélangeaient à la pluie et formaient une substance ayant la composition du savon qui s'écoulait jusqu'à la rivière.

L'origine du mot saponification proviendrait, selon cette légende, du nom de ce mont. On rencontre le mot sapo pour la première fois dans un texte de Pline l'Ancien (auteur latin du I siècle après J.C.).

Avec le déclin de l'empire romain, les habitudes d'hygiène corporelle suivent le même courant. Mais vers le VIII^e siècle apparaît le savon à base d'huile végétale et à partir du XIII^e siècle, ce procédé se développe peu à peu à Marseille. Cette ville devient au XVI^e siècle le premier fabricant français de savon. Louis XIV, en 1688, par l'édit de Colbert, fixe les règles de fabrication du savon de Marseille : l'utilisation de graisse est proscrite et il faut utiliser de l'huile d'olive pure.

Lors de la Révolution française, le savon de Marseille est concurrencé par l'Angleterre avec les savons jaunes à l'huile de palme et ceux de l'industrie parisienne à base d'huile extraite de graine d'arachide et de sésame.

Après 1930, le savon subit la concurrence des poudres à laver puis des détergents synthétiques, liés à l'évolution des tissus et des techniques de lavage. Ce n'est que pendant la seconde guerre mondiale que la production de détergent 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.

Pour palier à ce problème, un produit de remplacement synthétique a été inventé afin de fonctionner dans une eau froide et riche en minéraux pour les besoins militaires. 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 (Browning, 2006).

I.2 Définition du savon

Un savon est un produit obtenu par l'action d'une base sur un corps gras. Les savons sont des sels d'acides gras, ces acides gras sont faibles, non stables, sur lesquels on fait agir une base, aboutissant ainsi à la formation de sels alcalins solubles dans l'eau de formule générale: (R-COO⁻ + Na⁺) ou (R-COO⁻ + K⁺). Les savons peuvent être liquides, pâteux, ou solides. (Libbey, 2004; Boulekras, 2010)

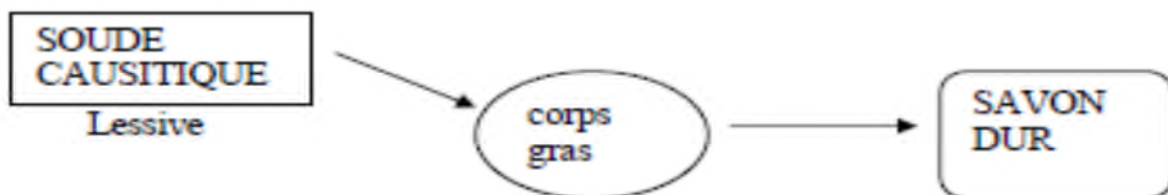
I.3 La réaction de saponification

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

Les savons sont obtenus par réaction de saponification de triesters appelés corps gras ou triglycérides. L'action de l'hydroxyde de sodium (soude) ou de potassium (potasse) sur le triester conduit à un carboxylate de sodium (ou de potassium) constituant le savon et à du propan-1, 2,3-triol (glycérol) (Boulekras, 2010).



Figure N°01: Réaction de saponification





I.4 Type de savon

1. Savon suivant l'aspect ou la composition

a. Savon dur

Un savon dur est produit à partir de la soude caustique et (un mélange) des corps gras. En principe chaque huile peut être utilisée dans la fabrication du savon dur mais la nature et les caractéristiques des huiles vont déterminer dans quel pourcentage les huiles devront être utilisées (Caubergs, 2006 ; Martini, 2011).

b. Savon liquide

Un savon liquide est produit à partir de l'hydroxyde de potassium et (un mélange) de Corps gras. En Europe le savon mou (savon brun) est fabriqué traditionnellement avec l'huile de lin. Le procédé mi- chaud est généralement utilisé pour ce type de fabrication. (Caubergs, 2006). Ils peuvent prendre la dénomination de gels nettoyants, de shampooings pour le corps, de base lavante...Ils ne contiennent généralement pas d'antiseptique. Leur formule est celle des shampooings doux et les tensioactifs utilisés sont choisis parmi les anioniques doux ou/et les amphotères. Ils sont classés dans la catégorie des produits cosmétiques ou produits d'hygiène.

Quelques rares formules de savons liquides chimiques sont effectivement à base de savon. Le savon, dans ce cas, est un savon de potassium additionné de divers adjuvants : épaississant, glycérol, et même parfois de détergents. (Martini, 2011)

2. Savon suivant la provenance géographique

- **Savon d'Alep** : Le plus ancien savon syrien est à base d'huile d'olive et d'huile des baies de laurier.

- **Savon de Marseille :** Préparé avec de l'huile d'olive et de la soude, contient l'équivalent de +/- 63% d'acide gras
- 3. **Savon suivant l'usage**
 - **Savon de toilette ou la savonnette :** Destiné à l'hygiène du corps.
 - **Savon de ménage :** Pour le nettoyage domestique.
 - **Savon médical :** Avec des apports désinfectants, antiseptiques ou autres.
 - **Le savon dentifrice :** Pour les soins de la bouche.

I.5 Mécanisme de fabrication du savon

Selon la température de conduite de la réaction de saponification nous distinguons 3 méthodes différentes de fabrication du savon: la saponification à froid, le procédé semi-chaud de saponification et le procédé à chaud.

I.5.1 Le procédé à froid

Est un procédé simple qui demande peu de temps et d'énergie .En outre le savon produit contient de la glycérine.

Celui-ci a un effet bénéfique sur la peau et peut contribuer à une bonne conservation de tels savons pendant le stockage (prévention de la déshydratation). Les savons produit à froid sont bien solubles et selon la nature du corps gras de départ, moussent abondamment.

Le mélange de corps gras est chauffé dans la chaudière jusqu'à une température d'environ 40 °C. Ensuite on ajoute la solution alcaline nécessaire (par petites portions au départ), tout en remuant bien dans une seule direction. On travaille avec des solutions alcalines ayant une teneur de 20 à 35 % de NaOH. La réaction produit suffisamment de chaleur pour assurer une saponification complète. Les produits complémentaires de finition (adjuvants, couleur, parfum) sont incorporés quand la réaction a franchement démarré (le mélange montre alors une consistance analogue à celle du miel). La masse encore chaude est alors coulée dans de grands moules où a lieu la réaction complète de saponification. (Kone, 2000)

I.5.2 Le procédé semi-chaud

La saponification est aussi simple à réaliser :

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

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

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

I.5.3 Le procédé à chaud

Se distingue du procédé à froid et du procédé semi-chaud par l'extraction de la glycérine durant l'étape de relargage après la saponification qui consiste à ajouté progressivement une solution de sel saturée, ensuite lavage et l'ajustage, et enfin moulage, estompage et cuisson. C'est ce procédé qui est adopté dans la fabrication industrielle des savons. (Caubergs, 2006)

I.6 Propriétés reposant sur l'activité superficielle des savons

Un savon est un mélange de carboxylate de sodium ou de potassium, de formule générale: $(R-COO^- + Na^+)$ ou $(R-COO^- + K^+)$.

Les propriétés détergentes des savons sont dues aux ions carboxylate $RCOO^-$. Les ions carboxylate $RCOO^-$ possèdent une tête hydrophile polaire ($-COO^-$) chargée négativement, qui s'entoure de molécules d'eau polaires. Et une extrémité lipophile (R) qui a beaucoup d'affinité pour les chaînes carbonées présentes dans les lipides et les graisses, mais hydrophobe : qui n'interagit pas avec les molécules d'eau, car elle n'est pas polaire. (Boulekras, 2010)

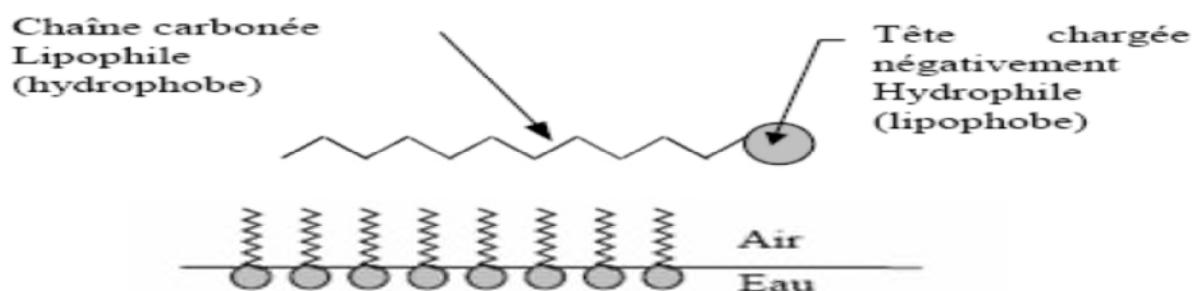
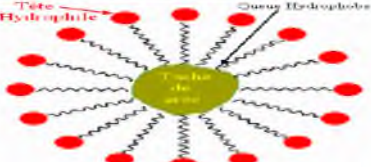
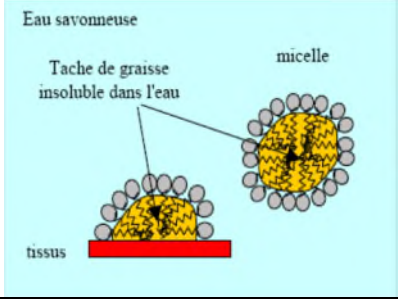
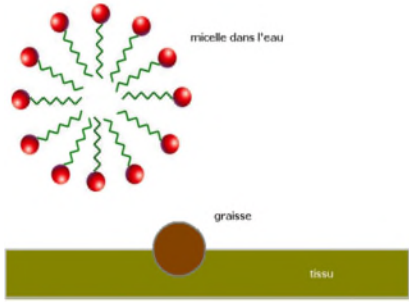
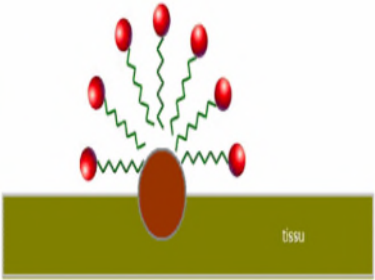



Figure N°02 : Disposition des ions $RCOO^-$ à la surface de l'eau

Tableau I : Propriétés reposant sur l'activité superficielle des savons

Explication du phénomène	Image représentant le phénomène
<p>Dans une eau savonneuse à faible concentration, les ions carboxylate s'organisent en petites sphères d'environ 100 nm de diamètre, appelées micelles.</p>	 <p style="text-align: center;">Figure N°03 : Micelle</p>
<p>La formation de micelles rend possible la dissolution dans l'eau, d'une tache d'huile présente sur un tissu. Cette tache se laisse entourer par la partie lipophile du savon alors que la partie hydrophile entraîne la tache vers l'eau.</p>	
<p>1ère étape : le savon a sa structure en micelle dans l'eau.</p>	
<p>2ème étape : la micelle entoure la graisse par ses parties lipophiles (hydrophobes).</p>	
<p>3ème étape : la graisse, contenue dans la partie lipophile du savon, est entraînée lors du rinçage.</p>	

II.1 Huile d'olive

II.1.1 Définition

L'huile d'olive est un véritable jus de fruit avec l'excellente qualité alimentaire, sensorielle et fonctionnelle ; c'est l'élément de base pour le régime méditerranéen. Elle est connue comme une huile végétale la plus ancienne qui peut être consommée sous forme brute sans tout autre traitement et obtenue par des procédures physiques faciles à employer. (Longobardi et al., 2012 ; Kesen et al., 2013)



Figure N°04 : Huile d'olive

Selon COI(2010), l'huile d'olive est classée en différentes catégories :

- Les huiles d'olives vierges : L'huile d'olive est le principal produit tiré du fruit de l'olivier, elle est obtenue uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques.
- Les huiles d'olives vierge lampantes
- Les huiles de grignons d'olive

II.1.2 Composition chimique

L'huile d'olive est constituée de deux fractions ; saponifiable et insaponifiable. La fraction saponifiable représente plus de 98% par rapport à l'autre fraction qui représente environ 2% du poids totale de l'huile.

a. La fraction saponifiable

Elle représente les composés majeurs de l'huile et elle est constituée fondamentalement d'acides gras et de glycérols (Benlemlih et Ghanam, 2012).

- **Acide gras**

Le tableau montre la teneur en acide gras de l'huile d'olive en(%)

Tableau II : Composition en acide gras de l'huile d'olive

Acide gras	Teneur(%)
Acide myristimique	≤0,05
Acide palmitique	7,5-20

Acide palmitoléique	0,3-3,5
Acide heptadecanoïque	$\leq 0,3$
Acide heptadécénoïque	$\leq 0,3$
Acide stéarique	0,5-5
Acideoléique	55-83
Acide linoléique	3,5-21
Acidelinoléique	≤ 1
Acide arachidonique	$\leq 0,6$
Acideeicosanoïque	$\leq 0,4$
Acide béhénique	$\leq 0,3$
Acide lignocérique	$\leq 0,2$

- **Glycérides**

Théoriquement, selon la composition en acide gras, plus de 70 triacylglycérols différents pourraient se trouver dans l'huile d'olive. Cependant, le nombre de triacylglycérols réellement rencontrés est beaucoup moins important, et certains triacylglycérols sont présents en quantités négligeables.

Pour le reste des triacylglycérols, ceux qui sont trouvés dans des proportions significatives dans l'huile d'olive sont: OOO (40-59 %), POO (12-20 %), OOL (12,5-20 %), POL (5,5-7 %) et SOO (3-7 %) (CCE, 1995).

- b. La fraction insaponifiable**

Elle représente les composés mineurs de l'huile d'olive, et elle est constituée de plus de 230 composés chimiques tels que :

- Les hydrocarbures
- Les stérols
- Les tocophérols
- Les composés phénoliques
- Les pigments (Benlemlih et Ghanam, 2012).

II.1.3 Aspect thérapeutique

L'huile d'olive est aussi importante que produit alimentaire qu'autant que produit pharmaceutique et de beauté.

Le savon à base d'huile d'olive est recommandé spécialement pour les gens ayant une peau très sensible et présentant des allergies vis-à-vis d'autres matières grasses tels que le coprah et le palmiste (Benlemlih et Ghanam, 2012).

II.2 Huile de nigelle *Nigella sativa* L

II.2.1 Définition

Du latin « nigellus » qui signifie noirâtre, la nigelle (*Nigella sativa* L.) qui appartient à la famille des renonculacées et au genre *Nigella*, nous offre ses petites graines aromatiques d'une couleur noire intense communément connues sous le nom de cumin noire, black seed en anglais, Habbat el baraka ou encore El habbahsauda dans les pays arabes, Sinoudj en Algérie.



Figure N°05: Huile de nigelle.

La nigelle a été longtemps utilisée, essentiellement dans la région méditerranéenne et au moyen orient pour assaisonner certains pains et galettes et comme remède naturel pour de nombreuses pathologies, notamment pour le traitement de l'asthme, de l'inflammation, de la toux, de l'eczéma et des états grippaux.

L'huile de nigelle extraite à partir des graines, obtenue par pression à froid, de couleur marron, et une très forte odeur. (Benazzouz, 2005)

II.2.2 Composition chimique

L'huile fixe de nigelle constitue 37% des graines, elle est riche en acides gras, particulièrement les acides gras essentiels et insaturés (acide linoléique et acide linoléique). Cette huile se vend en Algérie dans des flacons en verre chez les herboristes et dans les marchés, comme étant un remède à tous les maux, généralement importée de l'Arabie Saoudite et de la Turquie (Zahoor et al., 2004 ; Benazzouz, 2005).

Plusieurs travaux ont été effectués pour identifier les différents composants de l'huile fixe des graines de nigelle. Selon les travaux de Nickavar et al. (2003), huit acides gras ont été identifiés : quatre acides gras saturés (17%) et quatre acides gras insaturés (82,5%).

Chapitre II : Généralité sur les huiles

L'acide linoléique (55,6%), l'acide oléique (23,4%) et l'acide palmitique (12,5%) sont présent en quantités importantes (Tableau III).

Quatre triglycérides majoritaires sont identifiés à partir des graines de nigelles : Parmi ceux-ci le trilinoléate de glycéryl (LLL) (24,6%) ; puis l'oléate, dilinoléate de glycéryl (LLO) (19,6%) ; le palmitoate, dilinoléate de glycéryl (LLP) (17,5%) ; le palmitoate, oléate, linoléate de glycéryl (LOP)(12,9%).

Tableau III : Composition en acides gras de l'huile fixe de *Nigella sativa* L.

Acides gras	Quantité (%) (Nickavar et al ; 2003)	Quantité (%) (Zahoor et al ; 2004)
Acide Laurique	0,6	0,1
Acide Myristique	0,5	0,5
Acide Palmitique	12,5	13,7
Acide Stéarique	3,4	2,6
Acide Oléique	23,4	23,7
Acide Linoléique	55,6	57,9
Acide Linoléique	0,4	0,2
Acide Eicosadiénoïque	3,1	1,3
Acide gras totaux	99,5	100

II.2.3 Effets de l'huile de nigelle

L'huile de nigelle est particulièrement recommandée pour les peaux sèches et sensibles. Par ses propriétés calmantes, régénérâtes, vitalisâtes et anti-inflammatoires, elle va aider à améliorer les petits problèmes de peau comme l'acné, les dermatites, l'eczéma, le psoriasis, les brûlures, les gerçures, les champignons dermiques et les coups de soleil.

L'huile peut s'utiliser "brute", directement sur le visage, le corps ou même les cheveux car elle est peu grasse et pénètre bien dans les tissus. Cependant son odeur caractéristique de cumin est un peu forte, c'est pourquoi on la trouve souvent mélangée à une autre huile végétale plus neutre.

II.3 Huile de lentisque *Pistacia lentiscus*L

II.3.1 Définition

Le pistachier lentisque, appelé communément Lentisque, Dharwe en arabe et Tidekthe en kabyle. C'est un petit arbuste qui peut atteindre 2 à 3 mètres de haut, fortement ramifié à partir de la base, plante de la famille des anacardiées, à feuillage persistante. Elle donne des fruits, d'abord rouges, puis noirs. On le trouve à l'état naturel dans le nord Algérien.



Figure N°06 : Huile de lentisque

Le pistachier lentisque est connu pour ses vertus médicinales. Sa sève est une résine transparente utilisée pour la composition de laques, vernis, mastics et colles.

L'huile de lentisque est un mélange à consistance liquide ou semi-liquide à température ambiante, de substances majoritairement hydrophobes, solubles dans les solvants organiques apolaires ou peu polaires, non volatiles et de couleur vert foncé (FAO, 1993)

L'huile s'extrait naturellement par compression de la matière qui les contient (baies), préalablement concassée. La compression est exercée à froid ou à chaud.

II.3.2 Composition en acide gras de l'huile

Quelques travaux ont été faits dans différents pays pour déterminer la composition chimique en acides gras de l'huile de lentisque. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau IV (Djerrou, 2011).

Tableau IV : Composition en acides gras de l'huile de *Pistacia lentiscus* L

Acide gras	Quantité(%)
Palmitique	24,5
Palmitoléique	1,2
Stéarique	1,8
Oléique	54,8
Asclépique	0,8
Linoléique	13,9
Linoléinique	2,0

Arachidique	0,3
Gondoïque	0,7

II.3.3 Activité Pharmacologiques et effets thérapeutiques

Les espèces de Pistacia sont utilisées pour le traitement de l'eczéma, diarrhée, les infections de gorge, la jaunisse, l'asthme, les douleurs d'estomac et des calculs rénaux. Elles ont diverses activités biologiques, hypoglycémique, antioxydant, anti-inflammatoires et insecticides (Belfadel, 2009).

La partie aérienne est traditionnellement utilisée dans le traitement de l'hypertension artérielle grâce à ses propriétés diurétiques (Scherrer et al., 2005).

L'huile essentielle de lentisque est connue par ses propriétés antiseptiques et par ces vertus thérapeutiques en ce qui concerne les problèmes lymphatiques et circulatoires (Prichard, 2004).

II.4 Huile des baies de laurier

II.4.1 Définition

*Laurus nobilis*L, ou Laurier noble, ou simplement Laurier, en arabe El-ghar ou Rande et en kabyle Tharsalte est une espèce d'arbustes à feuillage persistant de la famille des Lauracées. Il est originaire du bassin méditerranéen. Il ne doit pas être confondu avec les « faux lauriers » le Laurier-cerise, le Laurier-rose qui sont toxiques.



Figure N°07: Huile de laurier

C'est un arbre dioïque de 2 à 10 mètres de haut. Ses feuilles alternes (10 cm x 3,5 cm) ont un limbe coriace, légèrement ondulé sur les bords et terminé en pointe. Les fleurs sont vert blanchâtres. Le fruit est une baie globuleuse noire à pulpe grasse (Gayda, 2013)

II.4.2 Composition chimique

La pulpe des baies contient une importante quantité de matière grasse, la plus grande partie étant contenue dans le péricarpe-mésocarpe. L'huile extraite de cette partie du fruit est foncée, liquide à température ambiante, tandis que les huiles extraites de l'endocarpe et du

fruit entier sont plus claires. Ces dernières sont aussi partiellement solides à température ambiante. L'huile totale est un fluide visqueux, vert foncé, à l'arôme fort et caractéristique, avec un contenu en chlorophylle supérieur à celui de l'huile extra vierge d'olive (Gayda, 2013)

- **Composition en acides gras**

L'acide laurique (ou acide dodécanoïque) est présent en quantité importante seulement dans l'huile extraite de l'endocarpe et du fruit entier, tandis qu'il est totalement absent dans l'huile du péricarpe-mésocarpe, où prédominent les acides oléique et linoléique.

Tableau V: Composition en acide gras de l'huile des baies de laurier.

Acide gras	Péricarpe-mésocarpe	Endocarpe
Acide laurique	Trace	58,1
Acide myristique	Trace	1,7
Acide palmitique	19,4	4,9
Acide palmitoleique	1,1	0,1
Acide stéarique	1,3	0,4
Acide oléique	55,7	16,9
Acide linoléique	18,1	16,3
Acide arachique	Trace	Trace
Acide linoléinique	1,4	1,5
Rapport acide gras	0,3	1,9

II.4.3 Effets thérapeutiques

On l'utilise en friction pour un usage local, on peut également mélanger cette huile à l'huile essentielle de basilic pour traiter la polyarthrite rhumatoïde. Le laurier a des propriétés stomachiques, il stimule l'appétit et il est également utilisé en usage interne contre les coliques et les ballonnements. Cette plante peut également apporter un soulagement en usage externe contre les pellicules, les rhumatismes et les entorses (Gayda, 2013)

II.5 Huile de la noix de coco

II.5.1 Définition

L'huile de coco est une huile végétale de couleur blanche, elle est extraite à partir de la chair de coco fraîche et mur. Elle est vierge, car elle n'a fait l'objet d'aucun traitement chimique ; elle est qualitativement intacte, car pressée à froid. Elle est séchée par dessiccation

de la chair (méthode sèche) ou par décantation du lait de coco issu de la chair (méthode humide) (Hordé, 2014)



Figure N°08 : Huile de coco

Le point de fusion de l'huile de coco est entre 20 et 60 °C, il est relativement élevé. Son indice de saponification est compris entre 248 et 265 mg de KOH/g d'huile. (FAO, 1990)

Cocos nucifera est la seule espèce du genre Cocos. Et fait partie de la famille des Arécacées.

II.5.2 Composition de l'huile de la noix de coco

La composition en acide gras majoritaire de l'huile de coco déterminé par chromatographie gazeuse en phase liquide (exprimé en pourcentage des acides gras totaux) (Brisson, 1982)

Tableau VI : Composition en acides gras de l'huile de la noix de coco

acide gras	Nombre de carbone	Quantité en pourcentage
Laurique	C12 :0	43,7
Myristique	C14 :0	16,4
Palmitique	C16 :0	8,2
Stéarique	C18 :0	3,0
Oléique	C18 :1	5,7

II.5.3 Les biens faits de l'huile de la noix de coco

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

MATERIEL

ET

METHODES

L'objectif de ce présent travail est de préparer des savons pâteux et liquides à base des huiles végétales produites localement essentiellement à base d'huile d'olive. En appliquant le procédé de fabrication à froid afin de conserver les différents principes actifs présents dans les huiles comme les vitamines, les antioxydants, les huiles essentielles ...et conserver les propriétés thérapeutiques des huiles.

A cet effet nous avons d'abord analysé les huiles utilisées : l'huile d'olive, l'huile de nigelle, l'huile de lentisque, l'huile de coco et l'huile des baies de laurier ensuite nous avons procédé à la préparation de 9 types de savon pâteux et liquide en appliquant le procédé à froid et enfin au contrôle des savons obtenus.

L'ensemble des expériences et des essais de préparation ont été réalisés au niveau du Laboratoire 3BS de l'université de Bejaia.

I. Choix des matières premières

I.1.Les corps gras

Les corps gras utilisés pour l'élaboration des savons artisanaux sont des huiles végétales : l'huile d'olive, l'huile de nigelle, l'huile de lentisque, l'huile de coco et l'huile des baies de laurier.

a. Huile d'olive

L'huile d'olive utilisée est d'origine de M'cissna, Daira de Seddouk wilaya de Bejaia, la cueillette des olives a été effectuée en 2014.L'huile d'olive a été choisie vue sa disponibilité localement et ses propriétés hydratantes, nourrissantes et émollientes pour la peau.

b. Huile de nigelle

L'Huile de nigelle est obtenue par pression à froid à l'aide d'une presse à vis sans fin représenté dans la figure N°09, à partir des graines de nigelle (*Nigella sativa* L) préalablement séchées dans une étuve à 40°C pendant 3 à 4 jours. Les graines de nigelle sont achetées chez un arboriste, elles sont importées de l'Inde, la récolte a été effectuée en 2014.



Figure N°09 : Appareil d'extraction de l'huile de nigelle.

c. Huile de lentisque :

Achetée chez un particulier de la région de Seddouk (wilaya de Bejaia), obtenue par pression à froid des baies de lentisque à l'aide d'une presse à l'huile. (Cueillette année 2014).

d. Huile de laurier et huile de coco

Achetées au niveau du commerce, l'huile de coco originaire du Pakistan, elle est utilisée afin d'améliorer le pouvoir moussant des savons.

L'huile des baies de laurier originaire de Laboratoire Zazia Cosmétiques LCZ, a Boulevard Kanouni Tayeb-Ain Beida 04200 Algérie. Utilisée afin d'améliorer les propriétés antiseptiques et moussantes des savons.

E. Huile essentielle de menthe

Acheté chez un arboriste, elle est utilisée afin de parfumer les savons et pour ses propriétés antibactériennes.

I.2 La lessive de potasse

L'hydroxyde de potassium (KOH) ou la potasse caustique est un alcali qui, en réaction avec des corps gras, donne du savon mou. Cette lessive est surtout utilisée dans la fabrication des savons liquides et des shampooings. Son pH est basique (en solution). La solution aqueuse de potasse est préparée par la dissolution de KOH dans l'eau distillée.

I.3 Eau

Le milieu réactionnel pour la saponification est une émulsion entre le corps gras et l'eau porteuse de l'alcali nécessaire. L'eau utilisée pour la fabrication des savons est l'eau distillée.

II. Analyses effectuées sur les huiles

II.1. Indice de saponification

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour saponifier **1 g** de matière grasse dans les conditions spécifiées dans la présente méthode.

- **Principe**

Le principe consiste à l'ébullition à reflux d'échantillon contenant l'huile avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium pendant une heure, puis titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium, par une solution titrée d'acide chlorhydrique. Un essai à blanc (sans matière grasse) est réalisé dans les mêmes conditions. (J.O.R.A.D.P, 2011)

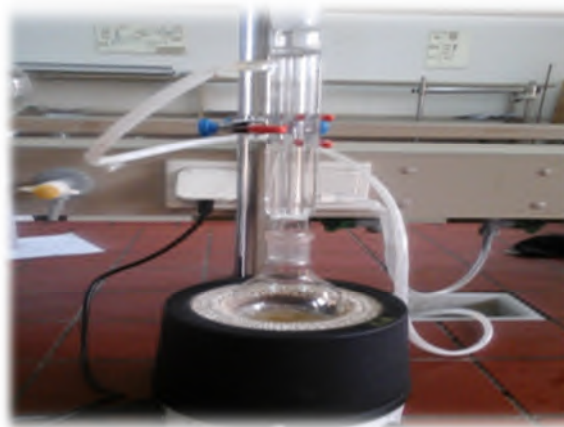


Figure N°10 : Chauffage à reflux pour la détermination de l'indice de saponification.

- **Mode opératoire**

- _ Peser 2g d'huile, ajouter 25ml de KOH alcoolique de 0,5N ;
- _ Chauffer le mélange pendant 1 heure ;
- _ Ajouter quelque goutte de phénolphaléine et titrer avec HCl (0,5N)
- _ Préparer le blanc dans les mêmes conditions.

- **Expression des résultats**

$$\text{Indice de saponification} = \frac{(V_0 - V_1) \times N_{\text{HCl}} \times E_q}{PE}$$

V_0 : Volume de HCl en ml utilisé pour l'essai à blanc

V_1 : Volume de HCl pour l'échantillon

P_E : Prise d'essai

N_{HCl} : Normalité d'HCl (**0,5N**)

E_q : Equivalent gramme de **KOH = 56,1g**.

II.2. Indice d'acide

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres (AGL) présents dans **1 g** de corps gras. (Journal officiel Algérien, 2011)

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

- **Principe**

Le principe de cette analyse consiste à mettre, en solution une quantité connue d'huile dans l'alcool puis à effectuer un titrage des acides gras libres, par une solution de NaOH (**0,25N**) à chaud en présence de phénophtaléine selon la réaction suivante :



AGL **Potasse** **Savon** **Eau**

- **Mode opératoire**

- _ Peser 10g de matière grasse, ajouter 75ml d'alcool neutralisé
- _ Chauffer légèrement jusqu'à homogénéisation.

- _ Titrer par la solution de NaOH à 0,25N avec agitation jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante quelques secondes.

- **Expression des résultats**

$$\text{Indice d'acide} = \frac{V \times N_{\text{NaOH}} \times M}{P_e \times 10}$$

V : Volume en ml de NaOH utilisé dans le titrage.

N : Normalité de NaOH (**0,25N**).

M : Masse molaire en g /mol de l'acide oléique (**282g/mol**).

P_E : Prise d'essai.

II.3. Indice de peroxyde

C'est la quantité de substances de l'échantillon, exprimée en termes d'oxygène actif, qui oxydent l'iodure de potassium dans les conditions spécifiées dans la présente méthode. (Journal officiel Algérien; 2011).

Note : L'indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents (mék) d'oxygène actif par kilogramme d'huile, mais il peut également être exprimé (en unités SI) en milli moles (mmol) d'oxygène actif par kilogramme d'huile. La valeur en mmol d'oxygène actif par kg représente la moitié de la valeur exprimée en méq d'oxygène actif par kilogramme. L'indice de peroxyde (mék d'oxygène actif par kilogramme) multiplié par la masse équivalente d'oxygène actif (égale à 8) est égal à la quantité d'oxygène en milligrammes par kilogramme d'huile.

- **Principe**

Dissoudre l'échantillon ou prise d'essai dans de l'iso-octane et de l'acide acétique glacial, puis ajouter l'iodure de potassium. Déterminer visuellement l'iode libéré par les peroxydes, à l'aide d'un indicateur à l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium.

- **Mode opératoire**

Peser 2g d'huile, ajouter 10ml de chloroforme, 15ml d'acide acétique glacial et 1ml d'une solution saturée d'iodure de potassium, agité pendant 1min. Après 15min d'incubation à l'obscurité, 75ml d'eau distillée sont ajoutés et l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré, jusqu'à la disparition de la couleur violette.

Un témoin (sans matière grasse) est réalisé dans les mêmes conditions.

L'indice de peroxyde (**IP**) est déterminé selon la formule suivante :

$$\text{Indice de peroxyde} = \frac{N (V_0 - V) \times 1000}{m}$$

N : Normalité de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (**0,01 N**) ;

V : Volume en ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ nécessaire pour le titrage de l'essai à blanc;

V₀ : Volume en ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ nécessaire pour le titrage de l'échantillon ;

m_{eq} : Masse en gramme de la prise d'essai.

II.4. Taux d'humidité :

C'est la teneur en eau contenue dans les corps gras.

- **Principe**

Le principe est basé sur le séchage de la matière étudiée à **103°C**. Nous appliquons l'opération du séchage sur une quantité déterminée de la matière. Ensuite nous procédons à des pesées successives de la matière première, jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

- **Mode opératoire**

Chauffer une prise d'essai environ 1g à l'étuve à 103°C pendant quatre heures (jusqu'à élimination complète de l'eau) puis déterminer la perte en masse.

- Expression des résultats

$$H(\%) = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

M_0 : Masse de la boîte pétrie vide contenant l'huile ;

M_1 : Masse de la prise d'essai avant le séchage ;

M_2 : Masse de la prise d'essai après le séchage.

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

9 types de savons (5% de sur-gras) ont été préparés par le procédé de saponification à froid, tel qu'illustré sur le tableau suivant :

Tableau VII: Composition des savons

Savon	Huile d'olive	Huile de coco	Huile de laurier	Huile de nigelle	Huile de lentisque	Huile essentielle de menthe
1	80%	15%	5%	0%	0%	0%
2					3%	0%
3					0%	3%
4	40%	15	5%	40%	0%	0%
5					3%	0%
6					0%	3%
7	50%	0%	0%	50%	0%	0%
8					3%	0%
9					0%	3%

Principe de fabrication des savons pâteux par le procédé à froid

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

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



Exemple de Recette à base d'un kilogramme de corps gras (CG)

Si l'on veut préparer un poids donné de savon, il faut savoir que la quantité de savon est théoriquement égale à la somme des poids des ingrédients le constituant. En fonction des huiles, plus ou moins saponifiables et donc nécessitant plus ou moins de soude, le poids de savon tourne donc autour de 154-157% du poids des huiles.

Calcul de la quantité de KOH nécessaire pour saponifier 1Kg d'huile

- **Pour préparer le savon N°3 :**

$$I_s = I_s \text{ de l'huile} \times \text{masse}$$

$$400\text{g d'huile d'olive (40\%)}: I_s = 183,727 \times 0,4 = 73,49$$

$$400\text{g d'huile de nigelle (40\%)} : I_s = 222,99 \times 0,4 = 89,196$$

$$150\text{g d'huile de coco (15\%)} : I_s = 283,305 \times 0,15 = 42,495$$

$$50\text{g d'huile de laurier (5\%)} : I_s = 224,4 \times 0,05 = 11,22$$

$$30\text{g d'huile de lentisque (3\%)}$$

$$\text{Indice de saponification total} = 73,49 + 89,196 + 42,495 + 11,22 = 216,401$$

$I_s \text{ total} \approx 216$ mg de KOH pour saponifier 1 g du mélange d'huile donc 216g KOH pour 1Kg de CG

Pour le savon sans sur gras : la réaction de saponification est complète à 100%

Donc la quantité de KOH est 216 g KOH pour 1Kg de CG.

Pour le savon sur gras : la réaction de saponification est incomplète

Un savon mou sur gras à 5% $\rightarrow 100\% - 5\% = 95\%$

$216 \times 0,95 = 205$ g de KOH nécessaire pour saponifier 1Kg de CG

Calcul de la quantité d'eau nécessaire

Le taux d'humidité du savon pâteux est de 15%, la quantité d'eau nécessaire sera :

$1000\text{g de CG} + 205\text{g de KOH} + X \text{ g d'eau distillé} = 1205\text{g} + X \text{ g d'eau.}$

Totale : $(1205\text{g} + X \text{ g d'eau}) \rightarrow 100\%$




X g d'eau distillé $\rightarrow 15\%$


$$X = \frac{15(1205+X)}{100} \approx 212\text{g d'eau}$$

$$X = \frac{15(1205+x)}{100} \approx 212$$

III.1 Etapes de préparation du savon pâteux

Tableau VIII : Etapes de la préparation des savons

Etapes de la préparation des matières premières		
1. Préparation de la solution de potasse	Peser séparément l'eau puis la potasse et verser la potasse dans l'eau (pas l'inverse). La température de la solution augmente, agiter doucement jusqu'à ce que toute la potasse soit dissoute. Laisser la température redescende entre 40°C et 45°C.	 <p>Figure N°11 : Solution de KOH</p>
2. Préparation du mélange d'huile	Dans une casserole en inox ou un récipient en verre, peser le mélange d'huiles et chauffer délicatement à feu doux jusqu'à température entre 40°C et 45°C.	 <p>Figure N°12: Préparation du mélange d'huiles</p>
4. Mélanger à l'aide d'un mixeur	Mélanger à l'aide d'un mixeur pendant 05 à 10 min jusqu'à l'obtention de « la trace »	 <p>Figure N°13 : Mixer le mélange</p>

<p>5. S'assurer de l'apparition de la trace</p>	<p>Le mélange prend alors la consistance d'une pâte mole. Pour observer la trace, plonger le mixeur dans la pâte puis le ressortir et maintenez-le au-dessus de la pâte.</p>	 <p>Figure N°14 : Aspect final de la pate de savon</p>
---	--	---

III.2 Préparation du savon liquide

Le savon liquide est préparé par dilution du savon pâteux.

- **Mode opératoire**

Prendre une quantité déterminée du savon pâteux, ajouter une quantité déterminée d'eau distillée, et délicatement pour ne pas former de mousse. Laisser reposer et mélanger délicatement chaque jours jusqu'à dissolution complète de la pâte à savon, pendant environ une semaine.

IV. Analyses effectués sur le produit fini

IV.1 La teneur en alcali libre

C'est le nombre de gramme d'alcali libre contenu dans 100g de savon, exprimé en pourcentage.

- **Principe**

La teneur en alcali libre des savons est déterminée suivant la norme **NF T60-308**. Elle se fait par la dissolution du savon dans une solution éthanoïque et neutralisation de l'alcali libre par une solution d'acide sulfurique dont l'excès connu est titrée en retour par une solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium.

- **Mode opératoire**

- _ Peser 5g du savon conditionné dans un bécher, ajouter 75ml l'éthanol neutralisé.
- _ Chauffer pour dissoudre le savon.

- _ Titrer le mélange avec l'acide sulfurique (0,1N) jusqu'à la disparition de la couleur rose.

- **Expression des résultats**

$$\text{Teneur en alcali (\%)} = \frac{V \times N \times EqNaOH}{10 \times P_e}$$

V : Volume de H₂SO₄.

N : Normalité de H₂SO₄.

E_q : Equivalent grammes NaOH = **40g**.

P_e : Prise d'essai = **5g**.

IV.2 Humidité

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

IV.3 Indice de peroxyde

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

IV.4 Le pH de savon

Le pH des savons a été mesuré à l'aide d'un multi-paramètre.

IV.5 Evaluation de l'activité antiseptique des savons préparés

Objectifs de ce test est de vérifier l'efficacité des savons obtenu de point de vue pouvoir antibactérien et d'étudier la rémanence du savon sur les mains d'un opérateur.

A cet effet les mains de l'opérateur (personne volontaire) ne devaient pas avoir été lavées avec un produit antiseptique ou désinfectant durant la semaine précédant les expérimentations.

Les mains de l'opérateur ne devaient pas comporter ni lésion, ni bijoux, ni vernis à ongles pendant l'étude.

❖ **Méthode**

Etape 1 : Prélèvements bactériologiques avant lavage avec l'écouvillonnage

- Un premier prélèvement bactériologique réalisé sur mains non lavées est effectué afin de connaître la flore cutanée de départ de l'opérateur.
- Ce prélèvement va servir comme valeur de base pour évaluer la capacité d'élimination des bactéries sur la peau par le savon.
- Le prélèvement s'effectue pour chaque main de l'opérateur à l'aide d'un écouvillon stérile.
- Ensemencement en surface sur la boîte de pétrie (une boîte pour la main gauche et une autre pour la main droite pour chaque opérateur).

Etape 2 : Lavage des mains

- La désinfection des mains est la même que pour une désinfection chirurgicale préopératoire :
 - 1- Les mains sont lavées soigneusement une première fois, pendant une minute,
 - 2- L'opérateur frotte vigoureusement chaque zone des 2 mains.
 - 3- Les mains sont rincées à l'eau courante
 - 4- Relavées une deuxième fois de la même manière, pendant une minute.
 - 5- L'opérateur se sèche les mains et les avant-bras avec des serviettes stériles.

Etape 3 : Prélèvement bactériologique après lavage avec l'écouvillonnage

- Un prélèvement est réalisé une minute après le rinçage des mains, comme lors de l'étape 1, pour chaque main.
- Du moment que nous voulons évaluer l'activité antiseptique de 6 types de savons préparés et d'un savon qui sert comme témoin donc nous avons besoin de 7 opérateurs (un volontaire pour chaque savon).

Témoin : Désinfection chirurgicale des mains d'un opérateur à l'aide d'un savon antiseptique qui se vend dans le commerce, savon liquide « Dettol » (les étapes 1 et 2 sont suivies de la même manière que précédemment).

IV.6 Analyse hédonique

Dans le but de réaliser une évaluation sensorielle des savons finis, nous avons opté uniquement à une analyse hédonique vue que pour réaliser une analyse qualitative et quantitative (analyse sensorielle) il est nécessaire de l'effectuer auprès d'un jury expert des savons, ce qui n'est pas disponible.

L'analyse hédonique consiste à appréhender l'appréciation d'un produit, son acceptabilité, auprès d'un échantillon de consommateurs naïfs. Ceux-ci donnent une évaluation de produits testés en se basant uniquement sur les caractéristiques sensorielles (tactiles, olfactives, gustatives, visuelles et auditives) des produits (**Kergoat, 2010**).

L'objectif de la réalisation de cette analyse est de déterminer lequel des six échantillons de savon préparés, est le mieux apprécié par la population consommatrice et quelle est la caractéristique la mieux appréciée de ces savons.

❖ Les sujets

L'analyse hédonique a été effectuée sur 120 sujets naïfs qui sont des élèves de lycée, des étudiants, enseignants et travailleurs de l'université A/MIRA de Bejaia et autres personnes en dehors de l'université.

• Mise en place du questionnaire

Un questionnaire portant un ensemble de termes descriptifs est élaboré pour évaluer les propriétés sensorielles des savons et déterminer l'intensité de chaque propriété afin d'établir le profil des échantillons présentés (voir annexe II).

❖ Déroulement de l'épreuve

Les sujets sont invités à analyser les six échantillons de savon liquide et attribuer une note globale en précisant les caractéristiques qui ont motivé leurs préférences.

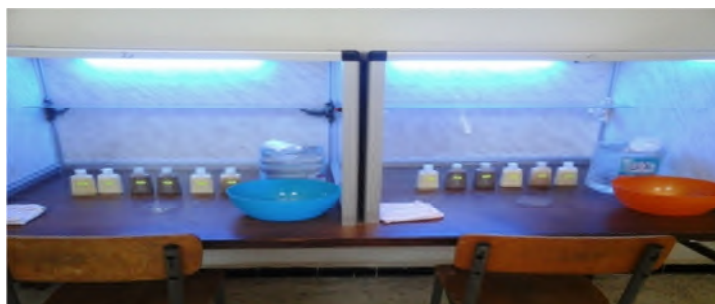


Figure N°15 : Photographie des salles d'évaluation sensorielle

RESULTATS

ET

DISCUSSION

I. Résultats des analyses effectuées sur les huiles

L'ensemble des résultats des analyses des huiles sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau IX : Tableau récapitulatif des analyses effectuées sur les huiles

Huiles	Humidité (%)	Indice d'acide (mg/g)	Indice de saponification (mg/g)	Indice de peroxyde (m _{eq} /Kg)
Huile d'olive	0,134±0,034	5,922±0,373	190,038 ±8,925	10 ,5± 0
Huile de lentisque	1,287±0,906	10,316±0,881	195,647±2,973	16± 0
Huile de coco	0,16±0	0,540±0,040	292,417±12,887	3,5± 0
Huile de laurier	16,234±14,102	0,164±0,040	234,918±14,875	5± 0
Huile de nigelle	1,694±0,330	4,958±0,247	220,890±2,969	13,5± 0

Les valeurs indiquées sont des moyennes de 3 répétitions.

1. Humidité

Les résultats obtenus IX nous indique que l'humidité de l'huile d'olive, l'huile de coco sont conformes à la norme de l'unité COGB LaBelle qui doit être inférieure à 1%. Pour l'huile de nigelle et l'huile de lentisque les résultats dépasse légèrement cette norme cela est peut-être dû à la maturité des bais de lentisque et au séchage des graines de nigelle

2. Acidité

L'analyse des résultats du tableau IX nous indique que l'acidité de l'huile d'olive, l'huile de lentisque et l'huile de nigelle dépassent le seuil autorisé par les normes **CODEX STAN 210-1999** qui est de 0,6 et 4,0 mg KOH/g d'huile respectivement pour les huiles raffinées et les huiles obtenues par pression à froid et les huiles vierges. Ce qui les rendent impropres à la consommation, lui donnant ainsi un autre intérêt qui est leur désignation à la fabrication du savon du moment où elles sont conforme à la norme interne de l'unité COGB LaBelle pour les huiles destinées à la fabrication des savons, l'acidité doit être 5 à 10%. L'huile de coco et

l'huile de laurier sont conformes aux normes CODEX STAN 210-1999 donc ces huiles peuvent être utilisées pour la consommation, cependant leur acidité est inférieure aux normes préconisées pour la fabrication des savons. Ça n'a pas d'inconvénient pour nos savons car ces huiles ne sont pas utilisées seules.

L'acidité d'une huile étant un indice de son degré d'altération et renseigne sur son taux d'acide gras libres. Elle évolue selon la durée et le mode de conservation de l'huile ce qui explique l'acidité faible de l'huile de coco et l'huile de laurier conservés dans des flacons opaques bien scellés. Par contre les autres huiles ont été conservées dans des flacons transparents favorisant de ce fait l'hydrolyse spontanée qui s'effectue par l'action de l'air, de la lumière et d'agents initiateurs d'oxydation.

3. Indice de saponification

La détermination de l'indice de saponification est importante car il permet de caractériser le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes grasses auxquelles il est inversement proportionnel. La valeur de I_s obtenue pour l'huile d'olive est située dans l'intervalle de la norme CODEX STAN 33-1981 qui les a fixés entre 184 et 196 pour H.O.V ce qui explique la richesse en courtes chaînes d'acides gras de notre huile.

La valeur de l'indice de saponification d'huile d'olive de notre étude est de $190,038 \pm 8,925$ proche de la valeur obtenue par Karleskind (1992), qui est comprise entre 184 à 196 mg/g.

D'après le tableau IX, l'indice de saponification de l'huile de nigelle est de $220,89 \pm 29,276$ mg/g, supérieur à la valeur trouvée par Azag et Makhoulf (2014) qui est de $207,33 \pm 3,51$ mg/g. Plusieurs causes peuvent être à l'origine de ces divergences, comme la provenance des graines, leurs durées de stockage, ainsi que la méthode utilisée pour l'extraction de l'huile.

Pour l'huile de lentisque son indice de saponification est de $195,647 \pm 2,973$ mg/g qui est relativement élevée de celui obtenue par Charef (2008) qui est de l'ordre de $147,8 \pm 0,2$ mg/g pour l'huile extraite à partir des fruits noirs, tandis que pour les fruits rouges, cet indice est de $154,6 \pm 0,1$ mg/g.

L'indice de saponification de l'huile de coco est $292,417 \pm 12,887$ mg/g, c'est la valeur la plus élevée des indices de saponification calculés. Cette valeur obtenue est logique étant donné la haute teneur en acides laurique et myristique de cette huile et elle donne de ce fait des savons à fort pouvoir moussant et qui moussent aisément dans une eau calcaire et salée.

4. Indice de peroxyde

Le tableau IX indique de façon générale que l'indice de peroxyde augmente pour toutes ces huiles en cours de la conservation mais cette évolution se fait plus rapidement avec les huiles colorées (huile de nigelle, l'huile de lentisque et l'huile d'olive) que les huiles incolores (huile de coco) qui représente la plus faible valeur. La période d'initiation de l'oxydation est donc en fonction de la présence de pigments et des méthodes de conservation.

De ces résultats, il ressort que les méthodes de conservation et la présence de pigments (chlorophylle et autres) influe significativement sur l'indice de peroxyde. Les huiles à couleur foncé (huile de nigelle et l'huile de lentisque) sont plus affectées que l'huile d'olive (à couleur jaune). Les huiles à l'obscurité (huile de coco) est plus stable que les huiles exposées à la lumière (huile d'olive, de nigelle et celle de lentisque). Aussi la faible teneur en acides non saturés rend l'huile de coco résistante à la rancidité oxydative, renforçant ainsi sa qualité de stockage.

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

II. Types de savons pâteux et liquides préparés

Au cours de ce travail, neuf types de savon ont été préparés essentiellement à base de l'huile d'olive, le fait de rajouter des huiles telles que l'huile de nigelle, l'huile de lentisque, l'huile de laurier, l'huile de coco et l'huile essentielle de menthe a fait ressortir trois classes de savons (voir la figure) :

- 1ere classe : Savons à 80% huile d'olive auquel est ajouté 15% huile de coco et 5% huile de laurier juste pour améliorer les propriétés moussantes. La couleur de ces savons est jaune suite à la couleur de l'huile majoritaire qui est l'huile d'olive.
- 2eme classe : Savons à 40% huile d'olive et 40% huile de nigelle pour ses propriétés adoucissantes et antioxydantes auxquels est rajouté 15% huile de coco et 5% huile de laurier. La couleur de ces savons est marron, car la couleur de l'huile de nigelle est dominante par apport à la couleur de l'huile d'olive.

- 3eme classe : Savons à 50% huile d'olive et 50% huile de nigelle sans ajouter l'huile de coco ni l'huile de laurier. La couleur de ces savons est marron clair suite au mélange huile d'olive- huile de nigelle.

Pour chaque classe trois types de savons ont été préparés en ajoutant 3% d'huile de lentisque pour le premier, 3% d'huile essentielle de menthe pour le deuxième et rien ajouté pour le troisième, ce qui fait au total neuf savons différents.

Les savons liquides sont obtenus après dilution des savons pâteux en ajoutant de l'eau distillée jusqu'à 80%.

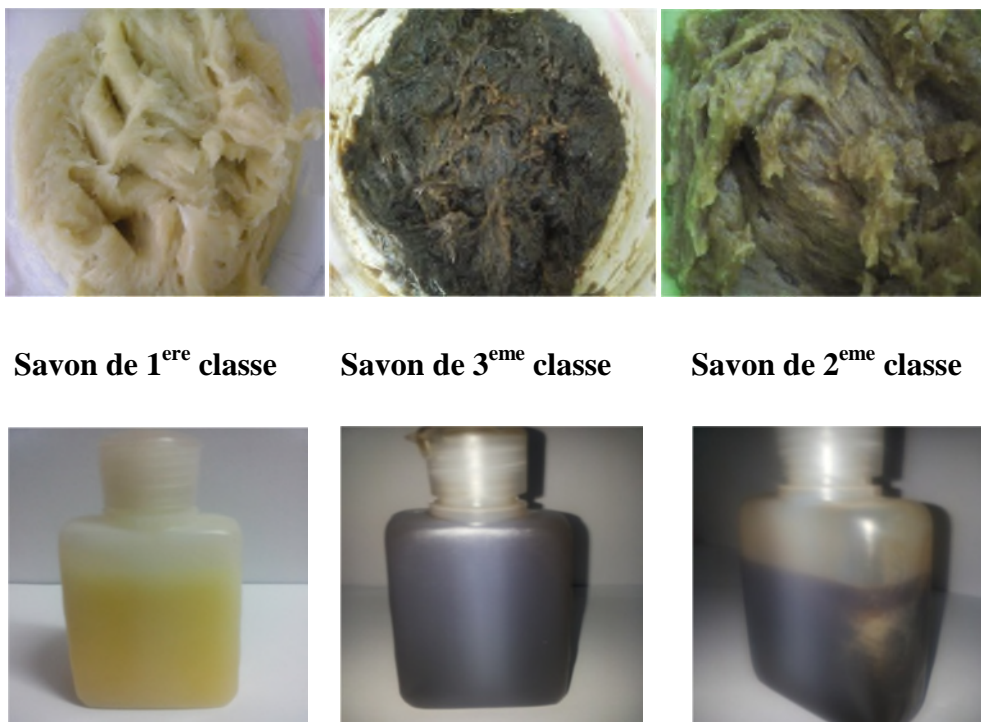


Figure N°16: Photographie montrant les couleurs des trois classes de savon pâteux et liquides

III. Résultats des analyses effectuées sur les savons

Tableau X : Tableau récapitulatifs des analyses effectuées sur les savons pâteux

Savon	Humidité (%)	Indice de peroxyde (m _{eq} /Kg)	PH
Savon 1	13,168 ± 0,861	4 ± 0	9,355± 0,205
Savon 2	16,476 ± 0,873	7,5 ± 0,707	9,43 ± 0,381
Savon 3	16,690 ± 1,060	7,5 ± 0,707	9,515± 0,304
Savon 4	14,483 ± 0,856	3 ± 0	9,485± 0,190
Savon 5	15,963 ± 1,059	4,5 ± 0,707	9,65± 0,282
Savon 6	13,866 ± 0,792	7 ± 0	9,51± 0,155
Savon 7	16,130 ± 1,13	5,5 ± 0,707	9,65 ± 0,070
Savon 8	16,900 ± 1,348	4,5 ± 0,707	9,78± 0,084
Savon 9	14,003 ± 0,817	8 ± 0	9,915 ± 0,049

Les valeurs indiquées sont des moyennes de 3 répétitions.

1. Humidité

Les résultats obtenus montrent des valeurs des taux d'humidité des savons pâteux conformes à la norme ISO 672-1978 qui fixe un seuil de tolérance entre 13 et 16%. Ces valeurs sont légèrement plus élevées comparant au taux d'humidité des savons solides qui doit varier entre 11 et 13%

2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde du savon représente l'altération physique ou chimique (oxydation) :

Les résultats obtenus pour nos savons sont plus au moins faibles comprises entre 3 à 8 meq/Kg donc l'altération oxydative des savons est très faible.

3. Teneur en alcali libre

Le test de l'alcali effectué sur les savons pâteux et liquides donne des résultats négatifs car nous n'avons pas constaté l'apparition de la couleur rose de l'indicateur coloré utilisé (phénolphthaléine), donc nous n'avons pas pu effectuer le titrage avec l'acide jusqu'à disparition de la couleur rose. Probablement ce test n'est pas adéquat pour ce type de savons. La norme ISO 456(1973) indique l'utilisation du chlorure de baryum pour la détermination de la teneur en alcali libre caustique pour les savons potassiques au lieu de l'éthanol neutralisé en raison de la solubilité du carbonate de potassium dans ce dernier.

4. Le pH du savon

Le pH des savons préparés varie entre 9,35 et 9,91 donc ils sont basiques, comme nous les avons préparés à 5% de surgras, ce qui va permettre la récupération du film protecteur de la peau et va la protéger d'avantage des irritations.

5. Résultats de l'évaluation du pouvoir antiseptique des savons

Ce test est réalisé afin d'évaluer l'activité antibactérienne des savons, sachant que nous n'avons pas ajouté de composés antiseptiques, donc cette activité est liée à celle des huiles utilisées pour la préparation des savons.

Les taux de réduction bactérienne (TR) sont calculés comme suit :

$$TR = \frac{\text{Nombre des colonies obtenus après lavage}}{\text{Nombre des colonies obtenus avant lavage}} \times 100$$

Les valeurs obtenues sont récapitulées dans le tableau XIII et montrent clairement que les savons ont des capacités de réduction bactérienne élevées, les savons 3,4 et 6 présentent des taux de réduction supérieurs à 90%.

La valeur la plus élevée est de 98% constatée pour le savon 3 préparé à base de 40% d'huile d'olive, 40% d'huile de nigelle, 15% d'huile de coco, 5% d'huile de baies de laurier et 3%

d'huile de lentisque. Cette valeur est légèrement supérieure à celle trouvée pour le savon liquide Dettol (97%). Les savons auxquels nous avons ajouté l'huile de lentisque et l'huile essentielle de menthe présentent un meilleur pouvoir antiseptique.

Les résultats des manipulations réalisées sont très encourageants : après un lavage chirurgical soigneux des mains durant 2 minutes avec 06 savons différents dans leur composition en huiles végétales, le taux de réduction bactérienne sur la peau a été différent d'un savon à un autre. Les savons 3,4 et 6 ont une capacité de réduction plus élevée par rapport aux savons 1 et 5, proche de savon Dettol et un taux de réduction moins faible dans le savon 2. Tout cela revient à la composition du savon, notamment leur composition en huile de lentisque et de menthe qui porte la propriété antiseptique et c'est de même pour l'huile de laurier.

L'efficacité et la rémanence de ce savon paraissent être excellentes. Ces résultats permettent également de conclure que les agents surgraissants présents dans le savon ne semblent pas perturber l'action antiseptique.

Tableau XI : Taux de réduction bactérienne exprimé en pourcentage

Savon	Taux de réduction (%)
Savon 1	87
Savon 2	33
Savon 3	98
Savon 4	95
Savon 5	78
Savon 6	91
Savon liquide Dettol	97

6. Analyse hédonique sur le savon

6.1 Test du plan d'expérience

La planification expérimentale est une étape fondamentale pour quiconque veut s'assurer que les données collectées seront exploitables dans les meilleures conditions statistiques possibles. **Le test du plan d'expérience** a pour but de permettre aux spécialistes de l'analyse sensorielle de disposer d'un outil simple et puissant pour mettre en place une étude sensorielle menée auprès de juges (experts et/ou consommateurs) évaluant un ensemble de produits (Perinel et Pagés, 2004).

- **Résultats et discussion**

Après avoir introduit les données brutes de l'analyse hédonique dans le logiciel XLSTAT-MX à savoir : nombre d'échantillons analysés ou produits (06), nombre de consommateurs naïfs ou juges (n=120), nombre de produits analysés par juge (06). La procédure de génération d'un plan d'expérience est lancée.

Tableau XII: Evaluation du plan d'expérience

A-Efficacité	1,000
D-Efficacité	1,000

Après la génération du plan d'expérience, les résultats obtenus indiquent que plan est validé ce qui permet l'accès aux autres tests d'XLSTAT-MX et mettre en place une étude sensorielle menée auprès de cents vingt sujets naïf évaluant six produits.

6.2 Caractérisation des produits

La caractérisation de produit permet d'identifier quels sont les descripteurs qui discriminent le mieux les produits et quelles sont les caractéristiques importantes de ces mêmes produits dans le cadre de l'analyse sensorielle (Husson et Pagés, 2009).

Cette analyse permet de caractériser rapidement des produits en fonction des préférences des juges, donc il s'agit d'identifier les descripteurs (couleur, parfum...) qui discriminent le mieux les produits et de déterminer les caractéristiques importantes de ces derniers (Husson *et al.*, 2009).

a. Pouvoir discriminant par descripteur

Ce test permet d'afficher les descripteurs ordonnés de celui qui a le plus fort pouvoir discriminant sur les produits à celui qui a le plus faible. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure ci-dessous :

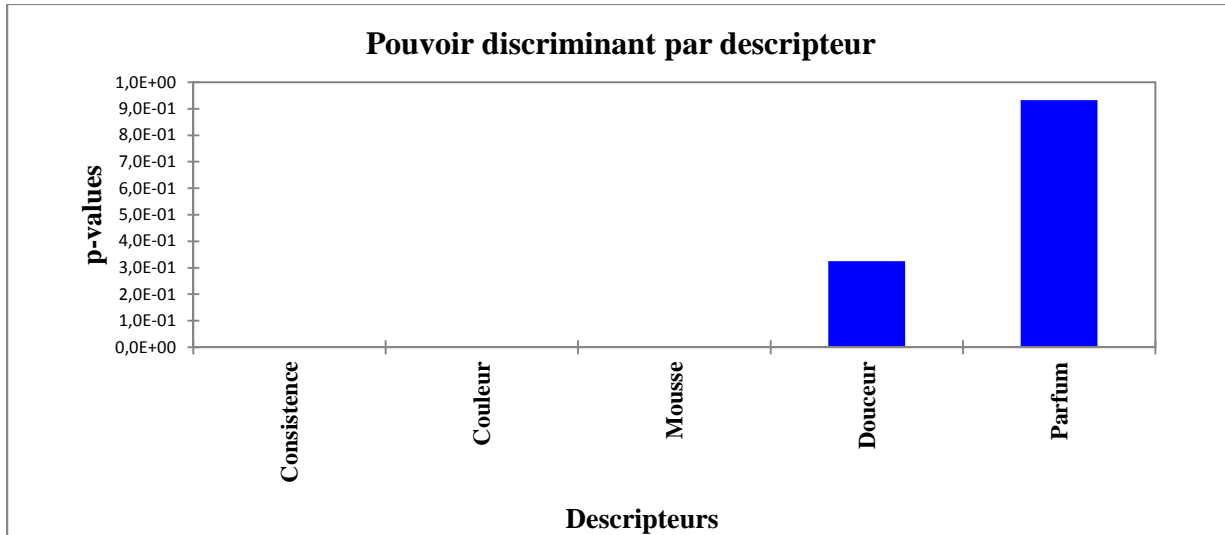


Figure N°17 : Pouvoir discriminant par descripteur.

Le graphe précédant rassemble les descripteurs ordonnés du plus discriminant au moins discriminant sur les six échantillons de savon. Il permet de visualiser que la consistance est le descripteur le plus discriminant. Par contre le descripteur le moins discriminé est le parfum

- Les descripteurs, consistance, couleur et pouvoir moussant ont été discriminés. Ce la prouve que les juges ont constaté des divergences entre ces descripteurs pour les 6 échantillons.
- La douceur et parfum des savons, n'ont pas été discriminés, ce qui traduit que les juges n'ont pas constaté des divergences entre ces descripteurs pour les 6 échantillons présentés.

b. Les coefficients des modèles

Ce test a pour but de traiter pour chaque combinaison descripteur-produit, le coefficient, la moyenne estimée, la p-value ainsi qu'un intervalle de confiance sur le coefficient (Naes et Risvik, 1996).

- **Résultats et discussion**

Les résultats des coefficients des modèles sont présentés dans les figures ci-dessous

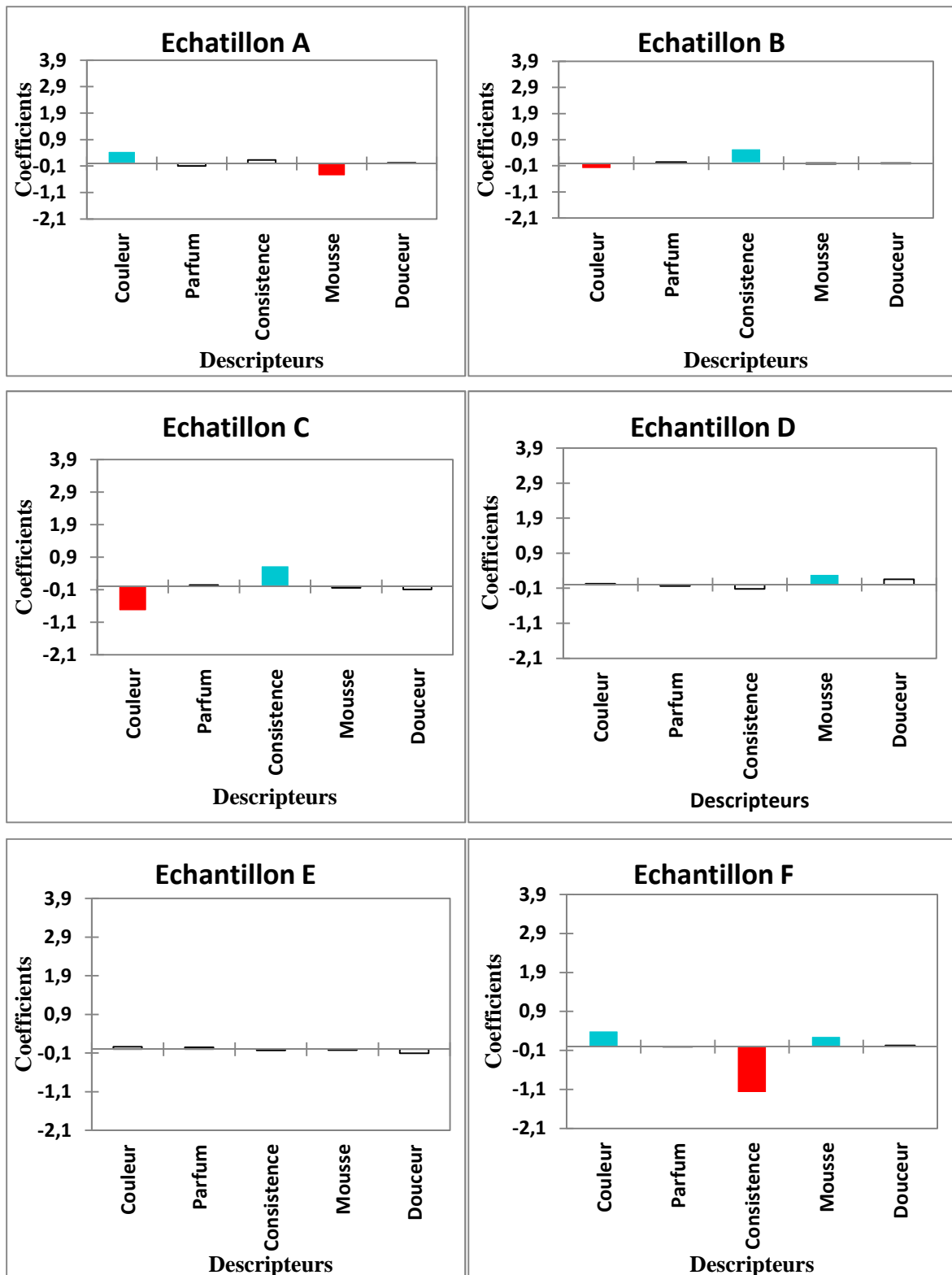


Figure N°18 : Coefficient des modèles des 6 échantillons de savon

Les graphiques de la figure précédente permettent de définir l’appréciation ou le non appréciation des descripteurs des six échantillons de savons A, B, C, D, E et F par les sujets naïfs. L’analyse de chaque graphique permet de définir chaque produit :

En bleu, les caractéristiques dont le coefficient est significativement positif, en rouge, on voit la caractéristique dont le coefficient est significativement négatif et en blanc celles dont le coefficient n'est pas significatif.

- ✚ **Savon A** : Le savon A possède donc une belle couleur par contre il n'a pas un bon pouvoir moussant. Le parfum, consistance et la douceur ne sont pas caractérisés par les jurys naïfs.
- ✚ **Savon B** : Le savon B possède une bonne consistance mais n'a pas une belle couleur. Le parfum, le pouvoir moussant et la douceur ne sont pas caractérisés par les jurys naïfs.
- ✚ **Savon C** : Le savon C possède une bonne consistance mais n'a pas une belle couleur. Le parfum, le pouvoir moussant et la douceur ne sont pas caractérisés par les jurys naïfs.
- ✚ **Savon D** : Le mélange D a donc un bon pouvoir moussant et les autres caractères ne sont pas caractérisés par les jurys naïfs.
- ✚ **Savon E** : Le savon E n'a aucun significatifs par les jurys naïfs.
- ✚ **Savon F** : Le savon F possède une belle couleur et un bon pouvoir moussant, par contre il n'a pas une bonne consistance. Et les autres (parfum et douceur) ne sont pas signifiés par les jurys naïfs.

c. Moyennes ajustées par produit

L'objectif de ce test est de définir les moyennes ajustées calculées à partir du modèle pour chaque combinaison descripteur-produit.

- **Résultats et discussion**

Tableau XIII: Moyennes ajustées par produit

Savon	Couleur	Douceur	Mousse	Consistance	Parfum
F	3,703	3,054	3,829	1,946	3,000
D	3,324	3,180	3,865	3,009	2,964
A	3,757	3,045	3,081	3,261	2,910
E	3,360	2,919	3,541	3,099	3,054
B	3,081	3,009	3,541	3,694	3,045
C	2,541	2,928	3,523	3,775	3,045

- La couleur a un effet significativement positif sur le savon F et A par contre elle à un effet significativement négatif sur le savon B et C. Aucun significatif pour D et E.

- Le pouvoir moussant a un effet significativement positif sur le savon F et D par contre il a un effet négatif sur le savon A et aucune signification pour les savons E, B et C.
- La consistance a un effet significativement positif sur le savon B et C par contre elle a un effet négatif sur le savon F. Aucun significatif pour D, A et E.
- Le parfum et la douceur n'ont aucune signification sur les 6 savons.

A la fin on conclure que le savon F est plus préféré sur les autres savons.

6.3 Cartographie des préférences (préférence Mapping)

La préférence MAPPING permet de visualiser sur une même représentation graphique (en deux ou trois dimensions) d'une part des objets, et d'autre part des indications montrant le niveau de préférence des juges (en général des consommateurs) en certains points de l'espace de représentation. Les données utilisées sont celle des consommateurs naïfs pour la CAH.

6.4 Analyse en composantes principales (ACP)

- **Résultats et discussion**

La carte suivante permet de représenter les corrélations entre les variables et les facteurs par l'ACP :

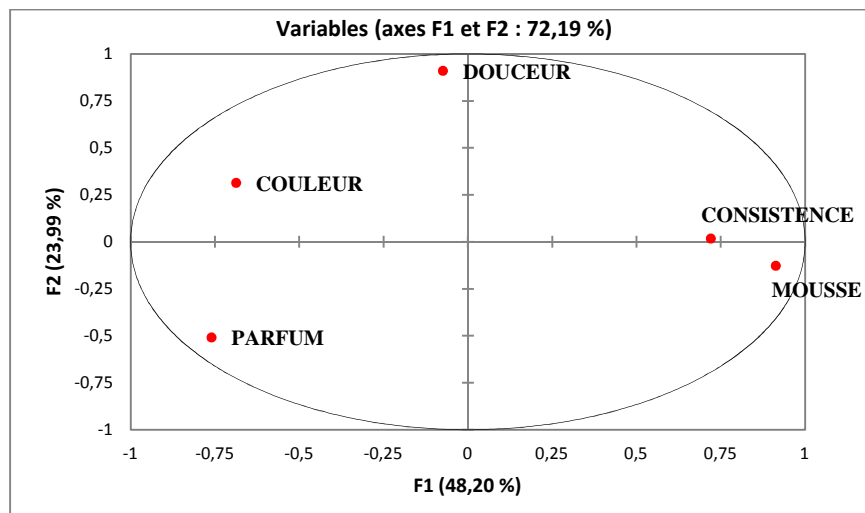


Figure N° 19 : Corrélations entre les variables et les facteurs.

La carte obtenue, dont la qualité est bonne puisqu'elle permet de représenter 72,19 % de la variabilité, permet de constater que les produits n'ont pas une grande différence selon les experts, elle permet aussi de montrer les différentes corrélations entre les descripteurs. Etant donné que la figure montre que tous les descripteurs sont présentés dans le cercle.

6.5 Classification ascendante hiérarchique (CAH)

La classification ascendante hiérarchique utilisée pour constituer des groupes homogènes d'objets (classes) sur la base de leur description par un ensemble de variables, ou à partir d'une matrice décrivant la similarité ou la dis-similarité entre les objets (EVERITT *et al.*, 2001).

- **Résultats et discussion**

Ce graphique permet de comparer visuellement les moyennes des différentes classes créées.

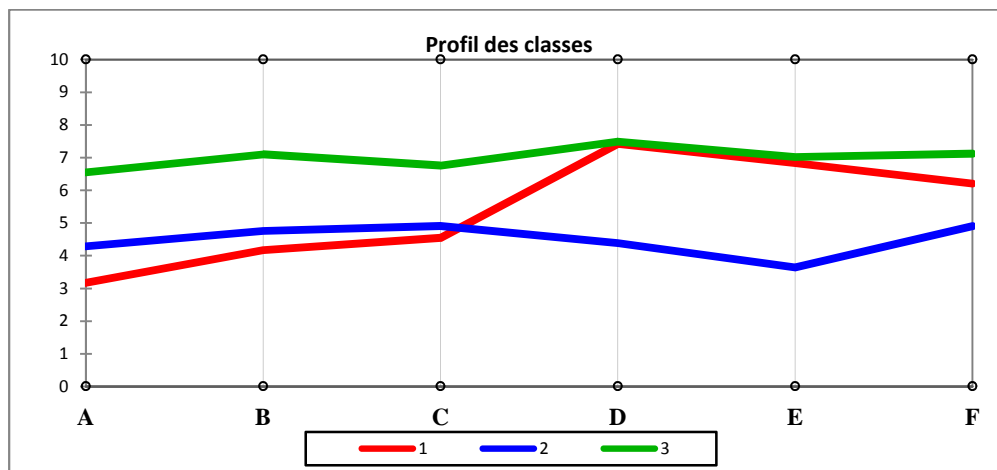


Figure N° 20 : Profil des classes

L'application de l'analyse des données CAH génère plusieurs tableaux et graphes.

- Le savon D et E sont évalués de la même manière par les classes 1 et 3.
- Le savon C est évalué de la même manière par les classes 1 et 2.
- Le savon A, B et F sont différemment évalués par les trois classes.

6.6 Synthèse de Mapping des préférences

- **Résultats et discussion**

La figure suivante définit la courbe des niveaux et la carte des préférences.

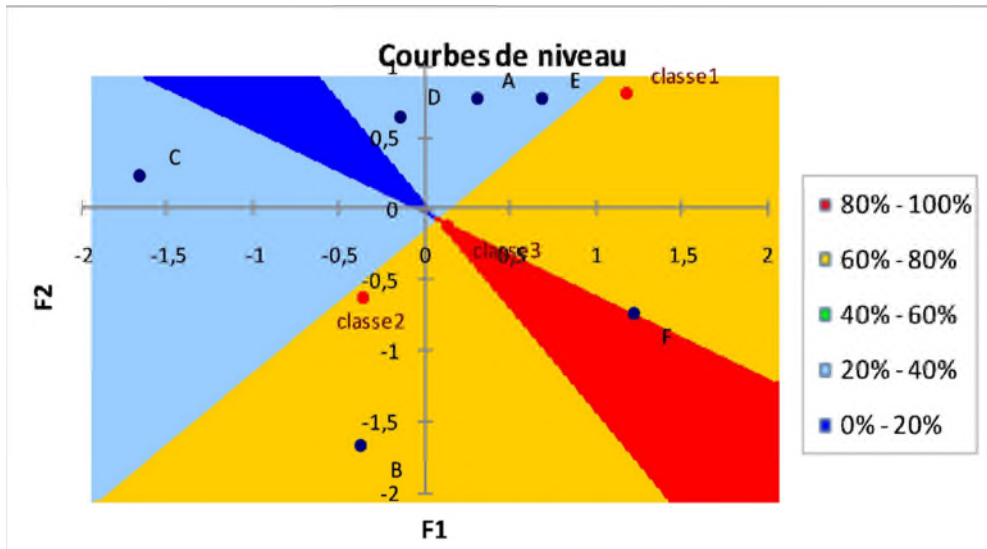


Figure N° 21 : Courbe de niveau et carte des préférences

D'après les résultats obtenus, le groupe de la classe 3 ont préférés le savon F qui est caractérisé par sa couleur et pouvoir moussant. Le groupe de la classe 1 et la classe 2 ont préférés le savon B qui est caractérisé par sa consistance.

CONCLUSION
ET
PERSPECTIVES

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

De l'étude des caractéristiques thérapeutiques des huiles, il ressort que ces dernières possèdent différentes propriétés. Ce qui nous a poussé à l'adoption de la saponification à froid pour garder les propriétés thérapeutiques de ces huiles qui vont être transférer aux savons.

Dans ce travail, nous avons entrepris de déterminer, d'une part, les caractéristiques physico-chimiques des différents huiles utilisés, et d'autre part, les voies possibles de transformation et d'utilisation de ces huiles avec des essais dans le domaine de la savonnerie. En réalisant neuf types de savons pâteux et liquides préparés essentiellement à base de l'huile d'olive, le fait de rajouter des huiles telles que l'huile de nigelle, l'huile de lentisque, l'huile de laurier, l'huile de coco et l'huile essentielle de menthe a fait ressortir trois classes de savons :

- Savons à 80% huile d'olive auquel on a rajouté 15% huile coco et 5% huile de laurier juste pour améliorer les propriétés moussantes.
- Savons à 40% huile d'olive et 40% huile de nigelle pour propriétés adoucissantes et anti oxydantes auxquels on a rajouté 15% huile coco et 5% huile de laurier
- Savons à 50% huile d'olive et 50% huile de nigelle sans ajouter l'huile coco l'huile de laurier

Pour chaque classe 3 types de savons ont été préparés en ajoutant 3% d'huile de lentisque pour le premier, 3% d'huile essentielle de menthe pour le deuxième et rien ajouter pour le troisième, ce qui fait au total neuf savons différents.

Pour cela, nous avons d'abord extrait l'huile de nigelle à partir des graines de *Nigella arvensis* L. pour garantir sa pureté, effectué des analyses physico-chimiques des huiles, taux d'humidité, acidité, indice d'acide, indice de peroxyde qui ont révélé leur conformité aux normes. La mesure des indices de saponification pour deux raisons, la première est de s'assurer que les Is des huiles sont assez élevés, pour notre cas ils varient entre 190 et 295 ce

qui est satisfaisant, la seconde est de nous permettre de déterminer la quantité exacte de soude nécessaire pour la saponification. A travers la détermination de l'indice de saponification, il semble que les huiles possèdent des valeurs élevées et variées ce qui nous a permis de réaliser le meilleur mélange d'huile en nous donnant de ce fait un bon rendement en savon.

Ensuite nous avons monté les neuf recettes pour les neuf types de savon décrits précédemment. Qu'on peut facilement distinguer par leurs couleurs, jaune clair pour la première classe, marron foncé pour la deuxième et marron clair pour la troisième. A noter que cette dernière a le plus faible pouvoir moussant comparée aux deux autres. Ce qui confirme l'utilité de rajouter les huiles de coco et de laurier.

Les résultats des analyses physico-chimiques des savons montrent qu'ils sont dans les normes. Les résultats de l'évaluation du pouvoir antiseptique des savons montrent que tous les savons ont révélé une inhibition importante de la flore cutanée. Le quatrième savon préparé à base de 40% huile d'olive, 40% huile de nigelle, 15% huile de coco, 5% huile des baies de laurier et 3% huile de lentisque a présenté un meilleur pouvoir antiseptique (98%). Selon les résultats de ce test les savons aux quels est ajouté l'huile de lentisque ou l'huile essentielle de menthe ont un pouvoir antiseptique plus élevé.

Enfin l'analyse hédonique effectuée sur 120 sujets naïfs et le traitement des résultats à l'aide du logiciel XLSTAT-MX nous permet de conclure :

- ✓ Le 6^{ème} savon est apprécié par sa couleur, et son pouvoir moussant, mais la consistance à un effet significativement négatif ;
- ✓ Le 4^{ème} savon est apprécié par son pouvoir moussant ;
- ✓ Le 1^{er} savon par sa couleur, mais son pouvoir moussant est faible ;
- ✓ Le 2^{ème} et le 3^{ème} savon ont une bonne consistance, mais une couleur plus au moins appréciée. De ces résultats il ressort, que le 6^{ème} savon est le plus préféré.

Compte tenu de différents types de savons fabriqués, et des résultats obtenus, il ressort que le 6^{ème} savon est le meilleur. Tant pour son effet antibactérien important, tant pour les résultats de l'analyse hédonique. Des études postérieures se baseront bien sur l'élaboration de ce type de savon et de procéder à l'amélioration de sa recette et sa qualité.

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

- Ajout des colorants, conservateurs et agents antiseptiques naturels ;
- Améliorer la consistance des savons liquides

Conclusion et perspectives

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

RÉFÉRENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

B

Belfadel FZ. (2009). Huile de fruits de Pistacialentiscus Caractéristiques physico-chimiques et effets biologiques (Effet cicatrisant chez le rat). p32

Benazzouz L.(2005) .Etude des interactionsproteines-poly phénols. Etude de cas : extrait de*Nigellasativa* L avec la protéine Sérum Albumine Bovine. Thèse magistère en Biochimie-Biophysique Moléculaire.Option : Techniques d’investigation Biophysique. Université Abderrahmane Mira de Béjaia.83p

Benlemlih M.; Ghanam J. (2013),poly phénols d’huile d’olive trésors sante.

Boulkras N. (2010). Chimie organique expérimentale.OP4. 2013

Bourdreux S. (2002) .Saponification. Les savons : mode d’action et préparation à partir des triglycérides Agrégation de physique Université Blaise Pascal – Clermont-Ferrand.

Brisson. (1982). Lipides et nutrition humaine. Les presses d’Université LAVAL (Québec). Edition Masson. I.S.B.N.2-225-76813-7. P 109.

C

Caubergs L. (2006). La fabrication du savon : Aspects techniques, économiques et sociaux. P 07-53.

Chaterbache A. (2007). Etude et synthèse de composes tensioactifs à base de souches naturelles et obtention de détergents industriels biodégradables ; p03

D

Djerrou Z. (2011).Etude des effets pharmaco toxicologiques de plants médicinales d’Angaries : Activité cicatrisants et innocuité de l’huile végétale de *Pistacialantiscus* L. p 11

H

Hordé P. (2014). Huile de coco-Définition. Issu de Sante-Medecine. P :1

Husson F., LÈ S., PAGES J. (2009).SensoMineR dans Evaluation sensorielle - Manuel méthodologique. Lavoisier, SSHA, Edition N°3. ISBN. P:44.

J

Journal Officiel République Algérien. (27/11/2011). N°64. P 26-28.

Journal Officiel République Algérien. (16/12/2012). N°68.P26.

K

Kergoat M. (2010).Approche psychosociale et différentielle des évaluations sensorielles: intensité affective et préférences tactiles, université de paris ouest, France. p 275.

Kesen S., Kelebek H., Selli S. (2013). Characterization of the volatile, phenolic and antioxidant properties of monvarietal olive oil obtained from cv. Halhali. Journal of the American Oil Chemists' Society, 90(11), 1685-1696.

Kone S. (2000). Fabrication de savons améliorés GATE Technical Information Ff

L

Lefief-Delcourt A. (2011).Le savon malin. Edition Leduc.S.ISBN :978-2-84899-970-8. P07.

Libbey J. (2004). Progrès en dermato-allergologie. 4^{eme} Edition à Lille.P206.

Longobardi F., Ventrella A., Casiello G., Sacco D., Catucci L., Agostiano A., Kontominas M G. (2012). Instrumental and multivariate statistical analyses

Références bibliographies

for the characterization of the geographical origin of Apulian virgin olive oils. *Food Chemistry*, 133(2). P 579-584.

M

Marc D.(1993). Cdt centre pour le développement industriel (convention de LoméACP /CEE) :la production de savon.

Marie moyen., Louise., Van puyvéledé. (2006). Le savon

Martini M. (2011).Introduction à la dermopharmacie et à la cosmotologie. N° 3^{eme} Edition lavoisier. P: 205-206.

Mary Browning. (2006). 300 savons artisanaux. Edition MadusVirendi.

N

Nickavar B., Mojaba F., Javidnial K.,Amolia M.A.R. (2003). Chemical composition ofthe fixed and volatile oils of Nigalla sativa L. from Iran.Journal ofbiosciences.58: P 9-10.

P

PrichardA J N. (2004). Theuse of essential oils to treat snoring.Phototherapy Research, 18.P 696-699.

Perinel., PAGES J. (2004).Optimal nested cross-over designs in sensory analysis. Food Quality and Preference, 15(5).P 439-446.

S

Scherrer AM., Motti R., Weckerie CS. (2005).Traditional plant use in the areas of montevesole and ascea, cilento national park (compania, southern Italy).Journal of Ethnopharmacology 97.P 129-143.

T

Tanneur M L. (2006). Etude de l'efficacité in vivo d'un savon chirurgical à base de Chlorhexidine (Thèse de doctorat). Université de Toulouse en France.P26-30.

Z

Zahoor A., Ghafoor A.,Aslam M. (2004).Nigella sativa - A potential commodity in cropdiversification traditionally used in healthcare. In

« Introduction of medicinal herbs andspices as crops». Ministry of food, Agriculture and livestock, Pakistan.PP:5-31.

Site internet:

Dr. OZ « Suprisinghealth benefits from coconut oil » consulter le 14.04.2015 à 15: 04:46.

ANNEXES

Annexe II : Questionnaire de l'analyse hédonique et Protocoles expérimentales d'effet antibactériens du savon

A. Questionnaire de l'analyse hédonique

Age : Sexe : F ou H Profession..... N° poste..... Date.....

Dans le cadre d'une évaluation hédonique des savons liquides préparés à base de différentes huiles végétales, 6 échantillons codés A, B, C, D, E et F vous sont présentés. Il vous est demandé d'évaluer différentes caractéristiques et attribuer une appréciation selon des codes donnés de 1 à 6.

Partie I

1 - La couleur du savon vous l'appréciez :

- 1 : très bien
- 2 : bien
- 3 : moyen
- 4 : peu
- 5 : pas apprécié

Savon A	Savon B	Savon C	Savon D	Savon E	Savon F

2 - Le parfum du savon vous l'appréciez :

- 1 : très bien
- 2 : bien
- 3 : moyen
- 4 : peu
- 5 : pas apprécié

Savon A	Savon B	Savon C	Savon D	Savon E	Savon F

3 - le parfum du savon correspond à l'odeur de:

- 1 : huile d'olive
- 2 : nigelle (سينوج)
- 3 : lentisque (tidekthe en Kabyle)
- 4 : la menthe (نعناع)
- 5 : N.I. (non identifié)

Savon A	Savon B	Savon C	Savon D	Savon E	Savon F

4 - La consistance du savon :

- 1 : pâteux
- 2 : mou
- 3 : moyen
- 4 : liquide
- 5 : trop liquide

Savon A	Savon B	Savon C	Savon D	Savon E	Savon F

Partie II

Pour cette partie il faudra pour chaque savon :

- 1- Se laver les mains deux fois de suite,
- 2- S'essuyer les mains avec le papier absorbant
- 3- Donner votre appréciation

5 - Le pouvoir moussant du savon :

- 1 : fortement moussant
- 2 : moussant
- 3 : peu moussant
- 4 : très peu moussant
- 5 : pas du tout moussant

Savon A	Savon B	Savon C	Savon D	Savon E	Savon F

6 - La douceur du savon :

- 1 : très doux
- 2 : doux
- 3 : moyen
- 4 : irritant
- 5 : très irritant

Savon A	Savon B	Savon C	Savon D	Savon E	Savon F

7- Classement par ordre de préférence :

Attribuez pour chaque savon une note entre 1 et 9, Sachant que 1 correspond à l'échantillon le moins préféré et 9 au plus préféré :

	Savon A	Savon B	Savon C	Savon D	Savon E	Savon F
Note						

Quels sont les caractéristiques qui ont motivé votre préférence ?

- la Couleur

- Le parfum

-La consistance

- pouvoir moussant

-la douceur

-autre.....

Résumé

L'utilisation des corps gras d'origine végétale dans le domaine de l'alimentation humaine remonte à la nuit des temps. Mais les huiles végétales ont connu un nouvel air lors de leurs utilisations dans le domaine de la savonnerie ; c'est ce qui a permis d'améliorer la qualité et les propriétés des savons, satisfaisant ainsi l'exigence de l'Homme qui cherche aujourd'hui, dans le savon des remèdes à ses problèmes de peaux, mais aussi un moyen d'hygiène tandis qu'il a réussi à fabriquer des savons antibactériens à base de ces huiles végétales.

C'est ce qu'on a tenté, mais, réussi à faire "Fabriquer, des savons 100% naturel à base d'huiles végétales et à propriétés antibactériennes".

Mots clés : Huile d'olive, huile de nigelle, huile de noix de coco, huile de baies de laurier, huile de lentisque, huile de menthe, saponification, savon liquide, antibactérien.

Abstract

The use of vegetal oils such as olive oil, cumin oil, coconut oil, laurel oil, mastic oil, mint oil, in the area of human consumption dates back to ancient times. But vegetal oils is a new air experienced during their use in the field of the soap, is what improves the quality and properties of soaps, thus satisfying the requirement of Man looking nowadays in the soap cures for these skin problems, but also a means of the hygiene, while where he succeeds to manufacture antibacterial soaps made of these vegetal oils.

We tried, but succeed, to "Making a 100% natural soap made from vegetal oils and antibacterial property".

Keywords: olive oil, cumin oil, coconut oil, bay laurel oil, mastic oil, mint oil, saponification, liquid soap, antibacterial.