

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique

Université Abderrahmane Mira de Bejaïa
Faculté de Science de la nature et de la vie
Département des sciences alimentaires

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du Diplôme de Master
Filière : Biotechnologie, Agro –Ressources, Aliment,
Nutrition.

Option : Corps gras

Thème

*Essai de fabrication d'un savon a base de l'huile
d'olive et de nigelle.*

Présenté par :

M^{elle} AZAG Radia

M^{elle} MAKHLOUF Lynda

Membres de jury :

Président : M^r MADANI.k

Promotrice : M^{me} SMAIL.L

Examinatrice : M^{elle} ACHAT.S

Examinatrice : M^{me} EKHNECHE.F

Co-Promoteur : M^r DEHMOUNE.F

Encadreur : M^r KADECHE.Dj

Année universitaire 2013-2014



Remerciements

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

Nous tenons à remercier également notre promotrice M^{me} SMAIL I qui a accepté de nous encadrer et qui nous a toujours guidés dans la réalisation de ce travail.

Nous remercions M^r MADANI K., M^{lle} ACHAT S., M^{me} IKHENACHE F. et M^r DAHMOUNE F ; d'avoir accepté de faire part de jury de ce travail.

Nos vifs remerciements s'adressent également à toute l'équipe de l'entreprise COGB-LABELLE qui nous ont beaucoup aidé durant notre stage et même après, à leur tête M^r. KADACH Dj et M^r MAMRIDj.

Nous remercions en part le chef de service M^{me} DJAAFRI de nous avoir donné la chance d'effectuer notre stage pratique au sein de l'unité.

Merci.





Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A tous ceux qui me sont chers

A mon père qui a donné sa vie très jeune, qui n'a même pas vu ses enfants grandir. Dieu lui pardonne et lui accorde le paradis.

A ma mère qui a honorablement jouée le rôle d'une mère exemplaire et qui a su aussi nous éduquer sans la présence de notre père.

A mon grand père et ma grand mère qui ont toujours été là pour moi, et qui m'ont tout donné. Je souhaite qu'ils trouvent dans ce travail toute ma reconnaissance et tout mon amour.

A mes sœurs Pour leur soutien moral et leurs sacrifices le long de ma formation.

A toute ma famille surtout le petit ADEL.

A ma binôme Lynda et toute sa famille

A la promotion des corps gras 2014

A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin

RADIA





Dédicaces

Au nom du tout puissant

Je dédie ce travail

A mes très chers parents, qui m'ont soutenue tout au long de mes études, que Dieu les protège et *leur procure bonheur, santé et longue vie.*

A mon frère

A mes sœurs

A tous mes cousins et cousines.

A Ma binôme radia et toute sa famille

A tous mes amis

En fin à toute personne qui m'est chère au cœur et qui m'a aidé de près ou de loin.

Lynda



Sommaire

Introduction

Partie théorique

Chapitre I : Généralité sur les corps gras

| | |
|---|---|
| I.1.Définition | 2 |
| I.2.Origène et classification..... | 2 |
| I.3.Composition d'un corps gras | 3 |
| I.3.1.Acide gras | 3 |
| I.3.2.Les insaponifiables | 4 |
| I.3.3.Phosphatides | 4 |
| I.3.4.Triglycérides..... | 4 |
| I.4.Exemples de corps gras utilisés pour la fabrication du savon..... | 5 |
| I.4.1.Huile d'olive..... | 5 |
| I.4.1.1.La composition chimique de l'huile d'olive | 6 |
| I.4.2.L'huile de nigelle | 8 |

Chapitre II: Le savon

| | |
|---|----|
| II.1.Histoire de savon..... | 11 |
| II.2.Définition de savon | 12 |
| II.3.Généralité sur les savons..... | 12 |
| II.4.La saponification..... | 12 |
| II.4.1.Types de savon..... | 13 |
| II.4.2.Autre classification du savon | 14 |
| II.5.Les caractéristiques d'un savon | 15 |
| II.6.Matières première utilisé dans la fabrication de savon | 18 |
| II.7.Technologie de fabrication et de finition..... | 20 |
| II.7.1.Procédé en discontinu | 20 |
| II.7.2.Procédé en continu..... | 21 |
| II.8.Refroidissement et le séchage du savon..... | 21 |
| II.9.Finition du savon | 22 |

Partie pratique

| | |
|---|-----------|
| 1.Présentation de l'unité CO.G .B la belle | 23 |
| 2.Présentation du laboratoire 3BS | 23 |
| Matériel et méthodes | |
| I.Différentes étapes de fabrication du savon solide au niveau de l'unité CO.G.B laBelle | 25 |
| I.1.Préparation de la matière première..... | 25 |
| I.2.Autoclave de la réaction de saponification..... | 26 |
| I.3.Mélangeur-refroidisseur..... | 26 |
| I.4.Séparateur statique..... | 26 |
| I.5.La colonne de lavage..... | 26 |
| I.6.Séparateur centrifuge..... | 27 |
| I.7.Mélangeur de neutralisation | 27 |
| I.8.Les bacs de stockage | 27 |
| I.9.Séchage | 27 |
| I.10.Conditionnement | 27 |
| II.Analyses effectuées au niveau du laboratoire de la savonnerie CO.G.B. La belle... .. | 28 |
| III.Essais de préparation d'un savon solide à base de l'huile d'olive et l'huile de nigelle... | 30 |
| | 30 |
| III.1.Choix des matières premières | 30 |
| III.2.Analyse des matières premières | 31 |
| III.3. Préparation du savon | 34 |
| III.3.1.Préparation du savon solide par chauffage à reflux..... | 34 |
| III.3.1.1.Réaction de saponification | 34 |
| III.3.1.2.Relargage | 35 |
| III.3.1.3. Filtration et lavage..... | 35 |
| III.3.1.4.Séchage et moulage | 35 |
| III.3.2.Savon à base d'huile d'olive..... | 36 |
| III.3.3.Savon à base d'huile d'nigelle | 36 |
| III.3.4.Savon de mélangehuile d'olive/huile de nigelle | 36 |
| IV. Analyses effectuées sur le produit fini | 37 |

Résultat et discussion

| | |
|---|-----------|
| I. Analyses des matières premières utilisées pour la préparation de nos savons | 40 |
| II. Préparation du savon à base des huiles d'olive et de nigelle..... | 42 |
| III. Effet de la concentration de soude sur les savons obtenus..... | 44 |
| III.1. Effet de la concentration de soude sur le savon à base d'huile d'olive..... | 45 |
| III.2. Effet de la concentration de de soude sur le savon à base d'huile de nigelle..... | 45 |
| III.3. Savons à base des mélanges huile d'olive/huile de nigelle..... | 46 |
| IV. Résultats des analyses des savons | 48 |
| Conclusion..... | 51 |

La liste des abréviations

AG : Acide gras

AgNO₃ : Nitrate d'argent

CO.G.B : Corps Gras de Bejaia

HO: Huiled'olive

H₂SO₄: Acidesulfurique

HN : Huile de nigelle

KOH : Hydroxyde de potassium

NaOH : Hydroxyde de soude

NaCl : Chlorure de sodium

N : Normalité

PL : Phospholipide

SDM : Savon de ménage

SDT : Savon de toilette

S.I.A.N : Société Industrielle d'Afrique du Nord

SO.GE.D.I.A : La société de gestion et développement des industries alimentaires

La liste des figures

| N° | Titre | Page |
|-----------|---|------|
| 1 | Schéma d'un acide phosphatique estérifié par deux acides gras et un acide phosphorique | 4 |
| 2 | Schéma d'un triglycéride estérifié par trois acides gras (acides stéarique) | 4 |
| 3 | Des olives noires sur leur branche | 5 |
| 4 | Les graines de nigelle | 8 |
| 5 | Réaction de saponification. | 13 |
| 6 | Solubilité de savon dans l'eau | 16 |
| 7 | Détachement des impuretés grasses | 16 |
| 8 | Formation de la mousse | 17 |
| 9 | La position hydrophile et lipophile | 17 |
| 10 | Disposition des ions carboxylate (a) à la surface de l'eau (b) dans une bulle de savon (c). | 18 |
| 11 | Machine d'extraction de l'huile de nigelle | 30 |
| 12 | Réaction de saponification | 33 |
| 13 | Saponification par chauffage à reflux | 34 |
| 14 | Réaction de saponification de l'oléine | 35 |
| 15 | Indice de saponification de la matière grasse | 39 |
| 16 | Acidité de la matière première | 40 |
| 17 | Humidité de la matière première | 41 |
| 18 | Aspect des savons à la fin de la réaction de saponification | 41 |
| 19 | Séparation du savon durant l'étape de relavage | 42 |
| 20 | Filtration du savon | 42 |
| 21 | Savons obtenus après séchage et moulage | 43 |

Liste des tableaux

| | | |
|-------------|---|-----------|
| I | La composition de l'huile d'olive en acide gras | 6 |
| II | La composition de l'huile d'olive en triglycérides | 7 |
| III | Composition en acides gras des huiles fixes de <i>Nigella sativa</i> L | 9 |
| IV | La composition de l'huile de nigelle en triglycérides | 9 |
| V | Les analyses effectuées sur la matière première et le savon | 28 |
| IV | préparation des savons des mélanges des deux huiles | 35 |
| VII | Effet de la concentration de soude sur le savon à base d'huile d'olive | 43 |
| VIII | Effet de la concentration de de soude sur le savon à base d'huile de nigelle | 44 |
| IX | Effet de la concentration de soude sur les savons des mélanges | 45 |
| X | Résultats des analyses des savons 100% huile d'olive et 100% huile de nigelle | 47 |
| XI | Résultats des analyses des savons préparés à partir des mélanges HO/HN | 48 |
| XII | Résultats des analyses des savons sélectionnés | 49 |

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 parts dans le domaine industrielle, comme la fabrication de savon, des peintures et des produits cosmétiques ,d'autre part dans les industries cosmétiques et les industries alimentaires tel que les huiles, la production de beurre et de margarine .

Même si les propriétés des corps gras étaient connues depuis très longtemps, il fallut attendre 1815 pour que MichèleEugèneChevreul (1786-1889) montre la nature chimique exacte d'un corps gras. Au cours des 40 dernière année, les connaissances physiques, chimiques et biochimiques des corps gras ont fait un prodigieux bond en avant qui a permis : d'analyser la composition des corps gras, d'établir des normes pour chaque type de produit, d'améliorer la qualité, lapureté, la conservation et la stabilité des produits, d'adapter leur mode de stockage et de préserver leurs qualités nutritionnelles.

Les huiles végétales sont des corps gras composés majoritairement de triglycérides d'acide gras dont la longueur varie de 14 à 20 (**François 1974**). Chaque huile est caractérisée par sa composition en acides gras que l'on peut connaitre par chromatographie en phase gazeuse. L'huile d'olive est connue par son usage pour les soins du corps, elle adoucit la peau, apaise les irritations et effectue une action émolliente pour la peau. L'huile de nigelle était préconisée pour détendre les muscles et assouplir la peau. En se basant sur les propriétés de ces deux huiles nous les avons choisies afin de préparer des savons solides qui pourront être bénéfiques pour la peau.

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

La savonnerie est l'ensemble des opérations qui partant des matières premières conduisent à l'élaboration d'un savon commercialisable. L'unité de production CO.G.B. La Belle de Bejaia est un modèle dans le secteur de transformation des corps gras.

L'objectif de cetravail est l'élaboration d'un mode opératoire et la réalisation de fabrication au laboratoire d'un savon solide à base d'huiles d'olive et de nigelle.

Chapitre I: Généralités sur les corps gras

I.1. Définition

Les corps gras sont des éléments essentiels de notre alimentation, qu'ils soient appelés corps gras ou lipides du mot grec « lipos » qui signifie graisse, matières grasses ou graisses, ils sont consommés à l'état naturel comme les huiles et le beurre, ou bien ils sont présents dans un aliment, comme les graisses de constitution des viandes, des poissons, des fruits secs oléagineux (noix, amandes, noisettes,... etc.) et les graisses ajoutées lors de l'élaboration de certains aliments tels que les plats cuisinés, charcuteries, biscuits, viennoiseries, pâtisseries.

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

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

I.2. Origine et classification

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

(**Mohtadji et Lambollais, 1974**)

I.2.1. Corps gras d'origine animale

Les tissus adipeux de bœuf et du mouton donnent par fusion les suifs utilisés surtout pour la fabrication des savons de ménage.

Les huiles de poisson gras (hareng) sont plus insaturées (75% d'acide gras insaturés), utilisés en alimentation humaine (margarine et friture) (**Cheftel et Cheftel, 1977**).

I.2.2. Corps gras d'origine végétale

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

I.2.3. Corps gras d'origine mixte

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

I.3.Composition d'un corps gras

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

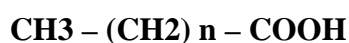
I.3.1.Acide gras

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

(Walrand et al., 2010).

I.3.1.1.Les acides gras saturés

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



Les plus fréquents sont l'acide palmitique (C₁₆ :0) et l'acide stéarique (C₁₈ :0). La plupart des acides gras retrouvés à l'état naturel sont à nombre pair de carbones et à chaîne linéaire, il en existe néanmoins quelques-uns à nombre impair de carbones et à chaîne ramifiée (Cuvelier et al., 2004).

I.3.1.2.Les acides gras insaturés

De nombreux acides gras contiennent une ou plusieurs doubles liaisons, ils sont dits insaturés. La position de la première double liaison peut s'exprimer :

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

I.3.2. Les insaponifiables

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

I.3.3. Phosphatides

Les phospholipides (PL) sont constitués d'une molécule de glycérol estérifiée par deux acides gras et un acide phosphorique (Figure 1), lui-même lié à un alcool aminé (choline, éthanolamine...). Ces phospholipides sont des lipides de structure car ils sont constituants des membranes cellulaires et en assurent entre autres la fluidité (Legrand, 2007).

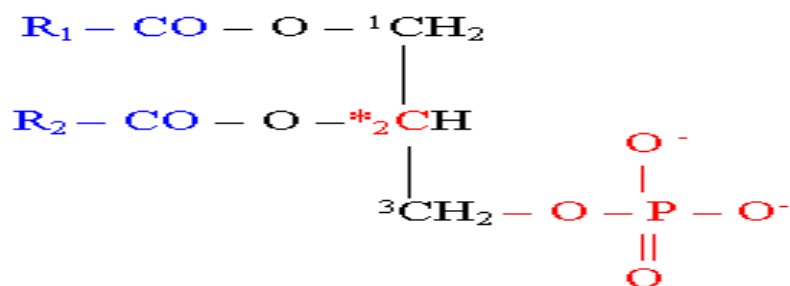


Figure 1 : Schéma d'un acide phosphatide estérifié par deux acides gras et un acide phosphorique (Touitou, 2005)

I.3.4. Triglycérides

Les triglycérides ou plus exactement les triacylglycérols sont des triples esters d'acides gras et de glycérol (Figure 2). Il s'agit de molécules très hydrophobes, constituant une forme de réserve de l'énergie très courante dans le règne animal. (Cuvelier et al., 2004)

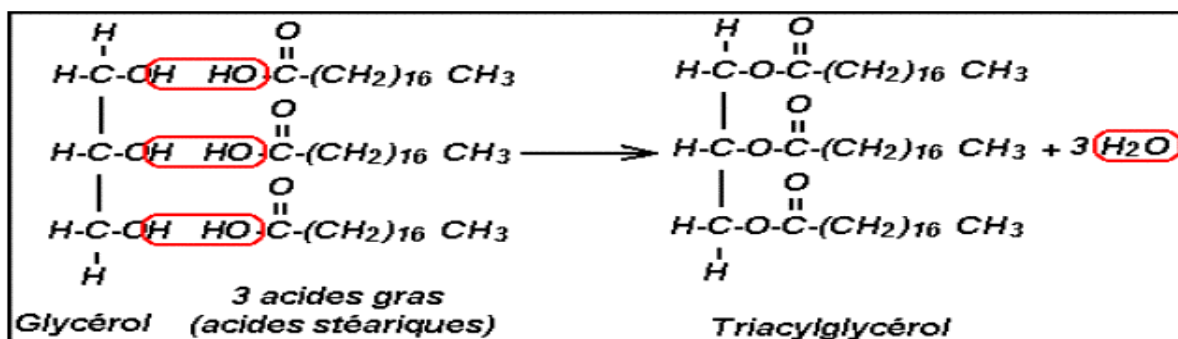


Figure 2 : Schéma d'un triglycéride estérifié par trois acides gras (acides stéariques) (Klere, 1992).

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

I.4.1. L'huile d'olive

L'olivier appartient à la famille des oléacées. Le genre est appelé "Olea" et comporte 30 espèces différentes réparties sur la surface du globe. L'espèce cultivée en méditerranée est *Oléa europaea*, dans laquelle on trouve l'oléastre ou l'olivier sauvage et l'olivier cultivé *Oléa europaea sativa* (**Figure 3**). La trituration des olives laisse, en plus de sa production principale qui est l'huile, deux résidus, l'un solide (les grignons) et l'autre liquide (les margines) (**Elhajouji, 2007**).

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



Figure 3 : Des olives noires sur une branche d'olivier.

I.4.1.1. Composition chimique de l'huile d'olive

Les huiles d'olive vierges jouent un rôle important dans l'industrie agroalimentaire et sont importantes en nutrition humaine pour plusieurs raisons. En premier lieu car les lipides sont la principale source d'énergie pour le corps humain en comparaison de leur masse. De plus l'intérêt pour les huiles d'olive a été accru depuis la découverte de leur richesse en

vitamines liposolubles et en polyphénols qui sont des antioxydants. Elles sont également une source importante d'acides gras poly-insaturés essentiels car non synthétisables par le corps humain. (Veillet *et al* ; 2009).

I.4.1.2. La composition en acide gras

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

L'analyse par CPG des acides gras, montre une variabilité relativement importante, mais en moyenne, l'huile d'olive vierge se compose à 72% d'acides gras mono-insaturés, 14% d'acides gras polyinsaturés et 14% d'acides gras saturés. L'acide gras majoritaire est l'acide oléique qui représente à lui seul près de 70% des acides gras. Les acides gras polyinsaturés représentent une fraction non négligeable de l'huile et sont majoritairement composés d'acide linoléique (Veillet *et al* ; 2009 ; Tanouti *et al* ; 2011 ; Houlali, 2014).

Tableau I : La composition de l'huile d'olive en acide gras.

| Acide gras | Pinatel et Artaud, (2005)(%) | Tanouti <i>et al.</i> (2011) (%) | Codex Alimentarius(%) |
|----------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|--------------------------|
| Acide myristique C 14:0 | - | - | ≤ 0,1 |
| Acide palmitique C 16:0 | 11,9 | 10,16 - 13,5 | 7,5–20 |
| Acide palmitoléique C 16:1 | 0,12 | 0,78 - 0,95 | 0,3 - 3,5 |
| Acide stéarique C 18:0 | 2,26 | 2,10 - 2,84 | 0,5–5 |
| Acide oléique C 18:1 | 72,2 | 73,2 - 76,5 | 55– 83 |
| Acide linoléique C 18:2 | 8,35 | 8,76 - 9,36 | 3,5 - 21 |
| Acide linoléique C 18:3 | 0,65 | 0,87 - 0,91 | <1,5 |
| Acide arachidonique C 20:0 | 0,38 | - | <0,6 |
| Acide lignocérique C 24:0 | 0,05 | - | <1 |
| Acides gras saturés | 14,9 | 13,0 - 15,6 | |
| Acides gras insaturés | 76,1 | 84,37 – 87 | |

I.4.1.3. La composition de l'huile d'olive en triglycérides

L'analyse par HPLC des espèces moléculaires des triacylglycérols (TAG), composantes majoritaires, de l'huile d'olive, permet de distinguer des espèces majoritaires qui représentent, à elles seules, plus de 80% des TAG totaux. Il s'agit, par ordre d'importance

quantitative (**Tableau II**) de la trioléine (OOO), la dioléolinoléine (LOO) palmitooléolinoléine (PLO) (**Ollivier et al. 2003**).

Tableau II : La composition de l'huile d'olive en triglycérides

| Triglycérides | Huile d'olive (Ollivier et al., 2003) |
|---------------|--|
| LLL | 0,13 |
| PLO | 5,57 |
| LOL | 1,90 |
| LOO | 13,93 |
| POP | 3,08 |
| SOO | 3,72 |
| PLP | 0,46 |
| OOO | 44,69 |
| PLnL | 0,06 |
| SLO | 0,52 |
| POA | 0,52 |
| POP | 3,08 |
| SOO | 3,72 |

I.4.1.4. Composition de l'huile d'olive en composés phénoliques

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

I.4.1.5. 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. Riche en Vitamines : A, D, E, K et en sels minéraux. Ainsi, des études récentes ont montré que le hydroxytyrosol de l'huile d'olive améliore la fonction mitochondriale qui prévient le vieillissement cellulaire et par conséquent le vieillissement du Corp. Ceci nous ramène à confirmer que ce composé est un agent utile pour prévenir le vieillissement (**Al-Waili, 2003**).

I.4.2.L'huile de nigelle

Du latin « nigellus » qui signifie noirâtre, la nigelle (*Nigella sativa* L.) nous offre ses petites graines aromatiques d'une couleur noire intense communément connues sous le nom de cumin noire, black seeds en anglais, Habbat el baraka ou encore El habbahsauda dans les pays arabes, Sinoudj en Algérie(**Figure4**). 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(Benazzouz, 2005).



Figure 4 : Les graines de nigelle (Benazzouz, 2005)

I.4.2.1.Composition chimique de l'huile de nigelle

L'huile fixe de nigelle constitue 37% des graines, elle est riche en acides gras, particulièrement les acides gras essentiels et insaturés (acide linoléique et acide 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%). L'acide Linoléique (55,6%), l'acide Oléique (23,4%) et l'acide Palmitique (12,5%) sont présents en quantités importantes (**Tableau III**).

Tableau III: Composition en acides gras des huiles fixes de *Nigella sativa* L.

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

I.4.2.2. La composition de l'huile de nigelle en triglycérides

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

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

| Triglycérides | Huile de nigelle (Orsi –Llinares,2005) |
|---------------|---|
| LNLL | 0,5 |
| LLL | 24,6 |
| LLO | 19,6 |
| LLP | 17,5 |
| LOO | 9,6 |
| LLS | 2,5 |
| LOP | 12,9 |
| PLP | 2,5 |
| OOO | 1,6 |
| LOS | 2,4 |
| SLP | 0,5 |
| POP | 0,6 |
| SOO | 0,5 |

I.4.2.4. Effet de l'huile de nigelle sur la peau

L'huile de nigelle est particulièrement recommandée pour les peaux sèches et sensibles. Par ses propriétés calmantes, régénératrices, vitalisâtes et anti-inflammatoires, elle va aider à améliorer les petits problèmes de peau comme l'acné, les dermatites, l'eczéma, le psoriasis, les 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. **<http://www.cosmetiques-dorient.com>**.

Chapitre II: Généralités sur le savon

II.1. Histoire de savon

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

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

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 VIIIe siècle apparaît le savon à base d'huile végétale et à partir du XIIIe siècle, ce procédé se développe peu à peu à Marseille. Cette ville devient au XVIe siècle le premier fabriquant 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**)

II.2. Définition du savon

Le terme savon est généralement attribué aux sels sodiques ou potassiques d'acide carboxylique à chaîne carbonée, ce sont en fait des mélanges de carboxylates, dérivés d'acides gras à longue chaîne de 10 à 20 atomes de carbone. On le fabrique le plus souvent par une réaction de saponification qui fait intervenir un ester (RCOOR') et une base (souvent NaOH) (**Dissilvio, 1999**).

Les corps gras sont des composés naturels d'origine végétale ou animale, appelés lipides, composés à 98% de triglycérides. Dans la composition du savon la partie hydrophobe est apportée par l'huile alors que la partie hydrophile provient de la réaction avec la soude. Le savon est un agent détergent ou nettoyant, de nos jours il est le produit le plus courant pour nettoyer ou blanchir. Cependant avec l'apparition des agents de Synthèse, l'industrie du savon a dû diversifier ses produits (**François, 1974**).

II.3. Agents tensioactifs

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

- **Les savons** : qui sont les sels d'acides gras ou un mélange de ces sels.
- **Les détergents** : qui sont les produits de la synthèse chimique.

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

II.4. La saponification

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

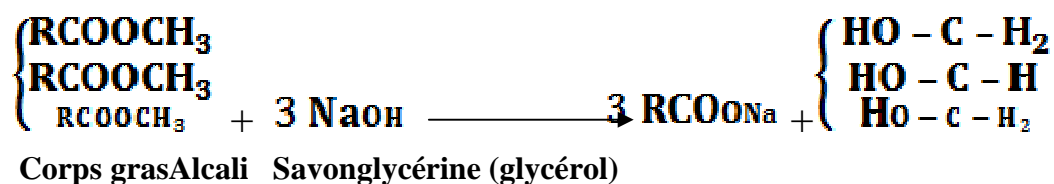


Figure 5 : Réaction de saponification.

II.4.1. Types de savons

Nous distinguons plusieurs types de savons notamment :

Le savon dur : savon de ménage, savon de lessive, savon de toilette.

Le savon mou/liquide : savon de lessive, shampooing.

II.4.1.1. Savon dur

Un savon dur est produit à partir de la soude caustique et des corps gras. Nous avons vu qu'en principe chaque huile peut être utilisée dans la fabrication du savon dur mais la nature et les caractéristiques des huiles vont déterminer dans quel pourcentage les huiles devront être utilisées (coefficient d'instauration). Dans la gamme du savon dur nous distinguons le savon de lessive et le savon de toilette.

Un savon de toilette est un savon qui est très doux pour la peau, qui la nettoie et qui mousse facilement. Il ne devrait pas contenir plus que 14 % d'eau. Le savon de lessive par contre peut contenir jusqu'à environ 28 % d'eau. Un savon de toilette de qualité nécessite l'application du procédé par ébullition complète et avec l'implication de machines (broyeur, boudineuse, estampeuse, etc.) pour le raffinement du produit. Cependant, il y a des entreprises qui font un genre de savon de toilette à partir du procédé à froid ou à partir du procédé par semi-ébullition et l'implication d'une boudineuse.

Le savon de lessive doit avoir un bon pouvoir détergent et ne pas contenir d'alcali libre pour ne pas abîmer les vêtements. (Donkor, 1986).

II.4.1.2. Savon mou (liquide)

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

II.4.2. Autres classification du savon

a-Suivant la provenance géographique

- Savon d'Alep

Le savon d'Alep est le plus ancien savon, il a été élaboré, à l'origine, dans la ville d'Alep (Syrie). Les techniques et les ingrédients de base utilisés pour la fabrication de ce savon sont restés identiques au cours des siècles. Savon d'Alep 40% d'huile de baie de laurier est le premier savon du monde, l'ancêtre des savons durs dont le savon de Marseille. 100% naturel, fabriqué au chaudron à base d'huile d'olive et d'huile de baie de laurier grâce à l'adjonction de soude naturel provenant du sel marin. Sans conservateur, sans colorant, sans additif, sans parfum ajouté, 100% végétal. Ce savon traditionnel séché au soleil pendant 10 mois. Coupé à la main, lui donne sa forme irrégulière. L'huile d'olive adoucit la peau et l'hydrate. Vertu antiseptique et astringente, l'huile de baie de laurier débouche les pores de la peau sans détruire le film hydrolipidique. Idéal pour les peaux sensibles lutte contre l'eczéma, acné, psoriasis, croutes de lait et peau sèche (<http://www.savons.org>)

- Savon de Marseille

Préparé avec de l'huile d'olive et de la soude, Une teneur de 72 % en masse d'acide gras était garantie dans le savon de Marseille traditionnel, uniquement préparé à partir d'huile d'olive. . En 1688, Colbert a passé un édit limitant l'utilisation du nom « savon de Marseille » uniquement aux savons fabriqués à l'huile d'olive dans la région de Marseille.

Actuellement Le terme « savon de Marseille » n'est nullement une appellation d'origine contrôlée, il correspond seulement à un procédé de fabrication qui est approuvée unilatéralement par l'Association française des industries de la détergence, de l'entretien et des produits d'hygiène industrielle ou AFISE. Ce code définit la méthode de fabrication, basée sur les quatre étapes historiques que sont l'empattage/cuisson, le relargage de la glycérine, le lavage et la liquidation, afin d'assurer l'obtention d'une phase cristalline lisse à 63 % d'acides gras au minimum (<http://www.savons.org>).

- **Savon noir**

Il existe deux sortes de savon noir, le savon noir pour le corps appelé également savon Beldi et le savon noir, liquide ménager, qui lui, est réservé à l'entretien. Ils ont tous les deux la même consistance « mielleuse », ce qui les distingue des autres savons (savon de Marseille, savon d'Alep...). Le savon noir est obtenu en mélangeant de la pâte d'olives et de la potasse (KOH). Le savon noir corporel n'est pas un vrai savon au sens classique du terme. C'est un produit de gommage, un puissant exfoliant qui permet d'éliminer les toxines. Il réhydrate et régénère l'épiderme. Il se présente sous la forme d'une pâte sombre ou noire, épaisse, qui, mélangée à l'eau, mousse peu, mais est très onctueuse (<http://www.savon-noir.fr>).

- **Savon blanc**

Traditionnellement fabriqué en Suisse à partir de l'huile de tournesol. Il est dit blanc car il est beaucoup moins sombre que le savon noir.

- **Savon marbré**

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

b-Suivant l'usage

- **Savonnette** : ou savon de toilette : destiné à l'hygiène du corps.
- **Savon de ménage** : pour le nettoyage domestique.
- **Savon médical** : avec des apports désinfectants.
- **Savon dentifrice** : pour les soins de la bouche.

c-Suivant l'aspect ou la composition

- **Le savon liquide** : préparé à base d'huile de ricin ou de noix de palmier.
- **Le savon noir ou mou** : obtenu à partir d'huile végétale.
- **Le savon animal** : à base de graisses animales tel que le suif(**Puyvelde, 2009**)

II.5. Caractéristiques d'un savon

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

Les savons produits à partir de la soude et de la potasse sont solubles dans l'eau, cependant, ils dissoudront plus facilement dans l'eau chaude que dans l'eau froide. Le savon

qui est dissout dans l'eau subit une séparation de ses composantes (hydrolyse); le Résultatest, entre autre, une extrémité bien hydrophile(Figure 6).

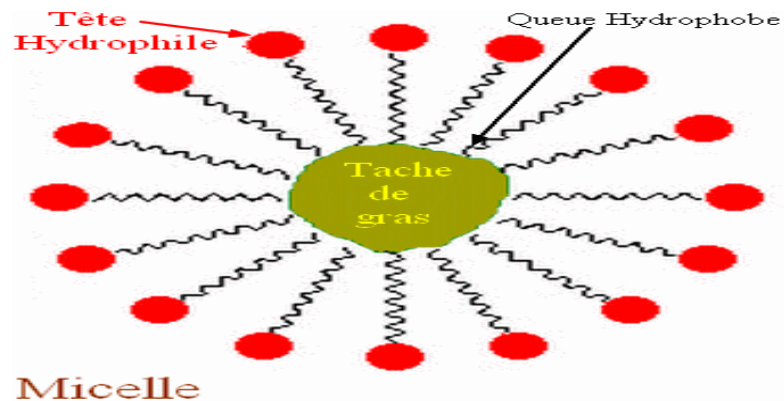


Figure6: Solubilité de savon dans l'eau.

Le savon à des propriétés détergentes, c'est à dire qu'il a le pouvoir, lorsqu'il est appliqué sur une surface quelconque, de détacher les impuretés grasses adhérentes à cette surface et de les mélanger à l'eau. Comme les impuretés grasses manquent d'affinité à l'eau (hydrophobe), nous avons besoin d'un pont entre l'eau et les impuretés. Le savon, dissout dans l'eau, est bien placé pour jouer le rôle du pont car il a une partie lipophile et une partie fortement hydrophile. Il va ainsi faciliter le détachement des impuretés grasses (Figure 7). Le pouvoir détersif d'un savon dépend de l'huile ou de la graisse utilisée pour la saponification(Donkor, Gret 1986).

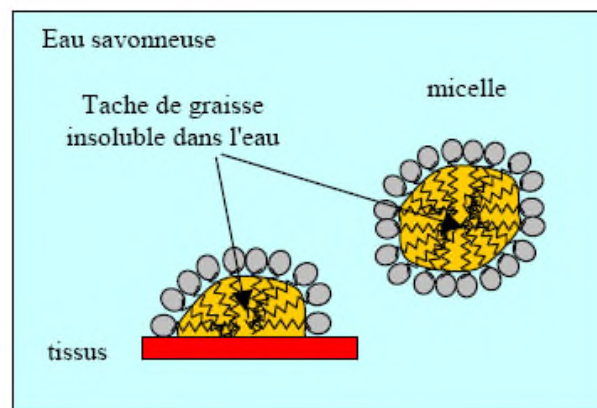


Figure7 : Détachement des impuretés grasses.

Les savons ont la propriété également de réduire la tension superficielle de l'eau ce qui facilite la pénétration de l'eau et ainsi l'émulsion des particules de saleté amenant le gras à

la surface de ce que l'on doit nettoyer. La réduction de la tension superficielle a comme résultat également la production de la mousse.

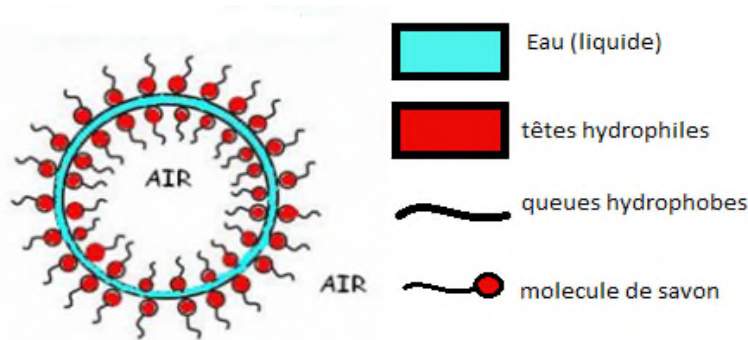
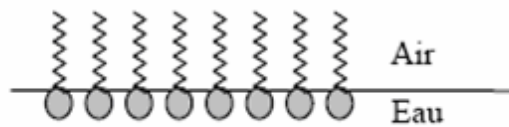


Figure 8: Formation de la mousse

Les atomes de savon à la surface de l'eau s'orientent avec la queue lipophile vers l'extérieur et avec la tête hydrophile vers l'eau(**Figure 9**).



Disposition des ions RCOO^- à la surface de l'eau

Figure 9 : La position hydrophile et lipophile

Les ions carboxylates peuvent être décomposés en deux parties :

- Le groupement carboxylate $-\text{COO}-$, qui est chargé négativement. En solution aqueuse, il s'entoure de molécules d'eau polaires : on dit qu'il est hydrophile. En revanche, il n'a, à priori aucune affinité pour les longues chaînes carbonées des graisses, et peut être qualifié de lipophile.
- Le groupement alkyle possède de nombreux atomes de carbone ; non polaire, il n'interagit pas avec l'eau et est dit hydrophobe. Cependant, il présente des affinités pour les chaînes carbonées des molécules de graisse, et il est dit lipophile.

C'est précisément ce caractère qui explique que les savons puissent former une monocouche à l'interface eau-air(**Figure 10**), d'où l'existence des bulles de savon(**Sébastien, 2002**).

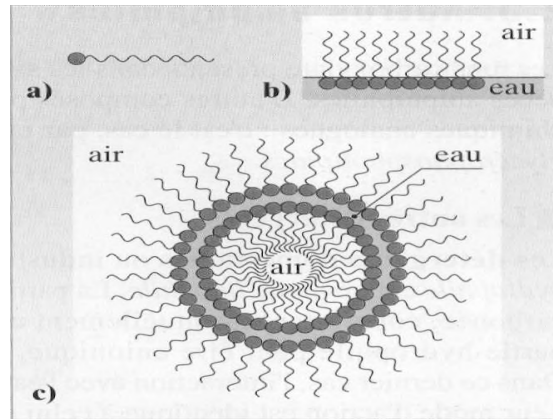


Figure 10 : Disposition des ions carboxylate (a) à la surface de l'eau (b) dans une bulle de savon (c).

II.6. Matières premières utilisées dans la fabrication du savon

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

- 1) Les huiles et corps gras
- 2) La lessive de soude
- 3) La saumure : (dans le cas de la récupération de la glycérine)
- 4) Les additifs : carbonate de sodium, silicate de sodium, etc dont l'utilisation dépend de la qualité et de type de savon que l'on veut obtenir.

II.6.1. Huiles et corps gras

Les matières grasses représentent en volume plus ou moins 2/3 des matières premières dans une savonnerie. Leur disponibilité et leur sécurité d'approvisionnement sont donc des éléments essentiels dans le choix des 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. Pour fabriquer un savon, on n'utilise pas qu'un seul type de corps gras mais un mélange de plusieurs corps gras possédant des propriétés différentes. Le savon répondra ainsi aux satisfactions demandées au savon :

- Une bonne consistance
- Production facile de mousse
- Odeur agréable
- Couleur agréable
- Bon détergent

Chaque corps gras a ses propres caractéristiques ou propriétés physiques, 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, la stabilité de la mousse. Avec l'accroissement du poids moléculaire on peut noter :

- Un accroissement de la solubilité du savon
- Une amélioration du pouvoir moussant jusqu'à l'acide laurique, après ce dernier on constate une diminution.
- Une amélioration de la stabilité de la mousse
- Une diminution du pouvoir détergent
- Une action plus douce sur la peau
- Une diminution de la capacité de fixer des charges comme le silicate de sodium.

II.6.2. Lessive de soude

La soude caustique (NaOH) est la lessive la plus employée. Les savons qui sont obtenus par réaction de la soude caustique sur des corps gras sont des savons "durs".

II.6.3. Saumure

Le sel de cuisine (NaCl) est utilisé dans la méthode chaude (ébullition complète) pour séparer le savon de l'excédent de lessive et des eaux contenant la glycérine. Ce processus qu'on appelle le relargage permet d'obtenir un savon pur qui est surtout destiné à la fabrication du savon de toilette. Les savons faits à partir d'huile de palmiste et de coco ont la possibilité d'incorporer de grandes quantités de sel sans être relargués. Dans ce cas, le sel peut être utilisé comme "charge" (1,5g/kg d'huile).

II.6.4. Colorants

Il n'est pas indispensable de colorer le savon. Certains producteurs font le choix de ne pas ajouter des colorants (chimiques) dans l'objectif de présenter un "produit naturel". D'autres font le choix opposant et ajoutent un colorant pour améliorer la commercialisation de leur produit. Il existe des colorants solubles dans l'huile et dans l'eau. Certains savonniers font l'extraction des colorants naturels de certaines plantes.

II.6.5. Parfums

Parfumer n'est pas indispensable non plus mais est intéressant au cas où on utilise des corps gras qui donnent une odeur désagréable au savon. On peut travailler avec des parfums synthétiques ou avec des huiles essentielles (essences). L'extraction des huiles essentielles des plantes est une méthode simple et peut se faire avec une distillation rapide à base d'eau.

Les parfums sont ajoutés à la fin de la préparation à faible température car ils se volatilisent à températures élevées (**Donkor Gret ,1986**).

II.7. Technologie de fabrication

Selon la température de conduite de la réaction de saponification on distingue trois méthodes différentes de fabrication du savon: la saponification à froid, le procédé semi- chaud et le procédé chaud (**Siaka Kone, 2000**).

Les différents procédés de fabrication sont schématisés dans la figure ci-dessous :

II.7.1. Procédé en discontinu

II.7.1.1. Procédé à froid

Le procédé à froid est le procédé discontinu le plus élémentaire. Il consiste à ajouter graduellement aux corps gras contenu dans une cuve de saponification la quantité de lessive de soude (32%) juste nécessaire pour assurer une saponification complète. Le mélange est maintenu sous agitation vigoureuse pendant environ 2heures. Les colorants, les parfums et additifs sont généralement ajoutés à ce stade. Le procédé ne comporte pas l'élimination des impuretés ni la séparation de la glycérine qui se forme.

Le savon brut est soutiré dès que la masse de mélange s'épaissit, ensuite versé tel quel dans des moule de refroidissement ou le processus de saponification se poursuit pendant un à plusieurs jours. Le savon brut est enfin démoulé, coupé en blocs et dirigé vers la ligne de finition. Le procédé est simple, bon marché et peu mécanisé. L'investissement en équipement est modeste.

II.7.1.2. Procédé semi-ébullition

Le procédé par semi ébullition se distingue du procédé froid par le chauffage, par un système de tubulures, de mélange à saponifier entre 70° et 90 °C, pour accélérer la réaction de saponification. Les colorants, les parfums et additifs, sont ajoutés en fin de procédé pour éviter leur éventuelle évaporation.

Le procédé permet l'ajustage des quantités de soude en cours de saponification avant le soutirage de savon brut, il permet également le recyclage des déchets de production. Une meilleure incorporation des additifs et un plus grand choix de matière première. La saponification est généralement plus complète et le temps de maturation de savon brut en moule de refroidissement quelque peu réduit (**Marc Donner, 1993**).

II.7.1.3. Procédé par ébullition complète

Après saponification, la masse est soumise à plusieurs lavages à l'aide de saumure. Plus le lavage de la glycérine est intense, plus la teneur de savon en glycérine est faible. Les eaux de lavage soutirées peuvent contenir des concentrations en glycérols de l'ordre de 15 à 20%. La concentration d'électrolytes (lessive de soude) est ensuite ajustée, et après maturation, il se forme une phase supérieure constitué de savon lisse, et une phase inférieure

constitué de « savon nègre » ce dernier qui contient une fraction importante d'impuretés, est utilisé dans la fabrication d'un savon de ménage bas de gamme.

Le savon lisse destiné principalement à la fabrication de savon de toilette de bonne qualité, est soutiré.

Le procédé par ébullition complète entraîne la récupération de la glycérine comme sous-produit. Il permet de fabriquer une gamme étendue de savons, du savon de ménage courant au savon de toilette haut de gamme (Marc Donner, 1993).

II.7.2. Procédé en continu

Un certain nombre de procédés permettent la fabrication de savon avec récupération de la glycérine. Ces procédés ont généralement pour base un système de pompe doseuse qui alimente en continu, le réacteur de saponification en matière première (corps gras, lessive de soude, électrolytes, eau) en proportions bien déterminées. Cette étape est suivie d'un lavage à contre-courant et d'une séparation (notamment par centrifugation) de savon nègre (partiellement recyclé) et de savon lisse. Ces procédés sont le plus souvent entièrement automatisés et font appel à des techniques de vaporisation, d'empattage dans un réacteur approprié.

Le procédé continu apporte de rapidité de cycle de production, gain de place et d'énergie et diminution des pertes et limitation des besoins en personnel qualifié, par contre ce procédé n'est généralement rentable que pour des productions supérieures à 1t/h (Marc Donner, 1993).

II.8. Refroidissement et le séchage du savon

Une fois la saponification terminée il faut convertir le savon obtenu -brute ou lisse-en savon commercialisable, c'est l'étape de refroidissement et de séchage qui doit donner au produit fini la consistance et la dureté requise. Un savon de ménage contient généralement 25% d'eau et 75% d'acide gras, alors qu'un savon de toilette subit un séchage jusqu'à ne plus contenir que 14% et même 12% d'eau (68 à 88% d'acide gras). Le savon brute donne lieu à un savon bon marché de qualité inférieure, c'est pourquoi il n'est pas courant de le soumettre à un séchage autre que le séchage à l'air, pendant plusieurs jours en moule de refroidissement avec parfois amovible pour faciliter le démoulage. Le refroidissement et le séchage forcés sont généralement utilisés pour la finition de savon lisse, deux méthodes sont couramment employées :

➤ Le refroidissement par passage de savon provenant de la cuve ou de réacteur de saponification sur une série de cylindre refroidis, ensuite le savon solidifié est arraché du

dernier cylindre sous forme de coupeaux qui sont séchés en chambre ou en tunnel à l'air chaud.

➤ Le séchage sous vide par pulvérisation de savon liquide dans une chambre à expansion (atomiseur). Cette alternative permet le refroidissement et le séchage simultané de savon liquide jusqu'à la concentration désirée en acide gras, elle tend généralement supplanter les autres méthodes de séchage en savonnerie moderne.

Le savon de toilette nécessite, suivant la méthode choisie, un séchage répété pour répondre à la norme de qualité. Dans les savonneries modernes, le savon de ménage suit généralement le même circuit que le savon de toilette, mais le séchage est tout de fois écourté. **(Marc Donner, 1993).**

II.9. Finition du savon

Une fois séché, le savon sous forme de blocs, coupeaux, flocons ou paillette suivant le mode de refroidissement et de séchage utilisé, est dirigé vers la ligne de finition qui confèrera au savon commercialisé son aspect final. Le processus permet une homogénéisation parfaite du mélange ainsi que le changement de la structure cristalline de savon ce qui améliore ses propriétés moussante ; le savon est amené dans la trémie d'une boudineuse ou il est extrudé. La boudineuse peut être simplex, duplex et même triplex (à vis unique, double ou triple) pour affiner et parfaire l'homogénéisation du savon. Le savon extrudé est ensuite coupé éventuellement moulé, estampillé, et emballé.

Il faut distinguer :

- ❖ Le savon de ménage : qui est généralement simplement extrudé dans une boudineuse et ensuite coupé à la dimension voulu avant d'être emballé.
- ❖ Le savon de toilette : qui nécessite une finition plus poussé, le savon sous forme de coupeaux et introduit dans un mélangeur- malaxeur « amalgamateur » et mélangé avec les additifs, parfums, antioxydants et colorants.

1) Présentation de l'unité CO.G.B LaBelle

L'entreprise nationale des corps gras a été lancée au début du XX^{ème} siècle sous le nom de S.I.A.N (Société Industrielle d'Afrique du Nord) commençant par l'extraction de l'huile de grignon d'olive et la fabrication du savon, mais c'est en 1940 qu'a démarré le raffinage de l'huile de colza et de tournesol. En 1974 la naissance de la SO.GE.D.I.A (la société de gestion et développement des industries alimentaires) après la nationalisation de la S.I.A.N. En 1997 la naissance de la CO.G.B (Corps Gras de Bejaia) deux ans plus tard, la CO.G.B a lancé l'unité de production de la margarine (margarine de table, pâtissière et de feuilletage) et le lancement de l'électrolyse et l'hydrogénation en 2005.

En 2006 l'état a cédé 70% des part du complexe CO.G.B pour le groupe *LaBelle* pour devenir enfin CO.G.B *LaBelle* durant cette même année une chaîne PET a été acquise pour la fabrication d'emballages transparents (5 L) ainsi que la reprise de la fabrication du savon de ménage "la Caille".

Actuellement l'entreprise exerce son activité sous la direction du groupe *La Belle* depuis sa privatisation totale par le même groupe fin 2009.

Produits principaux de la CO.G.B La Belle

- Huile de table (GOUTTE D'OR) de 1L, 2L et 5L.
- Savon de ménage (La caille) et savon de toilette (palme d'or).
- Margarine.
- Produit végétal aromatisé (SOUMAA).
- Graisse végétale aromatisée (SHORTNING).
- Glycérine industrielle.

2) Présentation du laboratoire 3BS

Laboratoire Biomathématiques Biophysique Biochimie et de Scientométrie (3BS) de l'université de Béjaia est un laboratoire de recherche multidisciplinaire. Sa vocation est la recherche au service de la pédagogie et de l'industrie.

Né en 2000 avec 12 chercheurs, le laboratoire 3BS est composé de 04 équipes de recherche, ou activent 70 chercheurs et 03 personnels de soutien. Les thématiques de recherche « ressources en eau, substances bioactives, aux interfaces du développement durable, technologie agroalimentaire », sont menées dans un esprit d'interrelation entre les 04 équipes dont l'objectif est le croisement et la fertilisation des compétences.

Le laboratoire 3BS entretient avec des partenaires étrangers (U. de Rouen, U. de Montpellier, U. d'Avignon, université de Yarmouk (Jordanie), etc.) des relations d'encadrement en cotutelles de thèses. En plus des programmes nationaux de recherche (PNR) et des projets de recherche internationaux.

Afin de réaliser ce présent travail nous avons effectué un stage pratique d'une durée d'un mois au niveau de l'unité CO.G.B. LaBelle de Bejaia dans le but de découvrir le procédé de fabrication industrielle du savon et de voir les types d'analyses effectuées sur la matière première et le produit fini. Ce qui nous a permis d'avoir une idée comment préparer du savon solide au laboratoire à base d'huiles d'olive et nigelle. Les essais de préparation ont été réalisés au niveau du Laboratoire 3BS de l'université de Bejaia.

I. Différentes étapes de fabrication du savon solide au niveau de l'unité CO.G.B LaBelle

I.1. Préparation de la matière première

Cette étape contient deux phases : Préparation de la matière grasse et de la matièreauxiliaire.

I.1.1. La matière grasse

La matière grasse utilisée pour la fabrication du savon toilette (SDT) et de ménage (SDM) est un mélange d'huiles végétales: la stéarine, le palme etle coprah. Des acides gras sont ajoutés uniquement pour le savon de ménage.

A cet effet,3 bacs de matières grasses sont utilisés :

- Le premier contient des acides gras.
- Le deuxième contient de la stéarine
- Le troisième contient du coprah ou l'huile de palme.

En utilisant des pompes doseuses, un mélange de matières grasses (acide gras 10%, stéarine 85% et coprah 5%) est préparé dans les bacs de stockage ensuite envoyé vers le bac d'attente à l'aide d'une pompe d'alimentation.

Les pourcentages des différents types d'huiles dans le mélange changent selon leurs propriétés, le coût et la disponibilité.

I.1.2. La matière auxiliaire

a) Solution de la soude caustique (NaOH à 50%)

- La soudesolide est mise dans un bac contenantde l'eau distillée.
- La dissolution du NaOH est assurée par une pompe d'injection qui injecte de l'air comprimé dans le bac, ensuiterefoulé dans les bacs de stockage.
- Aprèsle remplissage de ces derniers, la solution de soude caustique préparée est envoyée vers le bac d'attente.

b) Préparation de saumure (NaCl à 20%)

La saumure de NaCl est préparée à 20% en utilisant le même principe que celui de la soude caustique, ensuite injectée vers les bacs de stockage et enfin vers le bac d'attente.

c) Lessive de lavage

La lessive de lavage est ajoutée dans la colonne de lavage, elle est constituée d'un mélange de NaCl (20%), NaOH (50%) et d'eau distillée prélevés à partir des bacs d'attente à l'aide des pompes doseuses.

I.2. Autoclave de la réaction de saponification

- La matière première (NaOH à 50%, NaCl à 20%, mélange de matières grasses) contenue dans les bacs d'attente est acheminée vers l'autoclave de la réaction par des pompes doseuses.
- L'autoclave fonctionne à une température de 120°C et une pression de 2 bars ; deux facteurs essentiels pour une bonne saponification.
- La réaction de saponification s'effectue dans les 4 chambres de l'autoclave pendant une heure.
- Les produits de saponification seront envoyés par une pompe d'alimentation vers le mélangeur-refroidisseur.

I.3. Mélangeur-refroidisseur

- La température de la pâte savonneuse est diminuée jusqu'à 80°C.
- L'agitation facilite la séparation entre la pâte et les eaux glycéro-savonneuses.
- Ces deux produits seront transmis vers le séparateur statique.

I.4. Séparateur statique

- Au niveau du séparateur statique s'effectue la séparation entre le savon et les eaux glycéro-savonneuses par la différence de densité. Ces dernières ont une densité supérieure à celle du savon donc se précipitent.
- Le contrôleur de niveau oriente les lessives glycéro-savonneuses vers le bac de stockage.
- Le savon lisse s'oriente vers le réservoir du niveau constant ensuite sera transmis vers la colonne de lavage.

I.5. La colonne de lavage

- Le savon relargué entre par la section inférieure de la colonne de lavage, au même temps la lessive de lavage (NaOH, NaCl et l'eau distillée) entre par la section supérieure.
- Création d'une surface de contact de contre-courant qui sera augmentée par l'agitation.

- Séparation de glycérol et l'excès de soude dans le savon par saumure.
- Le savon flotte à la surface de la colonne et sera aspiré au réservoir de niveau constant.
- Ce dernier est branché à une pompe d'alimentation qui est liée à un échangeur de chaleur réglant la température de savon lavé à 80 °C.
- Le savon lavé est envoyé vers le séparateur centrifuge.

I.6. Séparateur centrifuge

- La séparation totale entre le savon et la lessive de lavage se fait grâce à la force de centrifugation.
- Le liquide séparé sera recyclé dans la colonne de lavage et le savon lisse obtenu sera envoyé vers le mélangeur de neutralisation.

I.7. Mélangeur de neutralisation

- Pour un pH du savon lisse plus basique, on fait la neutralisation par des acides gras distillés jusqu'à un pH de 8 à 10 pour le SDT et un pH de 7 à 9 pour le SDM.
- Pour un pH plus acide, on fait la neutralisation par l'huile de coco.
- Ensuite, le savon neutralisé sera envoyé vers les bacs de stockage.

I.8. Les bacs de stockage

- Stabiliser la température à 80°C, puis le savon lisse sera envoyé vers la section de séchage.

I.9. Séchage

- Le savon lisse stocké passe par un échangeur de chaleur tubulaire qui chauffe le savon à une température de 110°C à 120°C et une pression de 3bar.
- Puis il arrive à la chambre d'atomisation qui est composée de deux séparateurs de poussière qui fonctionnent sous vide (-760 mmHg). L'humidité du savon est réduite alors à (21-23%) pour le savon de ménage et à (11-13%) pour le savon toilette.
- Les copeaux s'orientent vers la boudineuse.
- La boudineuse refroidie les copeaux ensuite sont envoyés vers les silos.
- La chaîne de séchage est un circuit fermé qui crée un vide par la tour de refroidissement.
- L'eau de la tour est envoyée vers le condenseur baronne par une pompe à vide qui aspire le gaz.

I.10. Conditionnement

- Les copeaux arrivent par des rubans transporteurs à la peseuse.

- Après, ils s'orientent vers les mélangeurs où s'effectue l'addition du colorant et du parfum par un système doseur, uniquement pour le SDT. Ensuite homogénéisation pour les deux types de savon.
- Ils passent, ensuite, dans la boudineuse de raffinage pour le découpage en petit morceau.
- Les petits morceaux, passent par des rubans transporteurs vers une boudineuse duplex sous vide pour la transformation en boudins continus.
- Les boudins seront acheminés vers la coupeuse ou ils seront découpés en petits morceaux de 300 à 400g pour le SDM et de 75g pour le SDT.
- Les morceaux s'orientent vers la mouleuse pour le moulage et l'estampage :
Pour le SDM : face tamponnée par l'écriture « caille » et l'autre face par le dessin.
Pour le SDT : face tamponnée par l'écriture « palme d'or ».
- Les morceaux de savon finis passent par une encolleuse pour le SDT (emballage unitaire et secondaire) et une encartonneuse pour le SDM.

II. Analyses effectuées au laboratoire de la savonnerie CO.G.B. LaBelle.

Le but de ces analyses est la détermination de la qualité et la conformité du savon en réalisant des tests et des contrôles réguliers au cours de la chaîne de fabrication (savon lisse), sur la matière première (mélange de matière grasse) et le produit fini (SDM et SDT).

L'ensemble des analyses réalisées sont récapitulées dans le tableau ci-dessous :

Tableau V : Analyses effectuées sur la matière première et le savon (CO.G.B. LaBelle).

| Analyses | Humidité | Acidité | Indice de saponification | Point de fusion | Alcali | Sel | Poids |
|----------------------------------|--------------|---------|--------------------------|-----------------|------------------|----------------|-------|
| Mélange de matière grasse | Norme 1% | - | Norme 200-207 | + | - | - | - |
| Savon lisse | Norme 30-33% | - | - | - | Norme 0,08-0,18% | Norme 0,4-0,6% | - |
| SDM | Norme 21-23% | - | - | - | Norme 0,08-0,18% | Norme 0,4-0,6% | 400g |
| SDT | Norme 11-13% | - | - | - | Norme 0,04-0,08% | Norme 0,3-0,5% | 75g |

III. Essais de préparation d'un savon solide à base de l'huile d'olive et l'huile de nigelle

III.1 Choix des matières premières

Les matières premières utilisées pour la préparation du savon sont des huiles végétales : l'huile d'olive et l'huile de nigelle. Ces huiles ont été choisies pour leur richesse en acide gras essentiels, incontournables pour avoir une peau souple et jeune plus longtemps. Un des composants de l'huile d'olive est équivalent au sébum humain qui permet à notre épiderme de rester hydraté et de se protéger contre les agressions. Le savon à base d'huile d'olive a des actions naturelles adoucissantes et émollientes pour la peau, de même pour le savon à base d'huile de nigelle qui est utilisé afin de ralentir le processus de vieillissement de la peau, lutte contre les infections cutanées (eczéma, brulure ...) grâce à ses propriétés calmantes et nourrissantes (Tiesteur, 2012).

C'est pour ces raisons nous voulons préparer un savon à base du mélange de ces huiles afin de pouvoir réunir leurs effets bénéfiques sur la peau.

III.1.1. L'huile d'olive

L'extraction de l'huile d'olive a toujours été le principal objectif de la culture de l'olivier. Les méthodes d'extractions évolués mais le processus d'extraction d'huile d'olive reste toujours le même. Il inclut : le triage, le broyage et la séparation des phases liquides. (DJADOUN, 2012). L'huile utilisée est d'origine de M'cissna, Daira de Sedouk wilaya de Bejaia (cueillette des olives en 2014).

III.1.2. L'huile de Nigelle

Obtenue par pression à froid des graines de nigelle (*Nigella sativa* L.) en utilisant une presse à vis pour pousser les graines dans une cavité en forme de tonneau. La vis compresse les graines et l'huile sort par les ouvertures, **figure (12)**. Il s'agit d'une méthode naturelle d'extraction de l'huile qui ne fait pas appel à des composés chimiques tels que l'hexane. Le rendement d'extraction est de 37%.

Les graines de nigelle sont achetées au niveau du commerce, elles sont importées de l'Inde, date de récolte année 2013.



Figure 12 : Machine d'extraction de l'huile de nigelle(Photographie).

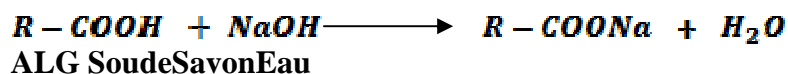
III.2. Analyse des matières premières

III.2.1. Acidité

C'est le pourcentage d'acides gras libres (AGL) exprimé conventionnellement selon la nature des corps gras, en acide oléique ou palmitique. Il nous renseigne sur le degré de la fraîcheur du corps gras(Lion, 1955).

- **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 :



- **Appareillage et réactifs**

Appareillage et verrerie

- Burette
- Balance électrique
- Plaque chauffante
- Bécher

Réactifs

- alcool (éthanol)
- phénophtaléine (1%)
- solution NaOH (0,25N)

- **Mode opératoire**

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

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

- **Expression des résultats**

$$\text{Indice d'acide} = \frac{V * N * M}{P_E * 10}$$

V : volume en mL de NaOH utilisé dans le titrage.

N : normalité de NaOH (0,25 N).

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

P_E : prise d'essai.

III.2.2. Humidité

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

- **Principe**

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

- **Appareillage**

- Etuve
- Creuset
- Balance analytique
- dessiccateur

- **Mode opératoire**

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

- **Expression des résultats**

$$H\% = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} * 100$$

M₁= masse de la prise d'essai avant chauffage

M₂= masse de la prise d'essai après chauffage

M₀= masse à vide de la capsule

III.2.3.L'indice de saponification (Lion, 1955)

C'est le nombre de milligramme de potasse (KOH) nécessaire pour transformer les acides gras libres, contenus dans un gramme de matière grasse.

- **Principe**

Le principe consiste à faire bouillir à reflux un échantillon contenant l'huile avec solution éthanoïque de KOH alcoolique pendant une heure et à titrer l'excès par une solution de HCl. Un essai est réalisé dans la même condition à blanc.

- **Appareillage et réactifs**

- **Appareillage Réactifs**

- Deux ballons
- Solution de KOH alcoolique (0,5N)
- Etuve
- Solution HCl
- Balance analytique
- Phénophtaléine
- Burette

- **Mode opératoire**

- Peser 2g d'huile, ajouter 25ml de KOH alcoolique (0,25 N)
- Chauffer le mélange pendant 1heur
- Ajouter quelque goutte de phénophtaléine et titrer avec HCl (0,5N)
- En parallèle préparer un blanc

- **Expression des résultats**

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

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

V_1 : volume de HCl pour l'échantillon

PE : prise d'essai

N_{HCl} : normalité d'HCl (5N)

E_q : équivalent gramme de KOH = 56,1g.

III.3. Préparation du savon

3 trois types de savon en été préparé :

- Savon à base d'huile d'olive
- Savon à base d'huile de Nigelle
- Savon à base du mélange huile d'olive/ huile de nigelle.

III.3.1. Préparation du savon solide par chauffage à reflux

- **Principe**

Une solution concentrée de soude est utilisée pour réaliser la saponification du corps gras, à cet effet, un chauffage à reflux est utilisé pour accélérer et permettre, une réaction chimique sans pertes de produits. Le savon solide est obtenu par réaction de saponification de triesters appelés triglycérides. L'action de l'hydroxyde de sodium concentré (soude) sur le triester conduit à un carboxylate de sodium constituant le savon et à du propan-1,2,3-triol (glycérol), voir la réaction présentée dans la **figure (13)**

Le savon obtenu, peu soluble dans l'eau salée, est ensuite relargué dans une solution concentrée de chlorure de sodium (**Bourdreux, 2002**).

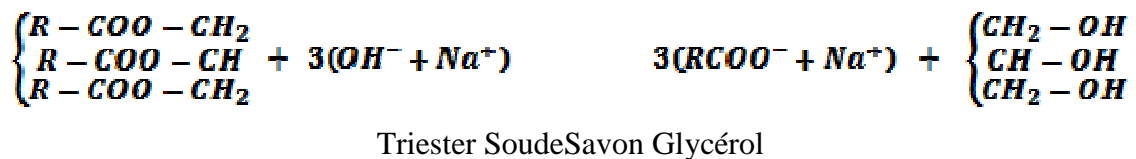


Figure 13: Réaction de saponification.

III.3.1.1. Réaction de saponification

- Dans un ballon de 250 mL, introduire, à l'aide d'éprouvettes graduées la solution de soude concentrée et l'huile, agiter le mélange.
 - Introduire quelques grains de pierre ponce
 - Adapter un réfrigérant à eau
 - Régler le thermostat à une température de 120 °C.
 - Placer le ballon dans un chauffe-ballon posé sur un support élévateur.
 - Chauffer à reflux le mélange réactionnel jusqu'à l'obtention d'une pâte savonneuse, **figure (14)**

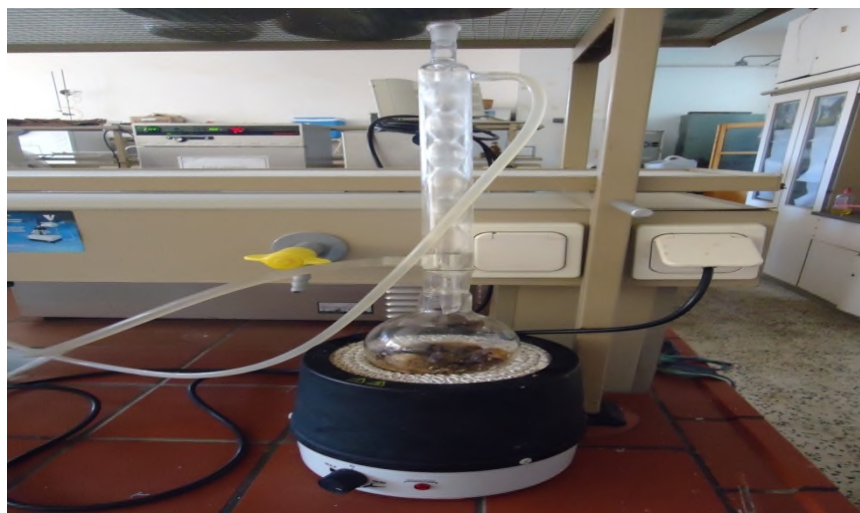


Figure 14 : Saponification par chauffage à reflux

III.3.1.2. Relargage

- A la fin du chauffage, verser lentement le contenu du ballon dans un bécher contenant une solution de chlorure de sodium saturée (20%)
- agiter délicatement et laisser reposer.
- Le relargage permet de faire précipiter le savon.

III.3.1.3. Filtration et lavage

- Filtrer le mélange obtenu sur büchner sous vide.
- Récupérer le savon (retentât) dans un bécher, le rincer avec de l'eau distillée.
- Filtrer le contenu du bécher et rincer une deuxième fois.

III.3.1.4. Séchage et moulage

- Recueillir le savon à l'aide d'une spatule dans un bécher, sécher dans un bain marie à l'aide d'une plaque chauffante à 80°C jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène plus au moins solide (ne pas s'arrêter de mélanger durant le séchage).
- Introduire le savon obtenu dans des moules afin de lui donner une forme.
- Démouler et laisser sécher à l'air libre au minimum 3 jours.

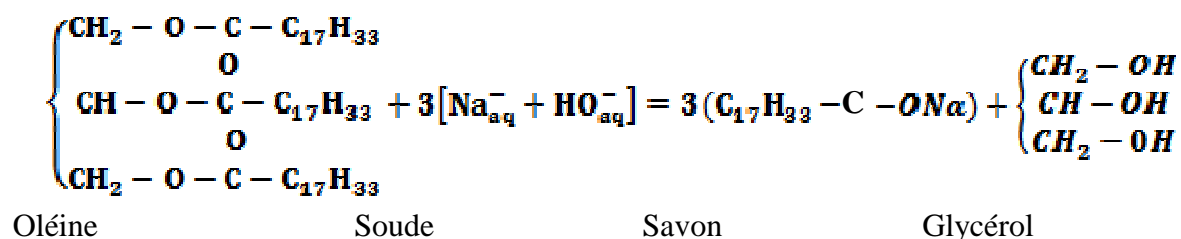
En se basant sur les valeurs des indices de saponification obtenus lors de l'analyse des matières grasses, nous avons déterminé les quantités de NaOH nécessaires pour les réactions de saponification de chaque type de l'huile ensuite pour le mélange.

Pour déterminer les paramètres et les conditions qui influencent sur le savon de mélange et les concentrations de soude adéquate pour la bonne saponification, nous avons d'abord essayé de préparer un savon pour chaque type d'huile.

III.3.2. Savon à base d'huile d'olive

- 04 types de savon à base d'huile d'olive (100%) sont préparés en utilisant le protocole décrit précédemment, la différence entre ces savons est la concentration de soude utilisée pour réaliser la saponification (50% ,40%,30% et 20%).

- Si l'on considère que l'huile d'olive n'est constituée que d'oléine (60 à 80%), qui est le triester issu de l'estérification du glycérol et de l'acide oléique $C_{17}H_{33}COOH$; lorsqu'on fait réagir de la soude concentrée avec l'oléine, on obtient du glycérol et de l'oléate de sodium (savon), solide blanc très peu soluble dans l'eau salée selon le schéma réactionnel suivant :



Oléine

Soude

Savon

Glycérol

Figure 15 : Réaction de saponification de l'oléine

III.3.3.Savon à base d'huile de nigelle

De même pour le savon à base de (100%) d'huile de Nigelle, 04 types sont préparés selon la concentration de NaOH (50% ,40%,30% et 20%).

Le triester majoritaire au niveau de l'huile de Nigelle est l'acide linoléique ($C_{18}:2$) issu de l'estérification du glycérol et de l'acide linoléique $C_{17}H_{30}COOH$; lorsqu'on fait réagir de la soude concentrée on obtient du glycérol et de linoléate de sodium (savon).

III.3.4. Savons à base du mélange huile d'olive/huile de nigelle.

La même méthode est appliquée pour préparer les savons du mélange (protocole décrit précédemment), les pourcentages en huiles et les concentrations en NaOH appliqués sont récapitulés dans le **tableau VI**.

Tableau VI : Préparation des savons des mélanges des deux huiles.

| Pourcentage des mélanges | Concentration de soude | |
|--------------------------|------------------------|-----|
| 80% HO - 20% HN | 50% | 30% |
| 80% HN - 20% HO | | |
| 60% HO - 40% HN | | |
| 60% HN - 40% HO | | |
| 50% HO - 50% HN | | |

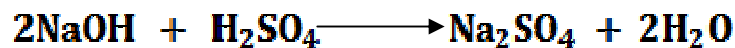
IV. Analyses effectués sur le produit fini

IV.1. Teneur en alcali

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

- **Principe**

La méthode de Détermination titrimétrique de l'alcalinité est basée sur la neutralisation du savon par un acide minéral (acide chloridrique ou acide sulfurique), en présence d'un indicateur coloré. Dissolution du savon dans l'éthanol neutralisé et titrage de l'alcali libre avec une solution éthanoïque d'acide sulfurique (H_2SO_4) (KONE, 2000).



- **Appareillage et réactifs**

Appareille : Réactifs :

- Burette - L'éthanol neutralisé
- Bécher - L'acide sulfurique 0.1N
- Résistance électrique
- Balance électronique

- **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**

$$\text{Teneur en alcali}\% = \frac{V * N * E_{qNaOH}}{10 * P_E}$$

V : volume de H_2SO_4 .

N : normalité H_2SO_4 .

E_q : équivalent grammes NaOH=40g.

P_E : prise d'essai=5g.

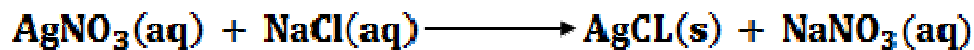
IV.2. Teneur en sel

C'est la mesure de la quantité de sel, qui est responsable de la corrosion et de la diminution du pouvoir détersif du savon (exprimé en pourcentage)

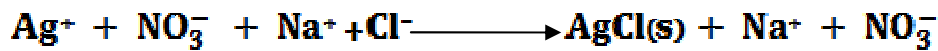
- **Principe**

La quantification de ces ions peut-être déterminée de 2 façons, soit par titrage ou gravimétrie en utilisant une solution de nitrate d'argent en se basant sur la quantité de chlorure d'argent précipitée (KONE, 2000).

La réaction globale de la précipitation du chlorure d'argent (AgCl) est donnée selon la réaction :



Cette réaction peut être mise sous forme ionique afin de distinguer les entités en solution.



Lors du titrage, afin de repérer la fin de la réaction de précipitation de AgCl, on introduit dans la solution des ions Chromate CrO_4^{2-} obtenus par ajout à la solution à titrer du sel de chromate de potassium (K_2CrO_4).

- **Appareillage et réactifs**

| Appareille | Réactifs |
|-------------------------|-----------------------------------|
| - Burette | -Eau distillé neutralisée |
| - Bécher | -Solution H_2SO_4 à 20% |
| - Résistance électrique | -Solution $AgNO_3$ 0.171N |
| - Balance électronique | -Solution $NaOH$ 0,25N |
| - Papier filtre | -Chromate de potassium K_2CrO_4 |

- **Mode opératoire**

- Peser 5g de savon dans erlenmeyer, ajouter 100ml d'eau.
- Dissoudre le savon dans l'eau, additionner quelques gouttes de H_2SO_4 à 20%
- Filtrer puis ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine et neutralise avec le $NaOH$ (0,25N)
- Ajouter quelques gouttes de chromate de potassium (K_2CrO_4) puis titre avec $AgNO_3^-$ (0,171N)

- **Expression des résultats**

$$\text{Teneur en sel}\% = \frac{V * N_{\text{AgNO}_3} * E_{\text{q NaCl}}}{10 * P_E}$$

V : volume AgNO_3

N : normalité AgNO_3

Eq : équivalent grammes $\text{NaCl} = 58,5\text{g}$

P_E : prise d'essai = 5g

IV. 3. Humidité

Même protocole décrit précédemment dans l'analyse des matières premières.

IV.4. Mesure du pH des savons

- Préparer une eau savonneuse à partir de 2g de savon râpé et 10 mL d'eau distillée.
- Mesurer le pH de l'eau savonneuse à l'aide d'un pH mètre.

IV.5. Mesure du pouvoir moussant des savons

- Introduire dans un tube à essais 1g de savon râpé.
- Ajouter 3mL d'eau distillée et agiter : de la mousse se forme.

Le stage réalisé au niveau de l'unité CO.G.B LaBelle est dans le but de maîtriser les étapes de fabrication du savon ainsi que les analyses effectuées et non pas d'analyser les savons produits par cette unité. C'est pour cette raison que nous n'avons pas inscrits les résultats de l'unité obtenus au cours de la réalisation du stage.

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

Les analyses effectuées sur l'huile d'olive et l'huile de nigelle ainsi que sur leurs mélanges sont : indice de saponification, indice d'acide et l'humidité.

I.1. Indice de saponification

D'après la **figure(16)**, l'indice de saponification de l'huile de nigelle est $207,33 \pm 3,51$ mg/g. L'étude réalisée sur les graines de nigelle par Orsi-Llinares (2005) a montré une valeur inférieure qui est de 203 ± 3 mg/g. Cependant les travaux réalisés par Cheikh Rouhouet al. (2007) ainsi que Ustun et al. (1990) ont obtenus des valeurs supérieures entre 212 et 230 mg/g. Cette différence peut être due à la méthode utilisée pour l'extraction de l'huile de nigelle, à l'origine et la durée de stockage des graines.

L'indice de saponification trouvé pour l'huile d'olive est 193 ± 3 mg/g, conforme aux valeurs fixées par codex standard 33-1981 qui varient entre 184 et 196 mg/g.

L'IS de l'huile de nigelle est supérieure à l'IS de l'huile d'olive, ce qui explique la richesse en d'acide gras de longues chaînes dans l'huile d'olive comparant à l'huile nigelle.

Les indices de saponification des mélanges des deux huiles sont inférieurs à l'IS de l'huile de nigelle et supérieurs à l'IS de l'huile d'olive.

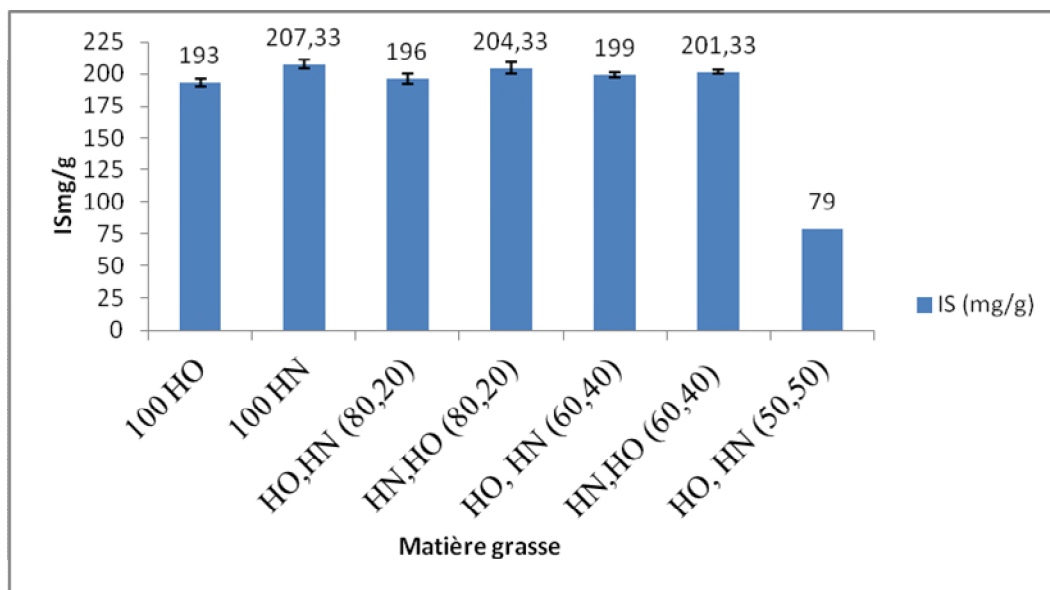


Figure 16: Indice de saponification de la matière grasse.

I.2. Acidité

L'acidité de l'huile de nigelle est de $4,93 \pm 0$ % et celle de l'huile d'olive est de $4,05 \pm 0,25$ %. Donc la teneur en acides gras libres de l'huile de nigelle est supérieure à celle de l'huile d'olive. Les valeurs obtenues pour les mélanges sont inférieures à celles de l'huile de nigelle et l'huile d'olive (**Figure 17**).

L'acidité de l'huile d'olive analysée est de $4,05 \pm 0,25$ % supérieure à la norme du Codex Stan 33-1981 qui indique que l'acidité maximale de l'huile d'olive vierge est de 3,3%, ceci permet de juger l'état de détérioration de l'huile d'olive analysée donc elle est impropre à la consommation.

Cependant les résultats obtenus sont conformes à la norme interne de l'unité CO.G.B. LaBelle portant sur l'acidité des matières grasses désignées à la fabrication du savon toilette, qui doit être comprise entre (5 et 10%).

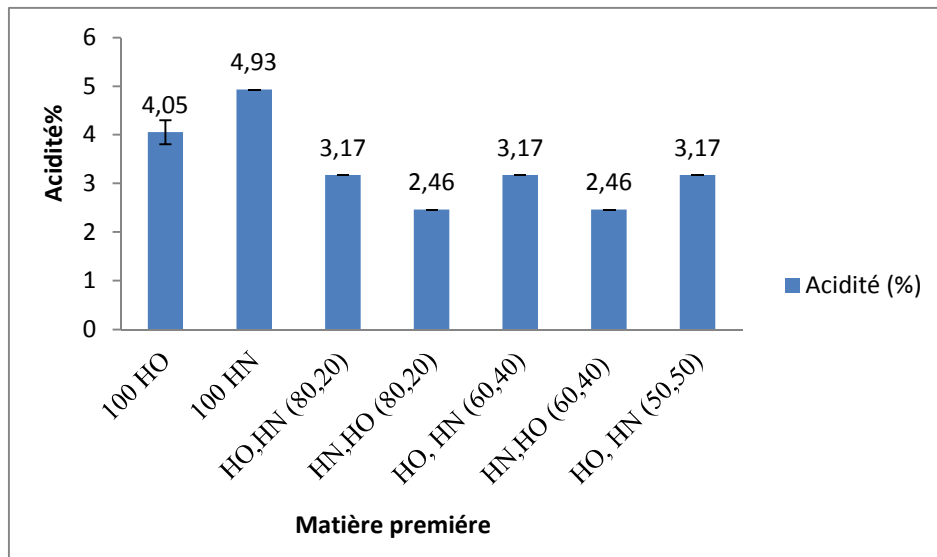


Figure 17: Acidité de la matière première

I.3. Humidité

Les pourcentages d'humidité des deux huiles étudiées sont supérieurs à 1%, (**Figure 17**) donc non conforme à la norme interne de CO.G.B. LaBelle, portant sur l'humidité des matières grasses conçues pour le savon toilette. Ceci peut être dû aux méthodes utilisées pour l'extraction de ces huiles, aux degrés de maturité des olives lors de la cueillette et au séchage des graines de nigelle. L'humidité élevée des huiles peut fausser la mesure de l'indice de saponification, c'est un facteur gênant durant la réaction de saponification. Donc ces deux huiles nécessitent un séchage avant la saponification. Cependant les pourcentages d'humidité des mélanges sont conformes.

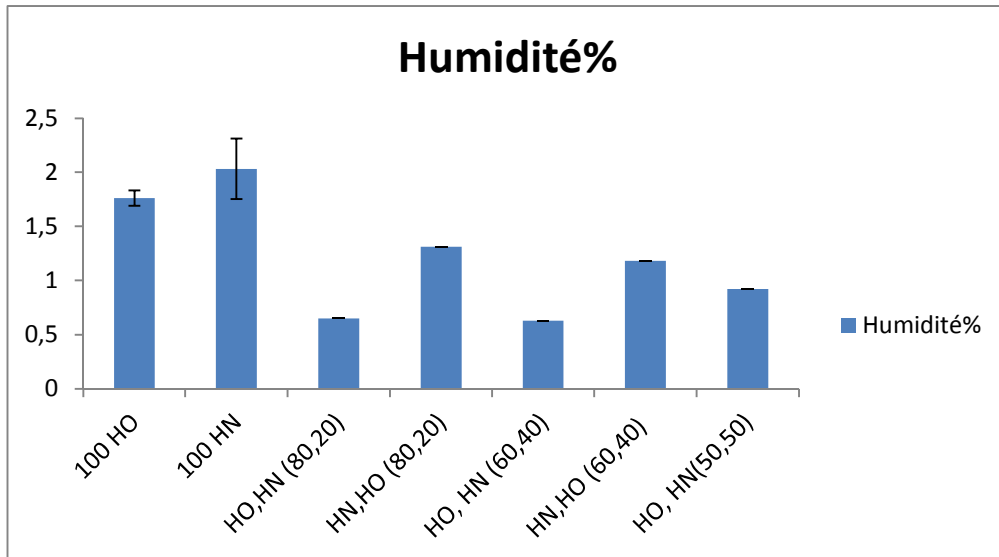


Figure 18 : Humidité de la matière première

II. Préparation du savon à base des huiles d’olive et de nigelle

II.1. Saponification

La saponification correspond à une hydrolyse basique sous l’action des ions hydroxydes en solution aqueuse sur un ester. Il ya formation d’un alcool (glycérol) et d’un carboxylate (savon).

La saponification est une réaction lente à froid mais qui est nettement accélérée grâce à une élévation de température ce qui fait qu’elle est assez rapide à chaud norme codex STAN 33-1981(9).

La réaction de saponification de l’huile de nigelle est plus rapide que celle de l’huile d’olive cela peut être lié à la richesse de l’huile d’olive par les insaponifiables comparant à l’huile de nigelle, ce qui ralentit la réaction de saponification.

Le savon obtenu est pâteux de couleur jaune pour l’huile d’olive et marron pour l’huile de nigelle, **figure (19)**.



a : Savon de HO

b : Savon de HN

Figure 19 : Aspect des savons à la fin de la réaction de saponification

II.2. Relargage

Le relargage permet de faire précipiter le savon et le séparer des eaux glycéreuses en utilisant une solution de chlorure de sodium saturée. Le savon est très peu soluble dans l'eau salée contrairement au glycérol et à la soude donc le savon flotte à la surface comme le montre la figure ci-dessous :



a : Savon de HO b : Savon de HN

Figure 20 : Séparation du savon durant l'étape de relargage.

II.3. Filtration et lavage

La filtration permet de récupérer le savon après sa séparation avec les eaux glycéreuses dans l'étape de relargage figure (20). Ensuite lavé en deux reprises afin d'éliminer la soude, le sel et le glycérol ainsi purifier le savon.



Figure 21 : Filtration du savon

II.4. Séchage et moulage

Après le lavage, le savon est séché sur une plaque chauffante 80°C (bain marie) afin d'éliminer le maximum d'humidité, jusqu'à obtention d'une pâte homogène qui durcit rapidement à température ambiante.

Enfin, le savon est versé dans des moules et laissé sécher à l'air libre pour permettre un meilleur durcissement figure (22)



a : Savon de l'huile d'olive **b** : Savon de l'huile de nigelle

Figure 22 : Savons obtenus après séchage et moulage

III. Effet de la concentration de soude sur les savons obtenus

Afin d'étudier l'influence de la concentration de soude sur les savons obtenus après la réaction de saponification et de choisir de la concentration la plus adéquate, quatre concentrations de NaOH ont été testées pour les deux types d'huiles (Tableaux VII et VIII)

III.1.Effet de la concentration de soude sur le savon à base d'huile d'olive

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau VII : Effet de la concentration de soude sur le savon à base d'huile d'olive.

| L'huile utilisée | Huile d'olive (IS 193 mg/g) | | | |
|---------------------------------|-----------------------------|----------|------|---------|
| | 50% | 40% | 30% | 20% |
| Concentration de la soude | 50% | 40% | 30% | 20% |
| Durée de saponification (120°C) | 1h15min | 2h15min | 3h | 6h30min |
| Rendement en savon | 75% | 75% | 90% | 30% |
| Dureté du savon | Trop dur | Trop Dur | Dur | Mou |
| pouvoir moussant | Moyen | Faible | Fort | Faible |

Le tableau VII montre que la durée de la réaction de saponification augmente en diminuant la concentration de soude, en effet à 20% de soude la réaction est lente, la durée est de 6h30min, alors qu'à 50% la réaction a duré 1h15min.

- Le rendement de la réaction de saponification est plus élevé en utilisant une concentration de soude à 30% et plus faible à 20%.
- La dureté des savons obtenus augmente en fonction de la concentration de soude, en effet à 50% et 40% le savon est trop dur à 20% il est trop mou.
- Le pouvoir moussant est meilleur au niveau du savon à 30% de soude.

D'après ces résultats la concentration de soude la plus adéquate pour la réaction de saponification de l'huile d'olive est de **30%**.

III.2.Effet de la concentration de soude sur le savon à base d'huile de nigelle

Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau ci-dessous:

Tableau VIII : Effet de la concentration de soude sur le savon à base d'huile de nigelle.

| L'huile utilisée | Huile de nigelle (IS 207mg/g) | | | |
|---------------------------|-------------------------------|-------|---------|--------|
| | 50% | 40% | 30% | 20% |
| Concentration de la soude | 50% | 40% | 30% | 20% |
| Durée de saponification | 1h | 2h | 2h45min | 6h |
| Rendement en savon | 91,66% | 91% | 73,33% | 36,66 |
| Dureté du savon | Dur | dur | Mou | Mou |
| pouvoir moussant | Fort | moyen | Faible | faible |

- Comme pour le savon à base d'huile d'olive, la durée de la réaction de saponification augmente en diminuant la concentration de soude.
- A 50% la durée de saponification est d'1h, à 40% et 30% est d'environ de 2h, à 20% la réaction est plus lente, sa durée est de 6h. La réaction de saponification de l'huile de nigelle est plus rapide en comparant à celle de l'huile d'olive cela peut être lié à la

richesse de l'huile d'olive aux insaponifiables comparant à l'huile de nigelle (Codex Alimentarius,1989).

- La dureté du savon augmente en fonction de la concentration de soude, en effet à 50% et 40% de soude le savon est dur alors qu'à 30% et 20% il est mou.
- Le pouvoir moussant est meilleur au niveau du savon préparé à 50% de soude.

D'après ces résultats et en comparant la texture des savons, la concentration de soude la plus adéquate pour la réaction de saponification de l'huile de nigelle est de **50%**. Donc nous utilisons des concentrations plus élevées comparant à l'huile d'olive (30%).

En plus de la concentration de soude utilisée pour la saponification, la dureté des savons est liée à la richesse des matières grasses en acides laurique, myristique, linoléique et ricinoléique. Dans une moindre proportion à l'acide oléique. C'est à dire les graisses qui contiennent ces acides gras sont celles qui font que le savon est plus dur.

Selon Pinatel et Artaud (2005) les acides gras majoritaires de l'huile d'olive sont l'acide oléique (72,2%), l'acide palmitique (11,9%) et l'acide linoléique (8,35%) , alors que l'huile de nigelle est plus riche en acides gras insaturés essentiellement l'acide linoléique (59,34%) et moins riche en acide oléique (23,58%) d'après les travaux réalisés par Al Jassir (1992). C'est pour ces raisons le savon de l'huile d'olive est plus dur que celui de l'huile de nigelle donc nécessite une concentration plus faible en NaOH.

III.3. Savons à base des mélanges huile d'olive/huile de nigelle

D'après les résultats obtenus sur les savons à base d'huile d'olive et de nigelle, les concentrations de soude les plus adéquates sont 50% et 30% respectivement. C'est pour cette raison nous avons utilisé uniquement ces concentrations pour préparer les savons des mélanges huile d'olive/ huile de nigelle. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le **(TableauIX)**.

Tableau IX : Effet de la concentration de soude sur les savons des mélanges

| Mélanges | Concentration NaOH | Aspect | Dureté | couleur | Odeur | Pouvoir moussant |
|------------------|--------------------|--------------|----------|--------------|-----------------|------------------|
| (80% HO, 20% HN) | 50% | lisse | dur | Jaune clair | Savon Marseille | bon |
| | 30% | moyen | mou | jaune | Savon Marseille | faible |
| (80% HN, 20% HO) | 50% | lisse | dur | Marron clair | nigelle | Très bon |
| | 30% | lisse | mou | Marron Clair | nigelle | faible |
| (60% HO, 40% HN) | 50% | lisse | dur | Beige | nigelle | Très bon |
| | 30% | Rugueux | dur | beige | nigelle | faible |
| (60HN, 40% HO) | 50% | Lisse | dur | Marron | Nigelle faible | bon |
| | 30% | Rugueux | mou | marron | Nigelle faible | faible |
| (50%HO,50%HN) | 50% | Non homogène | Trop mou | Marron foncé | nigelle | bon |
| (50% HO, 50%HN) | 30% | Non homogène | Trop mou | Marron foncé | nigelle | bon |

Les résultats du **Tableau IX** montre que les savons préparés en utilisant 50% de soude sont plus durs, ils ont un aspect meilleur et pouvoir moussant plus important comparant à ceux de 30%. Donc pour préparer des savons à partir des mélanges l'huile d'olive et l'huile de nigelle, il est préférable d'utiliser la concentration 50% de soude.

- Les savons obtenus à partir du mélange 50% HO, 50%HN sont trop mous pour les deux concentrations de soude.
- Au cours de la préparation des savons nous n'avons pas ajouté de colorants ou de parfums donc les savons ont acquiert la couleur et l'odeur de l'huile utilisée.
- La couleur des savons obtenus varie d'un mélange à un autre, ceux dont les pourcentages sont plus élevés en huile de nigelle leur couleur vire vers le marron et ceux de l'huile d'olive vire vers le jaune.
- Les savons des mélanges ont une odeur caractéristique de la nigelle, son intensité augmente en fonction des concentrations en huile de nigelle. C'est uniquement au niveau du mélange 80%HO, 20% HN que l'odeur caractérisant est proche de celle du savon Marseille à cause du pourcentage élevé en huile d'olive. L'odeur de la nigelle l'emporte sur celle de l'huile d'olive.

- La comparaison entre les savons préparés à partir des 05 mélanges et en utilisant la concentration de soude 50% montre que les savons des mélanges (80%HN,20%HO) et (60%H, 40%HN) sont les meilleurs.

IV. Résultats des analyses des savons

IV.1. Résultats du taux d'alcali

Les résultats du test de l'alcali effectué sur les savons à base de l'huile d'olive, l'huile de nigelle et à partir de leurs mélanges sont récapitulés dans les **Tableaux (X et XI)**

Les teneurs en alcalidans les savons à l'huile de nigelle sont 0,06% et 0,08%, ces valeurs sont conformes à la norme d'entreprise CO.G.B. LaBelle (0,04 à 0,08%).

Concernant les savons à l'huile d'olive,les résultats obtenus sont conformes sauf pour la concentration 20% de soude, la valeur obtenue est de 0,188%, elle dépasse la norme. Ceci peut être dûà la concentration de soude utilisée (20%) qui est insuffisante pour la saponification totale des acides gras ou bien à un mauvais lavage.

Les résultats des analyses des savons préparés à partir des mélanges montrent des valeurs supérieures à la norme qui est due au lavage. Donc pour préparer des savons conformes ça nécessite d'effectuer deux lavages, un seul lavage est insuffisant pour éliminer l'excès de soude. Un bon lavage permet d'obtenir des savons pas trop basiques donc à teneurs faibles en alcali comprises entre (0,04 et 0,08%) ce qui n'est pas nocif pour la peau.

Tableau X : Résultats des analyses des savons 100% huile d'olive et 100% huile de nigelle.

| Concentration de soude | Taux d'Alcali (%) | | |
|------------------------|---------------------|-------------|------------------|
| | Savon HO | Savon HN | Norme |
| 50% | 0,04±0,005 | 0,08±0 | (0,04-0,08%) |
| 40% | 0,052±0,005 | 0,06±0 | |
| 30% | 0,04±0 | 0,06±0 | |
| 20% | 0,188±0,0 39 | 0,06±0 | |
| Concentration de soude | Taux de sel (%) | | |
| | savon HO | savon HN | Norme de sel |
| 50% | 0,85±0,07 | 0,35±0,07 | (0,3-0,6%) |
| 40% | 1,15±0, 35 | 1,85±0, 35 | |
| 30% | 0,45±0,07 | 0,48±0,02 | |
| 20% | 1,10±0,14 | 0,15±0,07 | |
| Concentration de soude | Taux d'humidité (%) | | |
| | Savon HO | Savon HN | Norme d'humidité |
| 50% | 13,79±0,28 | 12,93±0,75 | (11-13%) |
| 40% | 14,58±1,26 | 11,43±0,05 | |
| 30% | 11,83±0,62 | 16,73±0,26 | |
| 20% | 22,64±2,79 | 17,51±0, 33 | |

IV.2.Taux de sel

Au cours de la préparation des savons nous avons constaté que le lavage a une grande importance pour obtenir des savons conformes en taux d'alcali et en taux de sel. Quand nous appliquons un seul lavage nous obtenons beaucoup de valeurs non conformes (taux de sel élevé) c'est pour cette raison nous avons augmenté le nombre de lavages (deux lavages au lieu d'un seul) .

IV.3.Humidité

Les résultats obtenus montrent des valeurs conformes et d'autres non conformes surtout pour les savons préparés à partir de 20% de soude. Le taux élevé d'humidité est due à la durée de séchage qui est insuffisante et à la concentration de soude utilisée. La quantité d'eau ajoutée augmente en diminuant la concentration de soude, donc ça nécessite un séchage plus long. Le savon qui a un taux d'humidité élevé (supérieur à 13%) n'est pas suffisamment dur, ce qui peut avoir un effet négatif sur les caractéristiques du savon et sur sa durée d'utilisation.

Tableau XI : Résultats des analyses des savons préparés à partir des mélanges HO/HN

| Savons des mélanges | Taux d'alcali (%) | |
|---------------------|---------------------|--------------|
| | NaOH à 50% | NaOH à 30% |
| 80% HO ,20% HN | 0,085±0,007 | 0 ,245±0,007 |
| 80%HN, 20% HO | 0,15±0,042 | 0,36±0,028 |
| 60% HN, 40% HO | 0,3±0,028 | 0,3±0,028 |
| 60%HO, 40% HN | 0,26±0,028 | 0,33±0,014 |
| Savonsdes mélanges | Taux de sel (%) | |
| | NaOH à 50% | NaOH à 30% |
| 80% HO,20% HN | 0,64±0,05 | 0,52±0,028 |
| 80%HN, 20% HO | 0,57±0,09 | 0 ,23±0,04 |
| 60%HN, 40% HO | 0 ,23±0,04 | 0,4±0 |
| 60%HO, 40% HN | 0,35±0,07 | 0,2±0 |
| Savons des mélanges | Taux d'humidité (%) | |
| | NaOH à 50% | NaOH à 30% |
| 80% HO, 20% HN | 11,05±0,07 | 12,9±4,38 |
| 80%HN, 20% HO | 10,83±0 | 10, 31±1,27 |
| 60%HN, 40% HO | 11,30±0,43 | 13,78±7,31 |
| 60%HO, 40% HN | 12,09±0,13 | 11 ,65±1,90 |

IV.4. pH des savons

Le pH de l'ensemble des savons préparés varie entre 5,52 et 5,85 donc ils sont acides. Le pH de la peau humaine est relativement acide et se situe entre 5,2 et 7 selon le type de peau : une peau normale a un pH d'environ 6,5 ; une peau sèche à un pH acide inférieur à 6,5 ; une peau grasse a un pH supérieur à 6,5. Les savons préparés sont acides, ils ne perturbent donc pas l'acidité de l'épiderme lors de la toilette. Il semble logique de croire que ces savons ne soient pas irritants pour la peau et préconisés particulièrement pour les gens possédant une peau sèche.

IV.5. Résultats des analyses des savons sélectionnés.

En se basant sur les caractéristiques et les analyses des différents savons préparés, nous avons choisis six savons, comme le montre le **tableau XII**.

La concentration de NaOH adéquate est de 50% sauf pour le savon à 100% huile d'olive, elle est de 30%. Les analyses des savons obtenus sont tous conformes car nous avons pris en considération les remarques soulevées précédemment, en effectuant deux lavages et un séchage prolongé.

Tableau XII : Résultats des analyses des savons sélectionnés

| Savons sélectionnés | Alcali (%) | Sel (%) | Humidité (%) | Concentration NaOH (%) |
|---------------------|-------------|-----------|--------------|------------------------|
| HO 100% | 0,43±0,015 | 0,46±0,15 | 11,96±1,81 | 30% |
| 100% HN | 0,05±0,01 | 0,46±0,15 | 12,20±0,92 | 50% |
| 80% HO, 20% HN | 0,076±0,005 | 0,45±0,07 | 12,46±1,52 | |
| 80% HN, 20% HO | 0,06±0,005 | 0,38±0,02 | 12,29±0,66 | |
| 60% HN, 40% HO | 0,068±0,01 | 0,33±0,04 | 12,80±0,17 | |
| 60% HO, 40% HN | 0,07±0,01 | 0,45±0,07 | 12,17±1,38 | |

Au cours de notre stage pratique effectué au niveau du complexe des corps gras de la wilaya de Bejaia CO.G.B. LaBelle, nous avons eu l'occasion de voir et de comprendre les différentes étapes de fabrication du savon ainsi que les analyses effectuées dans le laboratoire de la savonnerie. L'unité produit un savon conforme aux normes internes à l'entreprise, ceci peut témoigner d'une fabrication effectuée dans les meilleures conditions que ce soit du côté du processus ou des analyses physico-chimiques effectuées régulièrement au laboratoire.

Cette expérience nous a permis de développer une formule à l'échelle laboratoire qui consiste en la préparation de savons à base des huiles d'olive et de nigelle. Et de déterminer les paramètres définissant le meilleur savon en termes de qualité.

Pour y parvenir nous avons tout d'abord procédé à l'analyse des deux types d'huiles utilisés, essentiellement leurs indices de saponifications. Ensuite nous avons préparé à différentes concentrations de soude trois types de savons, à base de : 100% huile d'olive, 100% huile de nigelle et des combinaisons des deux. Les résultats obtenus montrent que :

- La durée de la réaction de saponification augmente en diminuant la concentration de soude.
- La concentration de soude la plus adéquate pour le cas de 100% huile de nigelle est de **50%**. Elle est plus élevée que celle de 100% huile d'olive qui est de **30%**. Pour le cas des mélanges, les savons préparés en utilisant 50% de soude sont plus durs, ils ont un aspect meilleur et un pouvoir moussant plus important comparant à ceux de 30%.
- Pour les savons des mélanges à 50% de soude, les combinaisons (**80%HN, 20%HO**) et (**60%H, 40%HN**) sont les meilleures.

Au cours de la réalisation fabrication laboratoire, parfois le savon obtenu n'est pas conforme en termes de taux d'alcali, taux de sel et humidité (excès). Ces anomalies peuvent être solutionnées en augmentant le nombre de lavages et en prolongeant le temps de séchage.

Ce travail nous a permis de trouver la meilleure formule ou plus ou moins la plus satisfaisante pour un meilleur savon à base du mélange d'huiles d'olive et de nigelle. Il constitue une base pour un mode opératoire de fabrication sur une installation de demi-grand (Réacteur) et réaliser une étude sommaire du coût du procédé.

A

Al-jassir S. (1992). Chemical composition and micro flora of black cumin (*nigella sativa* l.) seeds growing in Saudi Arabia. Food chemistry. 45: 239- 242.

Al-Waili N.(2003). Topical application of natural honey, beeswax and olive oil mixture for atopic dermatitis or psoriasis: partially controlled, single-blinded study. *Complementarytherapies in médecine, 11(4), 226-234.*

B

Benazzouz L. (2005). Etude des interactions protéines-poly phénols. Etude de cas : extrait de *Nigella sativa* L. avec la protéine Sérum Albumine Bovine. Thèse magistère en Biochimie-Biophysique Moléculaire, option : Techniques d'investigation Biophysique. Université Aberahmane Mira de Béjaia. 83p.

Bouhadjra k. (2012). Étude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse Université de Mouloud Mamreri, TiziOuazou.

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

Benlemlih M ; Ghanam j. (2013) poly phénols d'huile d'olive trésors sante

C

Sheikh-rouhou S ; besbes S ;hentatiB;bleckerC;deroanne C et Attia H.(2007):*Nigella sativa* L:chemical composition and phisiochemical characteristics of lipid fraction.Food chilistry,101:673-681.

Cheftel J .C et Cheftel H. (1977) : introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition. Tec&DOC. Lavoisier .ISBN :2-85206-827-3.PP :246-264 .

Cuvelier c.,cabaraux., Dufresne i., hornick j. et istasse l. (2004) .acides gras : nomenclature et sources alimentaires. Université de Liège B43, Sart-Tilman, 4000 Liège, Belgique.

D

Donkor G. (1986) : la fabrication de savon, aspect techniques, économiques, et sociaux édition : atol leuvensestraat5/1 3010 LeuvenBelgique

DegraysA. EtDelpla I. (2008).risques et bénéfices possibles des huiles essentielles .Edition. Atelier santé environnement-igs-ehesp.

Djadoun S. (2012) : influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-onde.



Elhajjaji H. (2007). Evolution des caractéristiques physico-chimiques, spectroscopiques et écotoxicologiques des effluents d'huileries d'olive au cours de traitement biologique et chimiques thèse. Ecole doctorale : sciences écologiques, vétérinaires, agronomiques et bioingénieries.



François, (1974). Les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisance et réglementation. Edition. Tec & Doc. PP :333-337.

Fabienne O.L. (2005). La nigelle une épice d'intérêt médicamenteux. Thèse. Université de Joseph Fourier faculté de pharmacie de Grenoble.



Ghedira K. (2006). La nigelle cultivée : *Nigella sativa L.* (Ranunculaceae). *Phytothérapie*, 4. PP : 1-7.

Graille. (2003). Lipides et corps gras alimentaire. Edition. Tec & Doc. Lavoisier. Paris.



Hammadi C. (2006). Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Département des sciences alimentaires et nutritionnelles. IAV Hassan II, Rabat.

Houlali I., Rabi S., Elbir M., Ider A ; Amhoud A., Moubarik A. et Mbarki M. (2014). Caractérisation chimique de l'huile d'olive dans la région Marocaine de Tadla Azilal (Chemical characterization of the Virgin olive oil in Tadla Azilal Moroccan area). *J. Mater. Environ. Sci.*, 5 (2). PP: 599- 604.



Jean-Pierre C. (2001). Performances des systèmes de traitement biologique aérobie des graisses Groupement de Lyon UR Qualité des eaux et prévention des pollutions.



KONE S. (2000) Fabrication de savons améliorés GATE Technical Information F5f



Lion P.H., (1955). Travaux pratiques de chimie organique. Ed Dunod. Paris.



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

Marie Hélène (2001). Démonstration fabrication d'un savon (texte de s. Delsarte? r. guillaume et p. fockedeey (ucl)

Marie moyen., Louise. Et van puyvéledé.(2009). Le savon

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

Mohtadji. etLambolliais. (1974). ?



Nickavar B., Mojaba F., Javidniad K. et Amolia M.A.R. (2003).Chemical composition of the fixed and volatile oils of *Nigella sativa* L. from Iran.Journal of biosciences. 58:9-10.



Ollivier D. (2003).Journal Agriculture and Food Chemistry.

Ollivier D.,Pinatel. et Artaud. (2005). Le nouvel ollivier n°44



Philippe Legrand. (2007). Les acide gras : structures, fonctions, apports nutritionnels conseille.Laboratoire de biochimie, Agro campus – INRA. Rennes. France.*Cah. Nutr. Diète., 42, Hors série1.*

Puyvelde. (2009).*Le savon.*



Roger François.(1974). Rappel des notions fondamentales. In les industries des corps gras. Edition. Paris. Lavoisier.



Sébastien B. (2010).Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive Entre Tradition et Innovation.Thèse. L'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse.

Saika K. (2000). Fabrication de savon améliorés .Thèse.



Tanout K., SerghiniSaidH., Abid M., Mihamou A., Khiar M., Hachem M. E., Bahetta Y. etElamrani A. (2011). *Isly virgin olive oil Triacylglycerol and fatty acideanalyses.* LES TECHNOLOGIES DE LABORATOIRE., 23 : 58-63.

Touitou Y. (2006). Biochimie : structure des graisse et des lipides.Univercité pierre et marie curie.

Testeur. (2012).Gommer pour débarrasser le corps de ses impuretés.



Ustun G., kent L., cekin N. et civelekoglu H.(1990).investigation of the technological prorerties of Nigella sativa(black cumin)seed oil.JAOCS.VOL,67(12),958-960.



Veillet S., TomaoV;Bornardi; Ruiz K.etChemat F. (2009). Chemical changes in virgin olive oils as a function of crushing systems: Stone mill and hammer crusher. *Comptes Rendus Chimie*, 12(8), 895-904.



Walrands. (2010).Nutrition clinique et métabolisme. PP: 6-24.



Zahoor A., Ghafoor A. et Aslam M. (2004).*Nigella sativa* - A potential commodity incrop diversification traditionnally used in healthcare. In « Introduction of medicinal herbs and spices as crops». Ministry of food, Agriculture and livestock, Pakistan.PP:5-31.

Sites internet :

<http://www.savons.org> (consulté le 05 mars 2014).

<http://www.savon-noir.fr>(consulté le 05 mars 2014).

<http://www.cosmetiques-dorient.com>

Résumé

Le stage effectué au niveau de l'entreprise CO.G.B LaBelle nous a été d'une grande utilité, car il nous a permis de découvrir le milieu professionnel, et de mettre en application des connaissances acquises au cours de notre formation et particulièrement de connaître les étapes technologiques nécessaires pour la fabrication de savons.

Le présent travail consiste à trouver la meilleure formule pour un savon à base du mélange d'huiles d'olive et de nigelle. Dans ce cadre nous avons procédé à l'analyse de ses derniers, ensuite à l'optimisation de la concentration de soude afin de garantir la qualité du produit fini.

Sur la base de plusieurs essais nous avons déterminé les concentrations respectives de soude adéquates pour préparer le savon à base d'huile d'olive, d'huile de nigelle et le mélange des deux. Ainsi que les proportions du mélange des deux huiles ayant données les meilleurs savons du point de vue alcalinité, taux de sel, taux d'humidité et pouvoir moussant.

Mots clés : huile d'olive, huile de nigelle, saponification, savon solide.

Abstrat

The internship at CO.G.B labelle company has been ot great benefit, because it allowed us to discover the profissional envirenment, and to implement the knowledge gained during our training and especially to know technological steps for the manufacture of soaps.

The present work is to find the best formula for soaps based of mixture olive oil and cumin oil.

In this context we analyzed his last, then to optimize the concentration of sodium hydroxid in order to assure the quality of the finished product.

On the basis of several tests we determined the adequate concentrations to prepare soap based on olive oil ; cumin oil and mixing the two. And the propotions ot the mixture of tow oils having the best soaps data alkalintly, salt level, moisture and foaming.

Keywords : olive oil, cumin oil, saponification, slide soap.