

REPUBLIC ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE ABDERAHMANE MIRA-BEJAIA
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES

Mémoire de Master
Présenté par :

MOKRANE NAOUAL
SADLI HANANE

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en génie des procédés

Option : science et technologie de médicament

Thème

***Valorisation du gypse dans le domaine para-
pharmacologie***

***Cas pratique : élaboration d'un savon
dermatologique***

Devant le jury composé de :

Président: M. KETRANE

Encadreur : M. A.AKDIM

Examinatrice : M^m. BOUCHAL

Année universitaire : 2016/2017

Remerciements

Nous remercions tous d'abord le bon dieu de nous avoir donné force, courage et patience afin d'accomplir cet humble travail.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements et notre profonde gratitude à notre promoteur Mr Akdim.A pour son aide, sa disponibilité et ses bons conseils. Soyez assuré de notre profonde et respectueuse gratitude.

Nos vifs remerciements vont également aux membres jury pour avoir accepté de juger notre travail :

Mr Katerane.R pour nous avoir fait l'honneur de présider le jury ;

M^m Bouchal pour l'honneur qu'il nous accordé pour avoir examiné ce travail ;

Nous n'oublions pas les techniciens du laboratoire de recherche pour leur assistance.

Que tous ceux que nous n'avant pas nommé, et qui de prêt ou de loin ont contribué à l'élaboration de ce travail, trouvent ici nos sentiments de profonde gratitude et de reconnaissance infinie.

Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail à tous ceux qui me sont chers,
et particulièrement ma très chère mère et mon très cher père
qui m'ont encouragé et soutenu en toutes circonstances.*

A mon mari bilou que j'aime beaucoup.

*A mes honorables frères yacine, samy et imad qui ont
toujours eu confiance en moi.*

A toute ma grande famille.

A ma binôme et amie hanane.

Naoual

Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail à tous ceux qui me sont chers,
et particulièrement ma très chère mère et mon très cher père
qui m'ont encouragé et soutenu en toutes circonstances.*

A toute ma grande famille.

A mes amies latifa et warda.

A ma binôme et amie naoual.

Hanane

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction..... 1

Chapitre I : Etude Bibliographique

Première partie : Généralité sur le gypse

I.1. Le gypse 2

 1.1.1. Définition 2

 1.1.2. Gypse naturelle 2

 1.1.3. Gypse de synthèse 3

I.2. L'anhydrite 4

 I.2.1. L'anhydrite soluble 4

 I.2.2. L'anhydrite insoluble 4

 I.2.3. L'anhydrite I..... 4

I.3. L'utilisation de l'anhydrite 5

I.4. Propriétés générales du gypse et de l'anhydrite 5

I.5. Formation de gypse 6

I.6. Caractéristique de gypse..... 7

 I.6.1. Pétrographie et minéralogie 7

 I.6.2. Caractéristique physico- chimique 8

I.7. L'extraction du gypse 9

 I.7.1. L'extraction en galeries souterraine..... 9

 I.7.2 L'extraction à ciel ouverte 9

I.8. Préparation du gypse avant utilisation 9

 I.8.1. le stockage 10

 I.8.2. concassage et criblage 10

I.9. Usages du gypse	10
I.9.1 Dans le domaine pharmaceutique.....	10
I.9.2. Dans le domaine médical	10
I.9.3. Dans le domaine d'industrie chimique	11
I.9.4. Dans le domaine d'agriculture et engrais.....	12
I.9.5. Dans le domaine d'industrie cimentière	13
I.9.6. Charge minérales	13
I.9.7. Dans le domaine d'industrie alimentaire	13
I.9.8. Dans le domaine de génie civil	14
I.9.9. Dans la fabrication des plâtres	14
I.9.10. Utilisation dans d'autres industries.....	15

Deuxième partie : Généralité sur les savons

I.1.Historique du savon	16
I.2.Définition du savon	17
I.3. Les détergents	17
I.4. Matières utilisées dans la fabrication d'un savon.....	18
I.5.types de savon.....	19
I.5.1. Suivant l'aspect ou la composition	19
I.5.2.Savon suivant la provenance géographique	20
I.5.3.Savon suivant l'usage	20
I.6.Les savons artisanaux en parapharmacie	21
I.6.1. Pharmacologie.....	21
I.6. 2.Parapharmacie.....	21
I.6.3. Savons artisanaux.....	22
I.7. Les savons dermatologiques	23
I.8. La réaction de saponification	23

I.9. Mécanisme de fabrication de savon	24
I.9.1.Le procédé à froid	24
I.9.2. Le procédé a semi- chaude	24
I.9.3.Le procédé a chaud	25
I.10.Usages d'un savon à base du gypse	25
I.10.1.Intérêt du soufre pour la peau	25
I.10.2.Intérêt de calcium pour la peau	26

Troisième partie : Généralité sur l'huile d'olive et l'huile de coco

I.1.Huile d'olive	28
I.1.1.Composition chimique	28
I.1.2.Caractéristique de l'huile d'olive	29
I.1.3.Effets dermatologiques de l'huile d'olive	29
I.2.Huile de coco	30
I.2.1.Composition chimique	30
I.2.2. Propriétés d'huile de coco	30
I.2.3.Effets thérapeutique	30

Chapitre II : Matériel et Méthodes

II.1.Choix des matières premières	32
II.1.1. Les corps gras	32
II.1.1.1. Huile d'olive	32
II.1.1.2. Huile de coco	33
II.1.2.hydroxyde de sodium	33
II.1.3. Eau Distillé	34
II.1.4.Gypse	34
II.2. Analyses effectue sur le gypse	34

II.2.1. Analyse granulométrique	34
II.2.2.Méthode spectrale	35
II.2.2.1.La spectrophotométrie infrarouge	35
II.2.2.2. Diffraction des rayons X	37
II.3. Analyses effectuées sur les huiles.....	38
II.3.1. Indice de saponification	38
II.3.2. Indice d'acide	39
II.3.3. Indice de peroxyde	40
II.3.4. Taux d'humidité	41
II.4. Préparation des savons solides	42
II.4.1. Principe de fabrication des savons solides par le procédé à froid .	42
II.5. Analyses effectués sur le produit fini	43
II.5.1. La teneur en alcali libre	43
II.5.2. Humidité	44
II.5.3 Indice de peroxyde	44
II.5.4. Evaluation de l'activité antiseptique des savons préparés.....	44

Chapitre III : résultats et discussion

III.1.résultats d'analyses effectuée sur le gypse	46
III.1.1. Analyses granulométriques	46
III.1.2. résultats obtenu par spectroscopie infrarouge.....	47
III.1.3. Résultats obtenu par la diffraction de rayon X.....	48
III.2. Résultats des analyses effectuées sur les huiles	50
III.2.1. Humidité.....	50
III.2.2. Indice d'acide.....	50
III.2.3. Indice de saponification.....	51

III.2.4. Indice de peroxyde.....	51
III.3. Types de savons solides préparés	51
III.4. Résultats des analyses effectuées sur les savons	52
III.4.1. Teneur en alcali libre (TA)	53
III.4.2. Taux d'humidité des savons	53
III.4.3. Indice de peroxyde	53
III.4.4. Evaluation de l'effet antiseptique des savons	53
Conclusion	55

Référence bibliographie

Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Propriétés du gypse et de l'anhydrite	5
Tableau I. 2: Caractéristique physico-chimique de l'huile d'olive	29
Tableau II. 3: Composition des savons	42
Tableau III. 4 : Les résultats de tamisage de gypse.....	46
Tableau III.5 : Tableau récapitulatif des analyses effectuées sur les huiles	50
Tableau III. 6 : Résultats des analyses effectuées sur les savons	52
Tableau III. 7: Le taux d'inhibition des quatre types du savon	54

Liste des figures

Figure I.1 : Roché du gypse	2
Figure I.2 : Morphologie du cristal de gypse	3
Figure I.3 : Evaporation d'eau de mer dans la nature	7
Figure I.4 : Différentes formes de cristaux de gypse.....	8
Figure I.5 : Carrière du gypse.....	9
Figure I. 6 : Le savon	17
Figure I.7 : Savon artisanal	22
Figure I.8 : Image de l'arbre et fruit d'huile d'olive.....	28
Figure II.9 : Huile d'olive	32
Figure II.10 : Huile de coco	33
Figure II.11 : Hydroxyde de sodium	33
Figure II. 12 : poudre du gypse.....	34
Figure III. 13 : Représentation graphique de la distribution granulométrique.....	46
Figure III. 14 : Spectre d'analyse par IR	48
Figure III.15 : Spectre d'analyse par diffraction des rayons X	49
Figure III. 16 : Les types des savons préparés.....	52

Liste des abréviations

A G:	acide gars
C⁰ :	degré Celsius
C :	concentration molaire
CaCO₃ :	Carbonates de calcium
CaSO₄·2H₂O :	sulfate de calcium di hydraté
CaSO₄ :	L'anhydrite
CaS :	sulfure de calcium
cm:	centimètre
d:	diamètre
DH :	di hydrate
Dm³ :	décimètre cube
DRX :	Diffraction des rayons X
F AQ:	food and agriculture organization
g:	gramme
H₂S :	l'hydrogène sulfuré
HCl :	acide chlorhydrique
H₂SO₄ :	acide sulfurique
IR :	infrarouge
K OH :	hydroxyde de potassium
KBr :	bromure de potassium
Kg :	kilogramme

méq :	milliéquivalents
min :	minute
mm:	millimètre
mg:	milligramme
ml:	millilitre
M_t	masse total
N :	normalité
Na Cl :	chlorure de potassium
Na OH:	hydroxyde de sodium
Na₂S₂O₃:	thiosulfate de sodium
O₂:	oxygène
réf :	refus
SH:	semi-hydrates
So₂:	l'anhydride sulfureuse
TiO₂ :	l'oxyde de titane
V :	volume
% :	pourcentage
µm :	micromètre

Introduction
Générale

Le gypse est l'une des matières premières les plus utilisées, il joue le rôle de charge dans les produits pharmaceutiques (comprimés...). Il est également présent dans les cosmétiques, les savons les dentifrices et autres pâtes.

Le savon est un tensioactif, ses molécules accrochent la graisse et l'eau. Le film protecteur de la peau est constitué de graisse sur laquelle la saleté s'accroche. Les molécules de savon évacuent dans l'eau ces graisses ainsi que les saletés qu'elles transportent. C'est pourquoi il est important de reconstituer le film hydrolipidique de la peau après le lavage.

Nous allons essayer au cours de cette étude d'analyser le gypse de Boudjellil pour identifier les principaux éléments composant ce gypse et mettre au point quatre types de savon en utilisant des différents pourcentages de gypse puis nous allons déterminer les propriétés physico-chimiques des savons préparés et essayer de valoriser leur effet antiseptique.

Le mémoire est constitué de trois parties principales :

Une première partie, consacrée à une revue bibliographique, visant à connaître les différentes théories de formation du gypse, son exploitation et son utilisation dans le domaine pharmaceutique ainsi que la présentation des caractéristiques générales du gypse, et une généralité sur le savon, d'une description de deux huiles végétales utilisées dans la préparation des savons, de leur composition chimique, de leurs propriétés ainsi que leurs effets divers.

La deuxième partie décrit le matériel et méthodes physico-chimiques et biologique utilisées dans le cadre de cette étude.

La dernière partie contient les principaux résultats obtenus accompagnés de leur discussion. Enfin, une conclusion générale permet de résumer les principaux résultats obtenus, avec les références bibliographiques.

*Chapitre I : étude
bibliographique*

Première Partie : Généralités sur le gypse

Le gypse et l'anhydrite d'origine sédimentaire sont des roches salines de la famille des évaporites. Ils se forment également en milieu hydrothermal, ou comme produits d'oxydation de sulfures.

I.1. Le gypse

I.1.1. Définition

Le gypse est une espèce minérale composée de sulfate di hydraté de calcium de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Le mot gypse désigne ainsi à la fois un corps chimique composé minéral naturel et une roche évaporite majeure [1].



Figure I.1 : Roché du gypse.

I.1.2. Gypse naturel

C'est un cristal assez fragile dont la taille varie du grain microscopique au géant de plus de 20 cm. Le phénocrystal de gypse est d'ailleurs une splendeur de par sa transparence, qui se retrouve en partie dans ses formes « rocheuses », tout particulièrement la sélénite (pierre de lune), belle pierre incolore d'aspect mystérieux, un peu perlé. Autre gypse prestigieux et poétique : la rose des sables, formée dans des eaux très minéralisées dans des conditions particulières d'évaporation et de tarissement. Le gypse est une roche blanche, d'aspect mat, finement cristallin tendre rayable à l'ongle, de densité 2,3. Quelques traces jaune de soufre peuvent apparaître. Constitué en majeure partie de sulfate de calcium hydraté et cristallisé, il masque généralement en surface, l'anhydrite. Plus dure et plus dense [1].

De couleur blanche, parfois jaunâtre à rougeâtre, gris, finement lité ou en feuillets transparents, il existe environ soixante-dix différentes formes cristallines les plus courantes sont : les plaquettes, les prismes, les aiguilles, les lenticulaires, les

macles, en agrégats fibreux, gypse saccharoïde à grains fins, pierre réputée pour ses qualités en sculpture, gypse fibreux, gypse « rose des sables ». lorsqu'il est compact à grain blanc et finement cristallisé, il prend le nom d'albâtre (gypse blanc pur) [1].

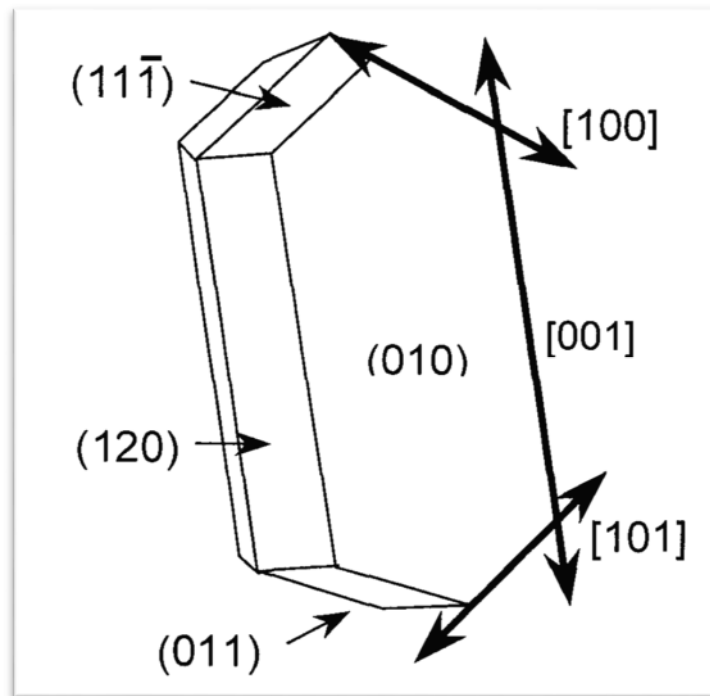


Figure I. 2 : Morphologie du cristal de gypse.

I.1.3. Gypse de synthèse

Le gypse de synthèse est le produit d'une réaction chimique industrielle. Les Principales sources de gypse chimique sont [2] :

- la fabrication de l'acide phosphorique (phosphogypse) par attaque sulfurique du phosphate naturel.
- la fabrication d'autres acides minéraux (acide borique : borogypse, acide fluorhydrique : fluorogypse) ou organiques : organo-gypses (acide citrique, tartrique, etc....). La fabrication de l'oxyde de titane (TiO_2) conduit également à Une production de gypse appelé titanogypse.
- la désulfuration des gaz et des fumées : l'oxydation de l'anhydride sulfureux SO_2 (Énanhydride sulfurique) puis sa réaction avec de la chaux, produit un gypse appelé désulfogypse.

Pour des raisons techniques et économiques, la production de gypse de synthèse

Est limitée. En effet, l'élimination des impuretés produites au cours de ce type de réaction nécessite des traitements chimiques coûteux [2].

I.2. L'anhydrite

L'anhydrite naturelle de formule chimique CaSO_4 se rencontre dans les Formations gypseuses et salifères, ou dans certains gîtes métallifères. On considère qu'elle s'est formée, comme le gypse, par évaporation de l'eau de mer, mais elle peut également résulter d'une déshydratation lente du gypse sous l'effet d'une pression importante lors de plissements géologiques [3].

I.2.1. L'anhydrite soluble

C'est l'étape intermédiaire entre les semi hydratés et l'anhydrite II, il diffère par une teneur très faible en eau de constitution (entre 0,06 et 0,11).

Cet anhydrite est très avide à l'eau ce qui justifie sa grande importance dans le plâtre, car selon l'effet désiré une forte proportion en anhydrite III catalyse l'hydratation de ce dernier et inversement [4].

I.2.2. L'anhydrite insoluble

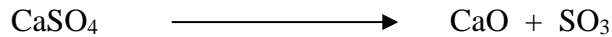
C'est une phase définie du point de vue cristallographie (système orthorhombique) et thermodynamique, il est obtenu industriellement par cuisson du gypse à des températures allant de 300°C à 700°C et est nommé surcuit.

Selon la température de cuisson le produit obtenu sera plus ou moins réactif avec l'eau, la cinétique d'hydratation étant très lente pour un surcuit obtenu au-delà de 700°C, cette forme existe dans la nature sous la même forme cristalline c'est l'anhydrite naturelle et celle obtenu à partir de la cuisson réagissent identiquement au gâchage seule diffère leur vitesse d'hydratation en raison de leur état de surface et de leur porosité [1].

I.2.3. L'anhydrite I

L'anhydrite α s'obtient par cuisson aux environs de 1200°C, cette variété existe réellement comme phase définie mais rarement pure, elle est toujours

contaminées par de l'oxyde de calcium, conséquence d'un début de dissociation thermique de CaSO_4 , en effet, l'anhydrite se décompose à température très élevées selon la réaction suivante:



Cette réaction est très sensible en présence de matières étrangères (silice, alumine, oxydes de fer, argiles, carbone, etc....), lesquelles abaissent la température de dissociation, l'anhydrite I n'a jamais pu être observée à température ambiante car au cours du refroidissement il se transforme en anhydrite II [4].

I.3. L'utilisation de l'anhydrite

Les utilisations de l'anhydrite sont limitées : modificateur du sol, retardant du ciment portland, auparavant l'anhydrite était utilisée comme source de soufre pour la production d'acide sulfurique, l'anhydrite naturelle, ou l'artificielle sous-produit de divers processus industriels, est ajouté au plâtre afin de modifier certaines de ses caractéristiques, et peut être utilisée pour réaliser des chapes dans les bâtiments, dites « chapes anhydres » ou « chapes d'anhydrite », elles sont de plus en plus utilisées de part leur coût assez faible, leur bonne compatibilité avec les systèmes de planchers chauffants modernes leur grande rapidité de prise, et leur fluidité qui permet une grande précision, par contre elles gardent les propriétés hydrophiles du matériau de départ, l'anhydrite finement broyée s'hydrate rapidement en donnant un matériau particulièrement résistant, d'où son utilisation en projection comme matériau de confortement dans les mines [1].

I.4. Propriétés générales du gypse et de l'anhydrite

Les différentes propriétés du gypse et de l'anhydrite sont représentées dans le tableau suivant:

Tableau I.1 : Propriétés du gypse et de l'anhydrite [1].

Propriétés	Gypse	Anhydrite
Formule brute	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	CaSO_4

Masse moléculaire	172,17 g/mol	136 g/mol
Couleur	Incolore, blanc, jaunâtre, de gris à noir, de marron à brun, de rose à rouge foncé.	De blanc à gris un peu translucide
Système cristallin	Monoclinique	Monoclinique
Clivage	Parfait à {010}, net à {100} et {011}	Parfait à {010} et {100}, bon à {001}
Fracture	Conchoïdale, parfois fibreuse	Conchoïdale à irrégulière
Eclat	Vitreux à soyeux, nacré	Vitreux à nacré
Indice de référence	1,522	$\alpha = 1,569-1,573$ $\beta = 1,574-1,579$ $\gamma = 1,609-1,618$
Polychroïsme	aucun	aucun
Solubilité	ne réagit pas à l'acide	ne réagit pas à l'acide
Magnétisme	Aucun	Aucun
Radioactivité	Aucun	Aucun

I.5. Formation du gypse

Il est connu de tous que l'eau de mer est riche en sel ou chlorure de sodium ($\text{Na}^+ + \text{Cl}^-$). Mais si l'on regarde attentivement les étiquettes des eaux minérales, on peut lire que bon nombre d'autres éléments sont présents dans les eaux minérales. Fortiori, l'eau de mer est également riche en cations : sodium Na^+ , calcium, Ca^{+2} , potassium K^+ , ainsi qu'en anions, principalement en chlorure Cl^- , carbonates CO_3^{2-} et HCO_3^- et sulfates SO_4^{-2} [5].

Lorsque l'eau de mer s'évapore, ces éléments chimiques restent dans l'eau liquide qui voit ainsi les concentrations en ions fortement augmenter. Lorsque les seuils de solubilité sont atteints, l'eau ne peut plus supporter la quantité d'ions qu'elle renferme et certains ions commencent à précipiter et à se déposer sur le fond : c'est le principe même de récupération du sel de mer dans les salins.

Ainsi, dans les lagunes ou dans les bassins dans lesquels l'eau de mer vient se déverser de temps à autre, il va y avoir évaporation de cette eau de mer, ce qui va conduire au dépôt et à la cristallisation de couches appelées évaporites.

En fonction du taux de solubilité de chaque minéral, les premiers composés à cristalliser et à se déposer sont les carbonates de calcium CaCO_3 , puis l'évaporation se poursuivant, il y a dépôt de gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, puis de sel ou halite NaCl et enfin de chlorure de potassium [5].

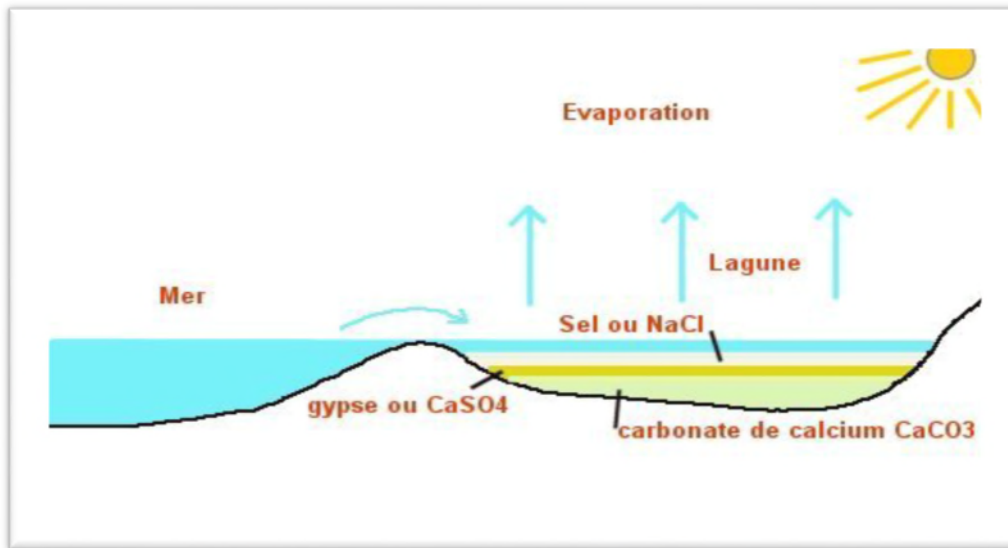


Figure I.3 : Evaporation d'eau de mer dans la nature.

I.6. Caractéristiques de gypse

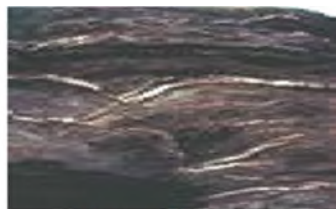
I.6.1. Pétrographie et Minéralogie

Le gypse est un minéral tendre (niveau 2 dans l'échelle de Mohs), plus ou moins translucide, de couleur blanc beige à gris ou rosé, cristallisant dans le système monoclinique, souvent maclé (gypse fer de lance).

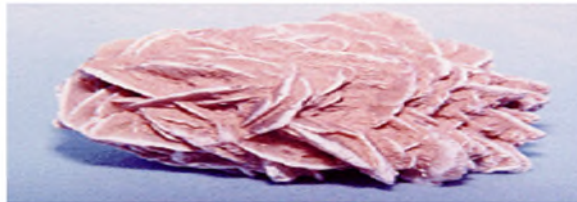
Les autres dénominations ou formes du gypse en tant que minéral sont comme suite :

- L'albâtre, variété de gypse pur très finement cristallisé, blanc et translucide, utilisé pour la sculpture d'objets décoratifs (statues, vases, bougeoirs.....).
- La sélénite (de grec selene-lune) désignant un gypse en cristaux transparents, bien formé, pouvant atteindre mètres de développement.
- Le gypse saccharoïde (du grec saccharose, sucre) en masses granulaires pulvérulentes.

- Le gypse fibreux, en couches à fibres parallèles, ou en concrétion à fibres courbées.
- La rose des sables, gypse en cristaux lenticulaires à inclusions sableuses, disposés en macles de forme radiée [6].



Gypse fibreux



Rose de sable



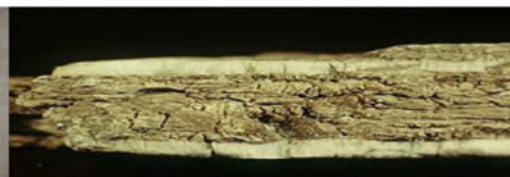
Gypse pied d'alouette



Gypse saccharoïde



Gypse « fer de lance »



L'anhydrite

Figure I. 4 : Différentes formes de cristaux de gypse.

I.6.2. Caractéristiques physico- chimiques

- **Couleur** : blanche,
- **Formule chimique** : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- **Masse volumique** : $2,31 \text{ Kg/dm}^3$,
- **Système cristallin** : monoclinique,
- **Solubilité** (en gramme de sulfate de calcium par kilogramme d'eau) :
A 3°C : 1,81.
A 20°C : 2,04.
A 38°C : 2,1(solubilité maximale).
A 100°C : 1,69.

La solubilité du gypse est sensiblement plus forte dans l'eau salée (eau de mer par exemple).

✓ **Dureté** (échelle de MOHS) est de 1,2 à 2 suivant l'orientation de la face cristalline [7].

I.7. L'extraction du gypse

L'extraction se pratique généralement en carrière, soit souterraine, soit à ciel ouvert.

I.7.1. L'extraction en galeries souterraine

Cette extraction se pratique lorsque l'épaisseur de terre de recouvrement est importante (>5fois épaisseur de gypse) ou que la couche de gypse se trouve sous un site classé ou protégé, l'extraction se fait en galeries souterraines par la méthode des chambres piliers abandonnés [4].

I.7.2.L'extraction a ciel ouverte

Ce mode d'exploitation permet l'enlèvement total de la masse de gypse (le contraire de la première extraction ou l'enlèvement est partiel), mais présent des inconvénients en période d'intempéries (difficultés d'accès, humidification de gypse) [7].



Figure I.5 : Carrière du gypse.

I.8. Préparation du gypse

Une fois le gypse est transporté à l'unité de production, il est souvent stocké sous plusieurs formes à des buts bien déterminés :

I.8.1. Le stockage

Le gypse est stocké de façon à ce que la matière première ne fasse jamais défaut quand la carrière ne fournit pas de gypse et dans le but d'homogénéisation (peu de variation dans la composition chimique par exemple).

Le gypse peut être stocké tel qu'il est extrait comme il peut subir un pré concassage il existe différents type d'organisation de stockage, depuis le simple silo jusqu' au parc d'homogénéisation.

L'un des systèmes le plus utilisé est le dépôt du gypse concassé sur une aire rectangulaire, comme il y'a le stockage sur une aire circulaire [4].

I.8.2. Concassage et Criblage

Le concassage a pour but de réduire le gypse extrait de la carrière en produit plus fin. Il existe de nombreux type de concasseurs, il est donc nécessaire de connaitre les caractéristique des matériaux à traiter avant de choisir le type de concasseur. Pour ne pas surcharger l'appareil, et pour trier les éléments qui sont déjà suffisamment fins, certaine concasseurs peuvent être accompagnés d'un crible [4].

I.9. Usages du gypse**I.9.1. Domaine pharmaceutique**

Le sulfate de calcium joue le rôle de charges dans les produits pharmaceutiques (comprimés, excipient inerte). Il est également présent dans les cosmétiques, dentifrices et autres pâtes [8].

I.9.2. Domaine médical

- **Plâtre médical**

Le plâtre médical est un plâtre issu du gypse naturel mais qui possède des propriétés bien précises pour permettre de l'utiliser dans le domaine médical comme substituts osseux, ou comme plâtre dentaire ou après l'association de plâtre avec le gaz en formant des bandes plâtrée pour l'immobilisation, et chacun de ces trois domaines préfèrent des propriétés plus ou moins différentes de l'autre.

- **Les types de plâtre médical**
- ✓ **Le plâtre pour empreinte (tendre)** : ce type de plâtre utilise pour la coulée d'empreintes d'étude ou d'alcades antagonistes mais reste mieux indiqué pour les montages en articulateur.
- ✓ **Plâtre dentaire** : est fabriqué en réduisant le gypse en fine poudre et en le chauffant à l'air libre (c'est un chauffage rapide et direct) la poudre résultante est constituée de particules irrégulières et d'agrégats poreux
- ✓ **L'immobilisation orthopédique des osseuses** : il s'agit de faire une réduction de la fracture par manœuvre externe et d'immobiliser le membre dans le plâtre (botte plâtrée), l'avantage théorique est de ne pas ouvrir les foyers de fracture (pas de risque d'infection).
- ✓ **La bande plâtrée** : est un pansement rigide fait de compresses enduites de plâtre, ces bandes sont moulées puis appliquées de façon à prendre la forme de la région anatomique, pour maintenir, les fragments osseux dans leurs rapports normaux jusqu'à la formation d'une cale osseuse solide.

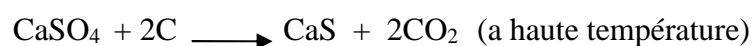
La fonction de la bande plâtrée est d'immobiliser et de maintenir les fragments osseux en place, une immobilisation totale du membre est nécessaire jusqu'à ce que le plâtre soit durci, ce qui prend au moins d'une heure.

I.9.3. Domaine d'industrie chimique

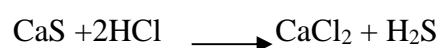
Le sulfate de calcium peut être utilisé comme matières premières pour la fabrication de nombreux produits chimiques d'application industrielle [4].

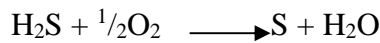
- **Fabrication de sulfure de calcium et de soufre**

Le sulfure de calcium CaS s'obtient par réduction de sulfate de calcium à haute température [4] :



L'attaque de CaS par acide chlorhydrique forme de l'hydrogène sulfuré H₂S, qui peut ensuite être transformé en soufre par oxydation à l'air ou par grillage.





- **Acide sulfurique**

Plusieurs usines dans le monde emploient l'anhydride naturel pour obtenir de l'acide sulfurique H_2SO_4 , mais cette opération n'est rentable que si elle est combinée à d'autre réaction chimique permettant d'obtenir d'autres produits[4].

- **Sulfate d'ammonium**

Le sulfate d'ammonium est habituellement préparé par neutralisation directe de l'ammoniaque par l'acide sulfurique, le gypse peut servir de produits de substitution quand les matières sulfurées ne sont pas disponibles[4] :

Carbonate d'ammonium + gypse \longrightarrow sulfate d'ammonium + carbonate de calcium

I.9.4. Domaine d'agriculture et engrais

Les épandages de gypse broyé sur terrain agricole peuvent présenter plusieurs avantages sur le plan organique.

En effet le gypse apporte une correction des sols salins ou alcalins se trouvant en région arides ou semi-arides et en bordure de mer, le chlorure de sodium ayant une action inhibitrice asphyxiante sur la croissance des plantes et créant des sols durs et grossiers par défloculation des argiles, le gypse en solution permet un remplacement des cations Na^{++} par Ca^{++} , ce qui fait flocculer les argiles et rend le sol plus aéré et léger. Par ailleurs l'alcalinité est réduite et la teneur en calcium assimilable augmente [9].

Sur sols acides, le gypse semble neutraliser l'acide en libérant Ca^{++} , tandis que SO_4^- serait absorbé par les plantes.

Les amendements sulfates ont également une action bénéfique pour certaines cultures, comme les légumineuses, la vigne, le tabac, ou ils diminuent les carences en soufre. Le gypse entre dans la composition des engrais aux super phosphates, et il permet de conserver la teneur en azote des fumures organiques en éliminant les bactéries dénitrifiantes [9].

I.9.5. Domaine d'industrie cimentière

Le principal constituant entrant dans la fabrication des ciments est le clinker, obtenu par cuisson de mélange de clinker et d'argile dans des fours industriels à des températures élevées, de l'ordre de 1500C⁰ [9].

Les sulfates de calcium mélangés au clinker ont une action retardatrice sur la prise du ciment et augmentent sa résistance, dans la limite d'une teneur minimale de 2% [9].

Les ciments portland actuels sont constitués de clinker finement broyés, additionnés de 3% à 6 % de gypse destiné à régulariser la prise. On explique l'action de gypse par la propriété de former, par dissolution puis précipitation, une fine couche protectrice autour de grains de clinker [9].

I.9.6. charge minérale

Le caractère neutre et inerte du gypse, sa faible abrasivité, sa facilité à être finement broyé ainsi que sa blancheur qui peut être élevée, en font un bon produit de charge dans les secteurs industriels suivants [9] :

- plastiques.
- peintures et colles, pâtes à modeler.
- papiers, tissus.
- verrerie.
- insecticides en poudre.
- pharmacie

I.9.7. Domaine d'industrie alimentaire

Le gypse est toujours utilisé et depuis fort longtemps pour la purification des eaux de brasserie (Burtonizing), il a été aussi longtemps employé en France pour réduire la teneur en tartre et contrôler la clarté des vins (plâtrage du vin). Aujourd'hui, le gypse broyé est également utilisé dans la préparation de nourritures pour le bétail, il combat le manque de soufre et évite l'utilisation de matières azotées (telle l'urée) pour améliorer les fourrages de mauvaise qualité [4].

I.9.8. Domaine de génie civil

Depuis plusieurs années, des études se poursuivent en France sur les utilisations possibles des phosphogypses dans le génie civil c'est ainsi qu'ont été mises au point des techniques d'utilisation du phosphogypse en assises de chaussées sous forme de grave –laitier de cendres volantes ou de grave –ciment activées par un mélange de phosphogypse et de soude, des travaux se poursuivent également en vue d'utiliser le phosphogypse en terrassement (accotements de chaussées, couches de forme) [4].

I.9.9. fabrication des plâtres

Dans le principe, la fabrication du plâtre peut apparaître comme une opération relativement simple.

Cependant dans la réalité les processus sont complexes et phénomènes physico-chimiques sont difficiles à maîtriser. Ils sont liés aux impuretés contenues dans le gypse en faibles quantités, mais qui influent sur les transformations cristallines au cours de la cuisson et de la mise en œuvre, et donc sur les propriétés des produits obtenus.

Le gypse est un sulfate de calcium hydraté à deux molécules d'eau, ou dihydrate (DH) donnant par décomposition thermique à la cuisson une série de produits partiellement hydratés ou anhydres, qui sont à base des plâtres.

- Vers 120-160 °C, on obtient les semi-hydrates (SH). α ou β par le processus :



Selon que l'on opère respectivement sous pression de vapeur d'eau en autoclaves, ou à l'air libre en fours tournants ou statique, le SH α est plus dur que le SH β , qui est le constituant essentiel de tous les plâtres.

- Vers 200 °C, on obtient l'anhydrite III ou anhydrite soluble instable, qui se réhydrate très rapidement en semi-hydrate au contact de l'eau en phase vapeur.
- Entre 220 et 450 °C, on obtient en fours tournants l'anhydrite II stable, ou surcuit, qui se peut réhydrater lentement au contact de l'eau, et qui rentre dans la composition de nombreux plâtres, comme s'eux pour enduit.

- Au delà de 450 C°, l'anhydrite II se transforme en anhydrite I, qui se réhydrate très facilement [9]

I.9.10. Utilisation dans d'autres industries

Le gypse broyé est utilisé dans diverses industries, citons en particulier [4] :

- la clarification des eaux troubles.
- le raffinage des huiles.
- le polissage de certains métaux (étain.....).

Il s'emploie broyé très finement (ou sous forme de plâtre également) pour constituer le lit de polissage des glaces et des pierres précieuses ou ornementales.

L'industrie du verre utilise également le sulfate de calcium sous forme d'anhydrite naturelle très pure broyée finement comme agent réactif en lieu et place de sulfate de sodium.

Deuxième Partie : généralités sur les savons

I.1.Historique du savon

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

Cependant, les égyptiens 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.

A 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 leur vêtement, devenaient plus propres et cela, avec moins d'effort. 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 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. [10].

Au VIII^e siècle, la fabrication de savon a été introduite en Espagne et en Italie. Au IX^e siècle, la savonnerie à base d'huile d'olive s'est développée en France et plus spécifiquement à Marseille.

En Afrique, la savonnerie était une technologie traditionnelle aux temps précoloniaux dans la littérature est décrit par exemple qu'au Ghana, avant l'arrivée des portugais en 1482, les fanti préparaient du savon à partir de l'huile de palme brute et de potasse, extraite des cendres de bois [11].

Au 1930, le savon subit la concurrence des poudres à laver puis des détergents synthétiques, liés à l'évolution des techniques de lavage. Ce n'est que pendant la seconde guerre mondiale que la production de détergent a réellement commencé aux États-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 [10].

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 considérer le savon un élément de notre quotidien [10].

I.2. Définition du savon

Le savon est une substance qui sert au nettoyage, qui est un sel d'acides gras formé par la saponification d'un corps et d'une base alcaline. Il peut se présenter sous forme de bloc (pain), de poudre, de paillettes (lessives) et peut être vendu en solution (savon dit liquide). Le savon devient <savon> suite à une réaction chimique appelée <saponification>. En simple terme, la saponification est le nom de la réaction chimique entre un acide et une base qui se transforme en savon [12].



Figure I.6 : Le savon.

I.3. Les détergents

Qui sont les sels produits de synthèse chimique, ce sont des produits permettant d'éliminer d'un milieu solide les salissures qui y adhèrent, par leur mise en suspension ou en solution, ils ont une action de surface, d'où leur nom d'agent de surface, ou surfactif (superficiellement actifs), ils sont aussi appelés agents mouillants ou tensio-actifs [13].

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

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 [14].

I.4. Matières utilisées dans la fabrication d'un savon

- **Matières grasses** : des graisses animales telles que saindoux, suif...ou des huiles végétales (huile de tournesol, de noix, de soja, de coton, d'arachide)
- **Les alcalis (soude caustique ou potasse)** : Composés qui produisent des ions hydroxydes, OH^- lorsqu'ils sont dissous dans l'eau, le terme vient de l'arabe « al-Gigli » cendre de la plante de salicorne (la salicorne est la plante dominante des marais d'eau salée de la côté pacifique) : les hydroxydes et les carbonates de potassium sont issus de cendres végétales, les hydroxydes de sodium libèrent des ions hydroxydes à concentration élevée, qui détruisent la chair, c'est pourquoi ils sont appelés alcalis caustique [15].
- **L'hydroxyde de sodium** : Ou la soude caustique est un composé chimique de formule. Na OH , la soude, comme l'hydroxyde de potassium, est hygroscopique, la soude est une base chimique fort, son PH varie entre 12 et 14(en solution).
- **L'hydroxyde de potassium** : Ou la potasse caustique, ou simplement la potasse, est un composé chimique de formule K OH , il est corrosif et hygroscopique (corps qui à des affinités avec l'eau et favorise la condensation) son PH est basique (en solution) , le terme potasse est née de l'allemande « pot Asche » ou de l'anglais « pot ashes » qui désigne les cendres du 'pot 'dans lequel on avait placé de l'eau pour en faire de la lessive [15].
- **Les additifs** :
 - **L'eau** : est le milieu dans lequel se fait la réaction entre le corps gras et la lessive, la saponification nécessite de l'eau douce (eau de pluie).
 - **Des agents anticalcaires** : qui s'opposent aux dépôts calcaires dans les canalisations, dans une eau dure, les molécules du savon réagissent avec des ions calcium se forment des dépôts de sels de calcium, de plus, on a besoin d'une plus grande quantité de savon pour nettoyer, pour éviter ces inconvénients.
 - **Des conservateurs.**

- **Des colorants** : il n'est pas indispensable de colorer le savon, ils servent à améliorer la
- Commercialisation du produit.
- **Des parfums** : s'ils sont ajoutés au savon, c'est toujours à fin de la préparation à faible
- Température car ils se volatilisent à température élevées.
- **Des agents hydratants** : comme le miel.
- **Des huiles essentielles** : extraites de plantes.
- **Des ingrédients antiseptiques** : (protège des infections) pour fabriquer un savon antibactérien

I.5.Types de savon

Les savons appartiennent a la famille de produite chimique appelés agents tensioactif ou sulfactifs, nous distinguons plusieurs types de savon notamment :

I.5.1. Suivant l'aspect ou la composition

- **Savon dure**

Un savon dure est produit a partir de soude caustique et (un mélange) des corps gras, en principe chaque huile peut être utilisée dans la fabrication du savon dure mais la nature et les

Caractéristique des huiles vont déterminer dans quel pourcentage les huiles devront être utilisées [16] [17].

- **Savon liquide**

Un savon liquide est produit à partir de l'hydroxyde de potassium et (un mélange) de corps gras. En Europe le savon mou (savon brun) est fabriqué traditionnellement avec l'huile de lin. Le procédé mi-chaud est généralement utilisé pour ce type de fabrication.il peuvent prendre la dénomination de gels nettoyants, de Champagne pour le corps de base lavant....il ne contiennent généralement pas d'antiseptique .leur formule est celle des shampoings doux et les tensioactifs utilisés sont choisis parmi les anionique doux ou/et les amphotères. Ils sont classés dans la catégorie des produits cosmétiques ou produits d'hygiènes [16].

Quelques rares formules de savons liquides chimiques sont effectivement à base de savons. Le savon, dans ce cas, est un savon de potassium additionné de divers adjuvants épaississant, glycérol, et même parfois de détergent [17].

I.5.2. Savon suivant la provenance géographique

- **Savon d'Alep**

Le plus ancien savon syrien est à base d'huile d'olive et d'huile des baies de laurier.

- **Savon de Marseille**

Préparé avec de l'huile d'olive et de la soude, contient l'équivalent de +/- 63% d'acide gras.

- **Savon Blanc (traditionnel)**

À base d'huile de tournesol, appelé blanc car il est beaucoup moins sombre que le savon noir à base d'huile de lin, il est donc utilisé comme savon de toilette.

- **Savon Marbré :**

Comporte des carboxylates de fer, ou des lignes de savons ferreux non déposées, qui sont de couleur verte.

I.5.3. Savon suivant l'usage

- **Savon de toilette ou la savonnette :** destiné à l'hygiène du corps.
- **Savon de ménage :** pour le nettoyage domestique.
- **Savon médical :** avec des apports désinfectants, antiseptiques ou autres.
- **dentifrice :** pour le soin de la bouche.

I.6. Les savons artisanaux et para pharmacologie

I.6.1. Pharmacologie

La pharmacologie est une spécialité scientifique de la famille de la biologie. C'est l'étude des interactions entre les substances actives et l'organisme. La pharmacologie est une discipline indispensable dans l'élaboration des médicaments

puisqu'elle permet de mettre en avant les possibles effets indésirables ou les interactions avec d'autres principes actifs et donc d'autres médicaments. La pharmacologie est incontournable dans le monde de la recherche mais aussi dans le domaine de la santé publique. Elle est presque toujours liée à la toxicologie [18].

Les Branches de la pharmacologie sont comme suite :

- La pharmacie galénique.
- La pharmacocinétique, qui étudie le devenir d'une molécule bioactive dans l'organisme, de son absorption à son excrétion en passant par son métabolisme. En résumé, elle étudie les effets de l'organisme sur la molécule.
- La pharmacodynamique, qui étudie comment une molécule produit un effet sur un organisme.
- La pharmacogénétique, qui étudie l'influence des gènes sur l'activité des médicaments sur l'organisme.
- La pharmaco génomique.
- La toxicologie s'intéresse spécifiquement aux molécules ayant un effet nocif sur un organisme.
- La pharmaco-épidémiologie.
- La pharmacovigilance, qui étudie les effets indésirables des médicaments [18].

I.6.2. Parapharmacie

Le terme parapharmacie désigne l'ensemble des produits de soins et d'hygiènes destinés à être vendus par un Pharmacien mais qui ne nécessitent pas de prescription médicale. La vente de tels produits n'est donc pas uniquement réservée aux pharmaciens, et peuvent être proposés par n'importe quelle grande ou moyenne surface à condition qu'elle dispose d'un Pharmacien diplômé dans son effectif.

Les ventes autorisées en parapharmacie sont les suivantes :

- les produits et accessoires cosmétiques ;
- les produits et accessoires d'hygiène corporelle ;
- les produits diététiques courants.

En revanche, il existe également des interdictions au niveau de la vente :

- les médicaments à usage vétérinaire ou humain ;
- les aliments diététiques ;
- les plantes médicinales inscrites à la pharmacopée ;
- les huiles essentielles ;
- les pansements conformes à la pharmacopée ;
- les médicaments conventionnels ou homéopathiques font également partie du domaine pharmaceutique.

I.6.3. Savons artisanaux

Contrairement aux savons industriels, différents dans le processus de fabrication et dans la qualité du produit fini, les savons artisanaux ne comportent pas de produits chimiques, sont plus doux et n'irritent pas la peau. Et il y en a pour tous les goûts.



Figure I.7: Savon artisanal.

- **Les qualités du savon artisanal**

Il est biodégradable donc écologique. Les matières premières utilisées, les huiles essentielles (huile de rose, huile d'olive, aloe Vera, laurier) nourrissent et permettent une vraie hydratation de la peau.

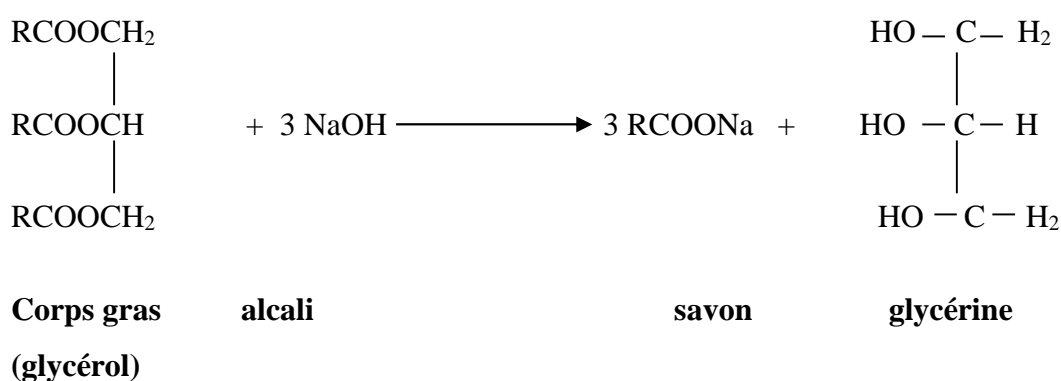
I.7. Les savons dermatologiques

Le savon dermatologique est soit un savon « surgras » enrichi avec un produit spécifique destiné à protéger la peau (comme l'huile d'amande douce, le beurre de karité...), soit un savon « sans savon ». Dans ce cas, ces pains dermatologiques ou syndets (pour synthétique détergent) sont fabriqués à partir d'agents lavants de synthèse, contrairement au savon ordinaire, résultat d'une réaction entre un acide gras et une base comme la soude. Plus doux que le savon ordinaire, il dessèche moins la peau [19].

I.8. La réaction de saponification

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

Les savons sont obtenus par réaction de saponification de triesters appelés corps gras ou triglycérides, l'action de l'hydroxyde de sodium (soude) ou de potassium (potasse) sur le triester conduit à un carboxylate de sodium (ou potassium) constituant le savon et à du propan-1, 2,3-triol (glycérol). [20]



Soude caustique (lessive) \longrightarrow corps gras \longrightarrow
savon dur

Potasse caustique (lessive) \longrightarrow corps gras \longrightarrow
savon mou

I.9. Mécanisme de fabrication de savon

Selon la température de conduit de la réaction de saponification nous distinguons 3 méthodes différentes de fabrication du savon : la saponification a froid, le procédé –chaud de saponification et procédé à chaude.

I.9.1. Le procédé a froid

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

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

Le mélange de corps gras est chauffé dans la chaudière jusqu'à une température d'environ 40 °C ensuite ajoute la solution alcaline nécessaire (par petite portions au départ), toute en remuant bien dans une seule direction, on travaille avec des solutions alcalines ayant une teneur de 20 à 30 % de Na OH, la réaction produit suffisamment de chaleur pour assurer une saponification complète, les produits complémentaires de finition (adjuvants, couleur, parfum) sont incorporés quand la réaction a franchement démarré (le mélange montre alors une consistance analogue à celle du miel). la masse encore chaude est alors coulée dans de grandes moules ou a lieu réaction complète de saponification [21].

I.9.2. Le procédé a semi- chaude

La saponification est aussi simple à réaliser :

- Chauffer le mélange de corps gras à environ 55 à 70 °C ;

- Ajouter lentement et en petite portion au départ la solution alcaline nécessaire à la saponification tout en remuant (la chaleur dégagée lors de la réaction peut provoquer un auto-échauffement du mélange au-delà de 90°C) ;
- Laisser refroidir la masse à environ 60 °C et y mélanger ensuite les produits auxiliaires ;
- Couler le savon dans des moules pour refroidissement définitif (24 à 36 heures).

Les deux procédés mentionnés précédemment en raison de leur simplicité d'exécution et de la qualité du produit qu'ils peuvent générer sont très indiqués pour la fabrication de savon améliorés à l'échelle familiale et artisanal [21].

I.9.3. Le procédé à chaud

Se distingue du procédé à froid et du procédé semi-chaud par l'extraction de la glycérine durant l'étape de relargage après la saponification qui consiste à ajouter progressivement une solution de sel saturée, ensuite lavage et l'ajustage, et enfin moulage, estompage et cuisson, c'est ce procédé qui est adopté dans la fabrication industrielle des savons [16].

I.10. Usage d'un savon à base de gypse

Les savons à base de gypse sont pris par les consommateurs grâce à leur vertu dermatologique, sa composition en soufre et en calcium qui sont très importantes pour la peau :

I.10.1. Intérêt de soufre pour la peau

- **Lutte contre l'acné**

L'acné est l'un des problèmes les plus communs de la puberté. Dans cette étape de la vie, une augmentation de l'activité hormonale se produit, qui provoque une accumulation de sébum et bactéries qui enflamment les follicules de la peau. La graisse ne peut pas sortir par les pores et les fameux points noirs apparaissent.

Comme nous l'avons dit précédemment, le savon au soufre est un des savons les plus utilisés pour les peaux grasses, surtout dans la zone T (front, nez et menton).

C'est pourquoi il est recommandable de se laver chaque jour le visage avec ce savon pour qu'il aide à assécher la peau. De plus, il est conseillé de l'utiliser avec un produit qui aide à désobstruer les pores.

- **Soulage le psoriasis :**

Le psoriasis est une maladie chronique liée à une altération du système immunitaire et qui se manifeste par la formation d'écailles sur la peau, surtout dans le cuir chevelu, les genoux, les coudes, les mains et le dos.

Bien qu'elle se traite habituellement avec des médicaments, il n'est pas de trop d'utiliser un savon approprié qui aide à atténuer ces symptômes. Le soufre a un pouvoir désinfectant et cela aide à éliminer les bactéries et à réduire la formation de pus. Il permet même à la peau qui se desquame de revenir à la normale grâce à ses propriétés régulatrices de sébum.

- **Contre la dermatite séborrhéique**

La dermatite séborrhéique est une inflammation de la peau et du cuir chevelu qui entraîne une desquamation de la peau. En utilisant du savon au soufre tous les deux jours dans la phase aigüe, vous réussirez à améliorer l'aspect de votre peau.

Une fois cette phase terminée, il est recommandable de l'employer seulement une fois par semaine pour ne pas trop dessécher la peau. Pour la même raison que le psoriasis, l'état de l'ensemble de la zone pelée s'améliore notablement.

I.10.2. Intérêt de calcium pour la peau

- **Le calcium aide la peau à mieux se défendre**

Grâce au calcium, la peau est mieux armée pour se défendre contre les agressions extérieures, soleil ou pollution, et moins perméable aux allergènes ou aux microbes. Or, dermatologues et scientifiques sont sûrs d'eux : la quantité de calcium cutané diminue avec les années. D'où l'idée de certains fabricants de cosmétiques de l'inclure dans leurs formulations.

« Le calcium permet la cohésion de la barrière épidermique, explique le Dr Anny Cohen-Letessier, dermatologue. Il favorise le transport de l'eau à travers l'épiderme et stimule des réactions cellulaires importantes. » Autrement dit, il renforce l'épiderme.

- **Le calcium a un effet sur les cellules graisseuses**

« Selon le type de calcium présent dans la formule, il sera plutôt anti-âge, plutôt hydratant ou les deux, favorisant alors la santé globale de la peau », ajoute Christine Laforgue, cosmétologue et maître de conférences à l'Université Paris XI.

C'est la raison pour laquelle certaines crèmes ciblent clairement les peaux matures, d'autres les peaux sèches ou sensibles, dans tous les cas, des épidermes fragiles.

Dernière découverte, son effet sur les cellules graisseuses, d'où son arrivée dans les amincissants.

Troisième partie : Généralité sur l'huile d'olive et l'huile de coco**I.1.Huile d'olive**

L'huile d'olive est un véritable jus de fruit avec l'excellente qualité alimentaire, sensorielle et fonctionnelle ; c'est un l'élément de base pour le régime méditerranéen, elle est connue comme une huile végétale la plus ancienne qui peut être consommée sous forme brute sans toute autre traitement et obtenue par des procédures physique faciles à employer [22].

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

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



Figure I. 8 : Image de l'arbre et fruit d'huile d'olive.

I.1.1.Composition chimique

L'huile d'olive vierge est un système chimique complexe constitue de plus de 250 composés [23], la composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique .les composés peuvent être classés en deux grands groupes :

- La substance saponifiable (triglycérides et acides gras de 96 à 98%de l'huile) ;

- Les substances insaponifiables (de 2 à 4 de l'huile).

L'olive contient environ 30% de son poids d'une huile caractérisée par une teneur élevée en acide oléique (de 53 à 83%) mais très basse en acide stéarique (C₁₈; 0). trois espèces moléculaires de triacylglycerols dominant OOO : 39%, OOP : 21% et OLO : 10%. les teneurs en tocophérols et tocotrienols sont très faibles (< 0.1 g/kg en moyenne),

Le β -sitostérol étant l'espèce majeure. sa composition en acides gras et sa richesse en antioxydants dérivés du tyrosol lui confère une grande stabilité thermique [24].

I.1.2. Caractéristique de l'huile d'olive

C'est un liquide limpide, transparent, jaune ou jaune vert, d'odeur caractéristique, pratiquement insoluble dans l'alcool, miscible à l'éther de pétrole, les constituants lipidiques des corps gras n'étant pas facilement fractionnés, ils sont souvent analysés par des méthodes globales qui constituent autant d'indices [25].

Tableau I. 2: Caractéristique physico-chimique de l'huile d'olive [26].

Propriété	Valeur
Indice de réfraction (à 20°C)	1,4677-1,4705
indice de saponification (mg KOH/g)	184-196
Indice d'iode (wijs)	75-94
Insaponifiable	<15g/kg
Densité relative (à 20°C)	0,91
Acidité (% acide oléique)	<3,3
Indice peroxyde (meq O ₂ /kg)	<20
Acides gras saturés en position 2 (%)	<1,5

I.1.3. Effets dermatologiques de l'huile d'olive

Elle a une action naturelle adoucissante et émolliente sur le dessèchement de la peau et sur le vieillissement de l'épiderme grâce à ses propriétés régénératrices. Elle aide à réhydrater la peau en la gorgeant d'acides gras essentiels incontournables pour la garder souple et jeune plus longtemps. Un des composants de l'huile d'olive .le

scalène qui permet à l'épiderme de réhydrater et de se protéger contre les agressions grâce à son action nutritive et dynamisante sur la peau, l'huile d'olive l'aide à éliminer les impuretés, lutter contre l'acné et soulager les brûlures [10].

I.2. Huile de coco

L'huile de coco, aussi appelée huile de coprah, est une huile végétale fabriquée à partir de l'albumen séché de la noix de coco, le coprah. Elle est utilisée dans différents domaines et tout particulièrement pour la fabrication du monoï, L'huile de coco peut aussi désigner l'huile issue de l'albumen frais de la noix de coco.

I.2.1. Composition chimique

L'huile de coco représente un mélange très complexe de glycérides. En effet, elle contient 84% de glycérides non saturés. Les glycérides non saturés. Les glycérides contiennent 50 à 60% de caproauromyristine et jusqu'à 20% de dilauromyristine, ainsi que de faible quantité de dilauromyristine [Bezard et al 1971], les principaux acides gras de l'huile de coco sont les acides laurique, myristique, palmitique, oléique, caprylique et stéarique. L'huile se constitue à 90% des éthers de glycérol d'acide gras saturés, l'acide laurique est le principal constituant avec moindre quantité d'acides myristique et palmitique, les acides oléiques et linoléiques non saturés ne constituent pas plus de 9%. [10]

I.2.2. Propriétés d'huile de coco

L'huile de coco est solide au-dessus de 20°C le savon de coco mousse aisément dans une eau calcaire et salée, la faible teneur en acides non saturés rend l'huile de coco résistante à la rancidité oxydative, renforçant ainsi la qualité de stockage des aliments cuits et des garnitures préparés à base d'huile de coco [10].

I.2.3. Effets thérapeutiques

L'huile de coco soulage les rhumatismes et courbatures, en bain, elle revitalise les cheveux, étalée sur la peau, elle protège du dessèchement et favorise le bronzage, la coque pilée soulage les maux de dents, lorsqu'elle est appliquée sur le périnée, elle peut aider réduire les déchirures et la nécessité d'une épisiotomie lors de la naissance,

l'huile de coco est antifongique donc elle est excellente pour guérir des infections à levure [10].

Chapitre II : matériel et méthodes

L'objectif de ce présent travail est de préparer des savons solides à base de gypse et des huiles végétales produites localement essentiellement à base d'huile d'olive. En appliquant le procédé de fabrication à froid afin de conserver les propriétés thérapeutiques de gypse.

A cet effet nous avons d'abord analysé le gypse utilisée (analyse granulométrique et analyse spectrale IR, DRX), ensuite analysés les huiles végétales utilisées (taux d'humidité, indice d'acide, indice de saponification, indice de peroxyde) ensuite nous avons procédé à la préparation de 4 types de savon solides en appliquant le procédé à froid et enfin au contrôle des savons obtenus. L'ensemble des expériences et des essais de préparation ont été réalisés au niveau du laboratoire de recherche 3BS de l'université de Bejaia.

II.1.Choix des matières premières

Les matières premières utilisées pour la préparation du savon sont : gypse grâce à sa composition de soufre et du calcium qui sont très importante pour la peau. les huiles végétales : huile d'olive, huile de coco ces huiles ont été choisies pour leur richesse en acide gras essentiels, incontournables pour avoir une peau souple et jeune plus longtemps.

II.1.1. Corps gras

Les corps gras utilisés pour l'élaboration des savons c'est l'huile d'olive et l'huile de coco.

II.1.1.1.Huile d'olive

L'huile d'olive utilisée est d'origine de Kherrata, Daïra de Kherrata wilaya de Bejaia, la cueillette des olives a été effectuée en 2016, l'huile d'olive a été choisie vue sa disponibilité localement et ses propriétés hydratantes, nourrissantes pour la peau.



Figure II.9 : Huile d'olive.

II.1.1. 2.Huile de coco

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



Figure II.10 : Huile de coco.

II.1.2.hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium (NaOH) ou le soude caustique est un alcali qui, en réaction avec des corps gras, donne du savon solide. Son pH est basique (en solution). La solution aqueuse de soude est préparée par la dissolution de NaOH dans l'eau distillée.



Figure II. 11 : Hydroxyde de sodium.

II.1.3. Eau Distillée

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

II.1.4. Gypse

Le gypse utilisé est d'origine de boudjellil wilaya de Bejaia, est utilisée pour ses propriétés purifiantes de la peau.



Figure II.12 : poudre du gypse.

II.2. Analyses effectuées sur le gypse

Les techniques d'analyse utilisées pour identifier les principaux éléments composant le gypse de Boudjellil sont comme suite :

II.2.1. Analyse granulométrique

Il existe plusieurs méthodes d'analyse granulométrique parmi ces méthodes :

- **Tamisage**

C'est une opération qui permet de séparer le matériau en fractions granulaires définies par le côté de la maille carré du tamis jusqu'à une limite inférieure à 45 μm , durant cette opération deux produits peuvent être obtenus : le passante et le refus [27].

a. Présentation de l'échantillon

L'échantillon est prélevé de la carrière de Boudjellil du quartier en activité et qui se présente comme suit :

- **Poids** : 760,81 g
- **Type de minerai** : gypse
- **Tempe de tamisage** : 10 min

b. Méthode de calcul

- **Rendement pondérale** : $R = (\text{réf}/M_t) * 100$
- **Refus cumulé** : Rendement pondéral(i) + rendement pondéral (i+1)
- **Tamisé cumulé** : 100 – Refus cumule

II.2.2.Méthodes spectrales

Il existe diverses méthodes d'analyses spectrales, dans notre travail nous avons utilisé deux méthodes d'analyses spectrales qui sont :

- La spectrophotométrie infrarouge
- La diffraction des rayons X

II.2.2.1.La spectrophotométrie infrarouge

La spectrométrie infrarouge (IR) s'utilise principalement pour l'analyse qualitative d'une molécule. Elle permet de mettre en évidence la présence d'une liaison particulière.

L'infrarouge est une onde électromagnétique de fréquence inférieure à celle de la lumière rouge (et donc de longueur d'onde supérieure à celle du rouge qui va de 500 à 780 nm). La longueur d'onde de l'infrarouge est comprise entre 700nm et 1mm.

L'infrarouge est subdivisé en IR proche (PIR : de 0,7 μm à 1,4 μm), IR moyen (MIR : de 1,5 à 3 μm) et IR lointain (de 3 μm à 1 000 μm). Cette classification n'est cependant pas universelle: les frontières varient d'un domaine de compétence à l'autre sans que l'onde puisse donner raison à qui que ce soit. Le découpage peut être lié à la longueur d'onde (ou à la

fréquence) des émetteurs, des récepteurs (détecteurs), ou encore aux bandes de transmission atmosphérique.

Un spectromètre IR à transformée de Fourier (IRTF) est composé des éléments suivants :

- Une source
- Un interféromètre de Michelson
- L'échantillon
- Un détecteur

➤ Principe

Lorsque la longueur d'onde (l'énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. Le domaine infrarouge correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules.

Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption, cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Pour une géométrie donnée on peut déterminer les modes de vibration actifs en infrarouge grâce à la Théorie des Groupes. La position de ces bandes d'absorption va dépendre en particulier de la différence D'électronégativité des atomes et de leur masse.

Par conséquent à un matériau de composition chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau.

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption.

Le faisceau infrarouge provenant de la source A est dirigé vers l'interféromètre de Michelson qui va moduler chaque longueur d'onde du faisceau à une fréquence différente. Dans l'interféromètre le faisceau lumineux arrive sur la Séparatrice. La moitié du faisceau est alors dirigée sur le miroir fixe, le reste passe à travers la séparatrice et est dirigé sur le miroir

mobile. Quand les deux faisceaux se recombinent, des interférences destructives ou constructives apparaissent en fonction de la position du miroir mobile. Le faisceau modulé est alors réfléchi des deux miroirs vers l'échantillon, où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur pour être transformé en signal électrique.

➤ **Appareillage**

- Spectrophotométrie infrarouge à transformé de fourier
- Presse hydraulique
- Cellule démontable
- Mortier et pilons en agate
- Balance électronique

➤ **Réactifs**

- 0,08 g de KBr
- 0,002 g de gypse

➤ **Mode opératoire**

On met 0,08 g de bromure de potassium (KBr), Dans un mortier en agate, on ajoute 0,002 g de gypse, on mélange bien les deux produits, on va le mettre dans la presse sous une pression de 90 bar, après avoir terminé on a obtenu une pastille transparente et c'est cette pastille obtenue qu'on met dans l'appareil IR pour être analysé.

II.2.2.2. Diffraction des rayons X

Complément indispensable de l'analyse chimique élémentaire dans le cadre de l'identification de composés, la diffraction X permet la caractérisation fine des matériaux cristallisés massifs ou sous forme de poudre : métaux, minéraux, céramiques, composés pharmaceutiques, complexes organométalliques, matériaux métallo-organiques...etc. [28].

a. Principe

Les rayons X sont diffusés sans perte d'énergie par des particules de la matière chargée électriquement et principalement par les électrons. Dans les solides cristallins. Où les particules sont disposées de façons périodique, la quantité de rayonnement diffusé n'est

importante que dans les directions pour les rayons diffusés sont en phase. On dit alors qu'il y a diffraction. [28].

L'observation d'un rayonnement diffracté est donc soumise à des conditions relatives à l'existence d'interférence constructives ou cohérence. La loi de Bragg établit la condition essentielle à la diffraction à savoir : deux rayons diffusés par un cristal sont en égale à n fois (n=nombre entier) leur longueur d'onde :

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

Avec :

λ : longueur d'onde de rayonnement utilisé ;

θ : l'angle de réflexion ;

d : distance réticulaire entre deux plans atomique adjacents d'une même famille.

n : l'ordre de réflexion.

Cette relation à partir des valeurs de l'angle d'incidence de déterminer les équidistances des différentes familles de plans caractéristique du matériau analysé. [28]

b. Préparation de la pastille

Une fois la poudre est broyée, et à l'aide d'une pastilleuse nous avons réalisées une pastille de 13 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur environ.

II.3. Analyses effectuées sur les huiles

II.3.1. Indice de saponification

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

- **Principe :**

Le principe consiste à l'ébullition à reflux d'échantillon contenant l'huile avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium pendant une heure, puis titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium, par une solution titrée d'acide chlorhydrique. Un essai (sans matière grasse) est réalisé dans les mêmes conditions [29].

- **Mode opératoire**

- Peser 2g d'huile, ajouter 25 ml de KOH alcoolique de 0.5N.
- Chauffer le mélange pendant 1 heure.
- Ajouter quelque goutte de phénolphaléine et titrer avec HCL (0.5N).
- Préparer le blanc dans les mêmes conditions.

- **Expression des résultats**

$$\text{Indice de saponification} = (V_0 - V_1) * C * 56.1 / m$$

V₀ : Volume de HCL en ml utilisé pour l'essai à blanc.

V₁ : Volume de HCL pour l'échantillon.

C : La concentration exacte d'HCL (0.5N).

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

56,1 : la masse molaire, exprimé en gramme par mole, de l'hydroxyde de potassium.

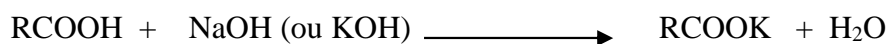
II.3.2. Indice d'acide

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres(AGL) présents dans **1g** de corps gras [29].

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

- **Principe**

Le principe de cette analyse consiste à mettre, en solution une quantité connue d'huile + dans l'alcool puis à effectuer un titrage des acides gras libres, par une solution de NaOH (0.25N) à chaud en présence de phénolphaléine selon la réaction suivante :



AGL	Base		Savon	Eau
------------	-------------	--	--------------	------------

- **Mode opératoire**

- Peser 10g de matière gras, ajouter 75 ml d'alcool.
- 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 :**

$$\text{Indice d'acide} = 56.1 * V * C / m$$

V : Volume en ml de NaOH de (0,25N).

C : La concentration exacte en moles par litre de KOH(0,25N).

m : la masse en grammes de la prise d'essai.

II.3.3. Indice de peroxyde

C'est la quantité de substances de l'échantillon exprimé en termes d'oxygène actif, qui oxydent l'iodure de potassium dans les conditions spécifiées dans la présente méthode [29].

L'indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile, il peut également être exprimé (en unités SI) en milli moles (mmol) d'oxygène actif par kilogramme d'huile. La valeur en mmol d'oxygène actif par kilogramme.

L'indice de peroxyde (méq d'oxygène actif par kilogramme) multiplié par la masse équivalente d'oxygène actif (égale à 8) est égal à la quantité d'oxygène en milligrammes par kilogramme d'huile.

- **Principe**

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

- **Mode opératoire**

Peser 1g d'huile, ajouter 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique glacial et 1ml d'une solution saturée d'iodure de potassium, agité pendant 1min. après 15 min d'incubation à l'obscurité, 75 ml d'eau distillée sont ajoutés et l'iode libéré est titré par une solution de

thiosulfate de sodium($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0.01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré, jusqu'à la disparition de la couleur violette.

L'indice de peroxyde est déterminé selon la formule suivante :

$$\text{Indice de peroxyde} = N (V - V_0) * 1000 / m \text{ (meq d'O}_2\text{/Kg)}$$

N : Normalité de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.1N)

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

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

m : Masse en gramme de la prise d'essai.

II.3.4. Taux d'humidité

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

- **Principe**

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

- **Mode opératoire**

Chauffer une prise d'essai environ 2g à l'étuve à **103°C** pendant quatre heures (jusqu'à élimination complète de l'eau).

- **Expression des résultats :**

$$H(\%) = ((M_1 - M_2) / (M_1)) * 100$$

M₁ : Masse de la prise d'essai avant le séchage.

M₂ : Masse de la prise d'essai après le séchage.

II.4. Préparation des savons solides

4 types de savons ont été préparés par le procédé de saponification à froid, tel qu'illustré sur le tableau II.3 suivant :

Tableau II. 3: Composition des savons.

Savon N ^o d'essai	Huile d'olive (ml)	Huile de coco (ml)	Eau distillée (ml)	NaOH (g)	Gypse (%)
1	500	400	200	110	0
2	500	400	200	110	10
3	500	400	200	110	20
4	500	400	200	110	30

N.B : le pourcentage du gypse est par rapport au poids de savonnette.

II.4.1. Principe de fabrication des savons solides par le procédé à froid

La saponification à froid est un procédé simple qui demande peu de temps et d'énergie. En outre le savon produit contient de la glycérine. Celui-ci a un effet bénéfique sur la peau et peut contribuer à une bonne conservation de tels savons pendant le stockage. Les savons produits à froid sont bien soluble et, selon la nature du corps gras de départ, moussent abondamment [21].

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

a. composition du savon formule

- 400 ml d'huile de coco.
- 500 ml d'huile d'olive.
- 200 ml d'eau distillé.
- 110 g de soude caustique.

- Gypse

b. Préparation

Avant de commencer, assurez-vous de n'utiliser que des ustensiles en bois et de porter des gants.

1. Dans un récipient, versez l'eau distillée
2. Ajoutez la soude caustique avec précaution, puis mélangez doucement. Laissez reposer quelques instants.
3. Ajoutez l'huile de coco, l'huile d'olive. Mélangez bien. La consistance devrait s'épaissir.
4. Versez la pâte obtenue dans un moule en silicone pour donner une forme à votre savon et laissez-le se solidifier pendant deux jours minimum avant de l'utiliser.
5. Pour chaque savonnette en ajoute les différents pourcentages de gypse.

II.5. Analyses effectuées sur le produit fini

II.5.1. La teneur en alcali libre

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

- **Principe :**

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

- **Mode opératoire :**

1. Peser 5g du savon conditionné dans un bécher, ajouter 75 ml l'éthanol neutralisé.
2. Chauffer pour dissoudre le savon.
3. Titrer le mélange avec l'acide sulfurique (0.1N) jusqu'à la disparation de la couleur rose.

- **Expression des résultats :**

$$\text{Teneur en alcali(\%)} = \frac{V \cdot N \cdot E_{\text{qNaOH}}}{10 \cdot P_{\text{E}}}$$

V : Volume de H₂SO₄.

N : Normalité de H₂SO₄.

E_q : Equivalent grammes NaOH=40g.

P_E : Prise d'essai = 5g.

II.5.2. Humidité

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

II.5.3 Indice de peroxyde

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

II.5.4. Evaluation de l'activité antiseptique des savons préparés

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

A cet effet les mains de l'opérateur (personne volontaire) ne devaient pas avoir été lavées avec un produit antiseptique ou désinfectant durant le jour d'expérimentation.

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

❖ Méthode

Etape 1 : Prélèvements bactériologiques avant lavage avec l'écouvillonnage

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

- Ensemencement en surface sur la boîte de pétrie (une boîte pour la main gauche et une autre pour la main droite pour chaque opérateur).

Etape 2 : lavage des mains.

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

Etape 3 : Prélèvement bactériologique (après lavage) avec l'écouvillonnage :

- Un prélèvement est réalisé une minute après le rinçage des mains, comme lors de l'étape 1, pour chaque main.
- Du moment que nous voulons évaluer l'activité antiseptique de 4 types de savons préparés et d'un savon qui sert comme témoin donc nous avons besoin de 5 opérateurs.

*Chapitre III : résultats
et discussions*

III.1.résultats d’analyses effectuées sur le gypse

III.1.1. Analyse granulométrique

Les résultats de tamisage de notre échantillon sont présentés dans le tableau 4

Tableau III. 4 : Les résultats de tamisage de gypse.

Ouverture du tamis (mm)	Poids de refus (g)	Rendement pondéral (%)	Refus cumule (%)	Tamisé cumulé
1	0,24	0,03	0,03	99,97
0,63	621,92	81,74	81,77	18,23
0,45	81,62	10,72	92,49	7,51
Fonde de tamis	57,03	7,49	99,98	0,02
Total	760,81	100	100	0

Le trace de la courbe de distribution granulométrique en masse :

- % Refus cumules =f(d) et
- % Tamisat cumulé =f(d)

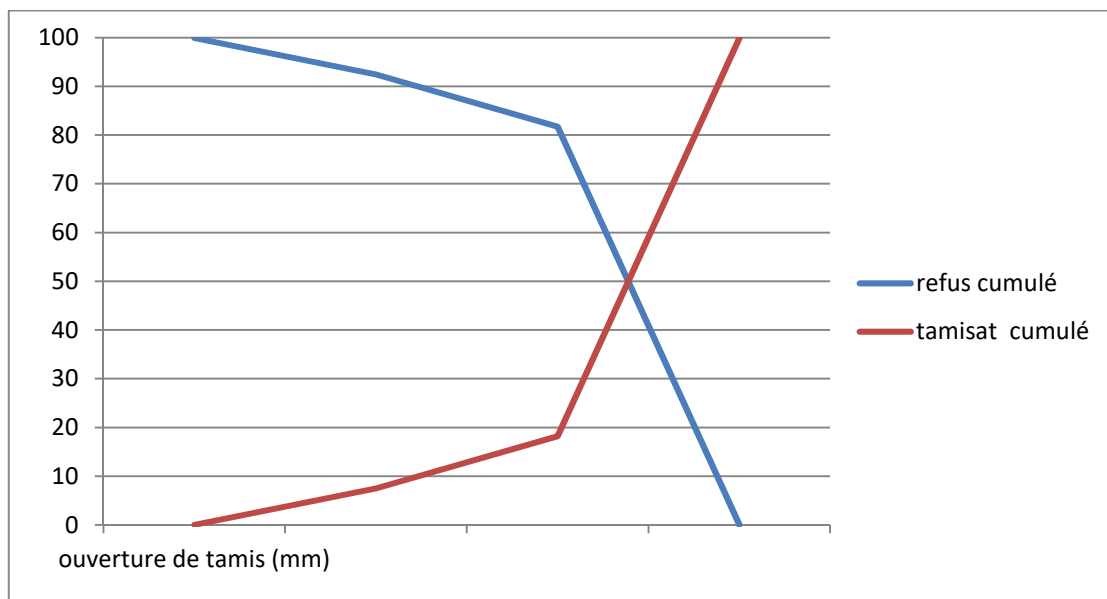


Figure III.13 : Représentation graphique de la distribution granulométrique du gypse.

- **Interprétation du graphe**

D'après, le tracé du graphe on voit que la courbe qui donne la variation de refus en fonction des diamètres augmente d'une façon progressive alors que celle de tamis diminue, cette variation soit la diminution de refus ou l'augmentation de tamis est due à la classe granulométrique des grains de notre échantillon.

Les deux courbes se croisent à un point qui est le d_{50} , le d_{50} représente l'ouverture de tamis à travers laquelle passe 50 % du matériau.

III.1.2. résultats obtenus par spectroscopie infrarouge

L'échantillon de gypse a été analysé par spectroscopie infrarouge, le spectre obtenu montre la présence de plusieurs bandes. On observe deux bandes de sulfates :

- Une bande à 601 et 672 cm^{-1} peut être attribuée à la vibration de déformation Symétrique et antisymétrique des ions (SO_4^{2-}).
- Une bande à 1120 et 1140 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation antisymétrique des ions (SO_4^{2-}).
- Une bande de déformation des ions (CO_3^{2-}) située à 1383 cm^{-1} a été observée
- Les bandes caractéristiques à la vibration de déformation des molécules d'eau sont situées à 1621 et 1685 cm^{-1} .
- Une bande de la vibration d'élongation symétrique et anti-symétrique des molécules d'eau vers 3400, 3550 cm^{-1} .

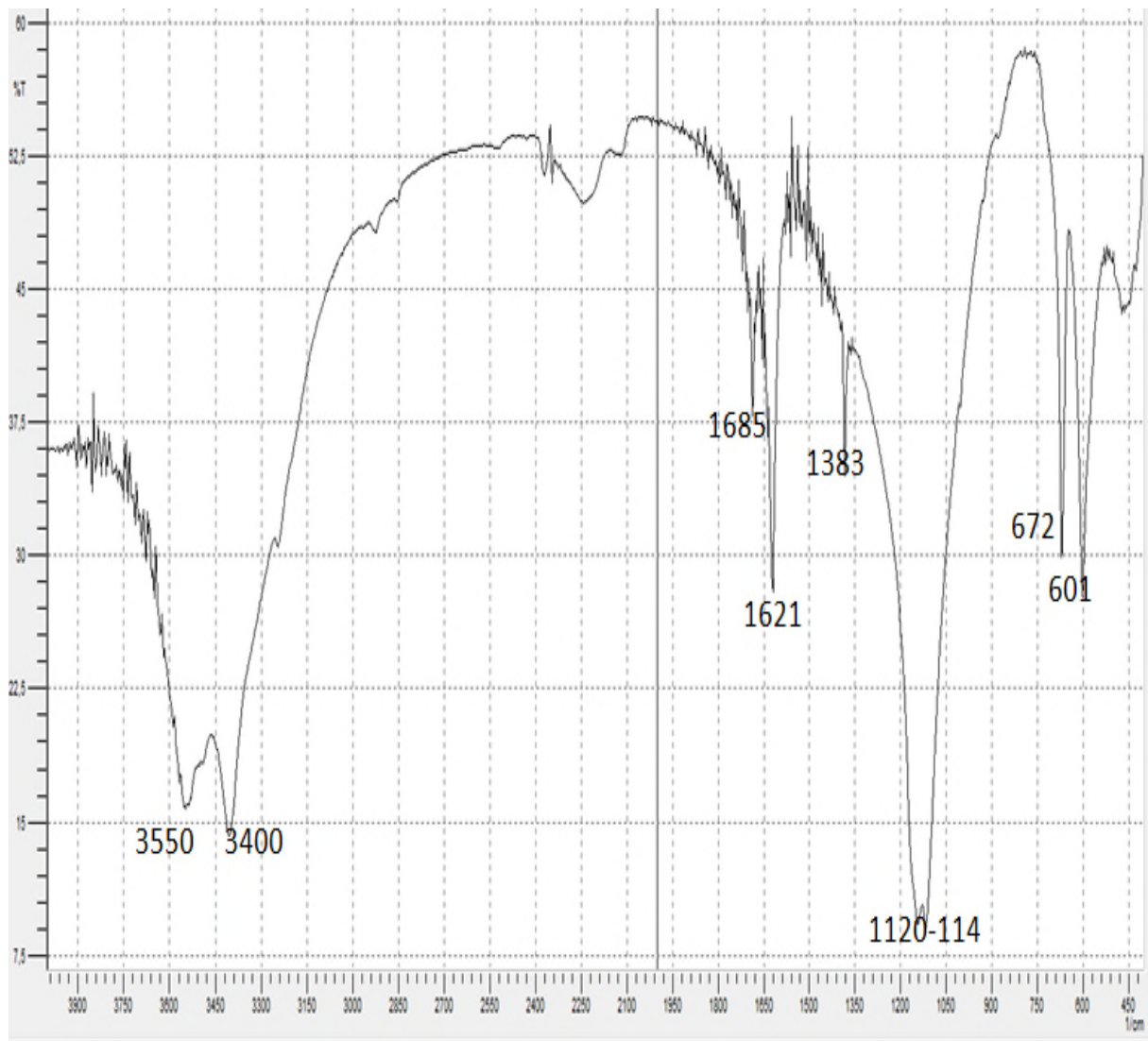


Figure III. 14 : Spectre d'analyse par IR du gypse.

III.1.3. Résultats obtenu par diffraction de rayon X du gypse

Les résultats obtenus par diffraction des rayons X sont représenté sur la diffractogramme montrent que notre échantillon contient de gypse avec une teneur importante car le gypse est l'élément dominant dans notre gisement ainsi que la présence d'autres minéraux en faible teneur sont présents sous forme altérée (bassanite et le peak list)

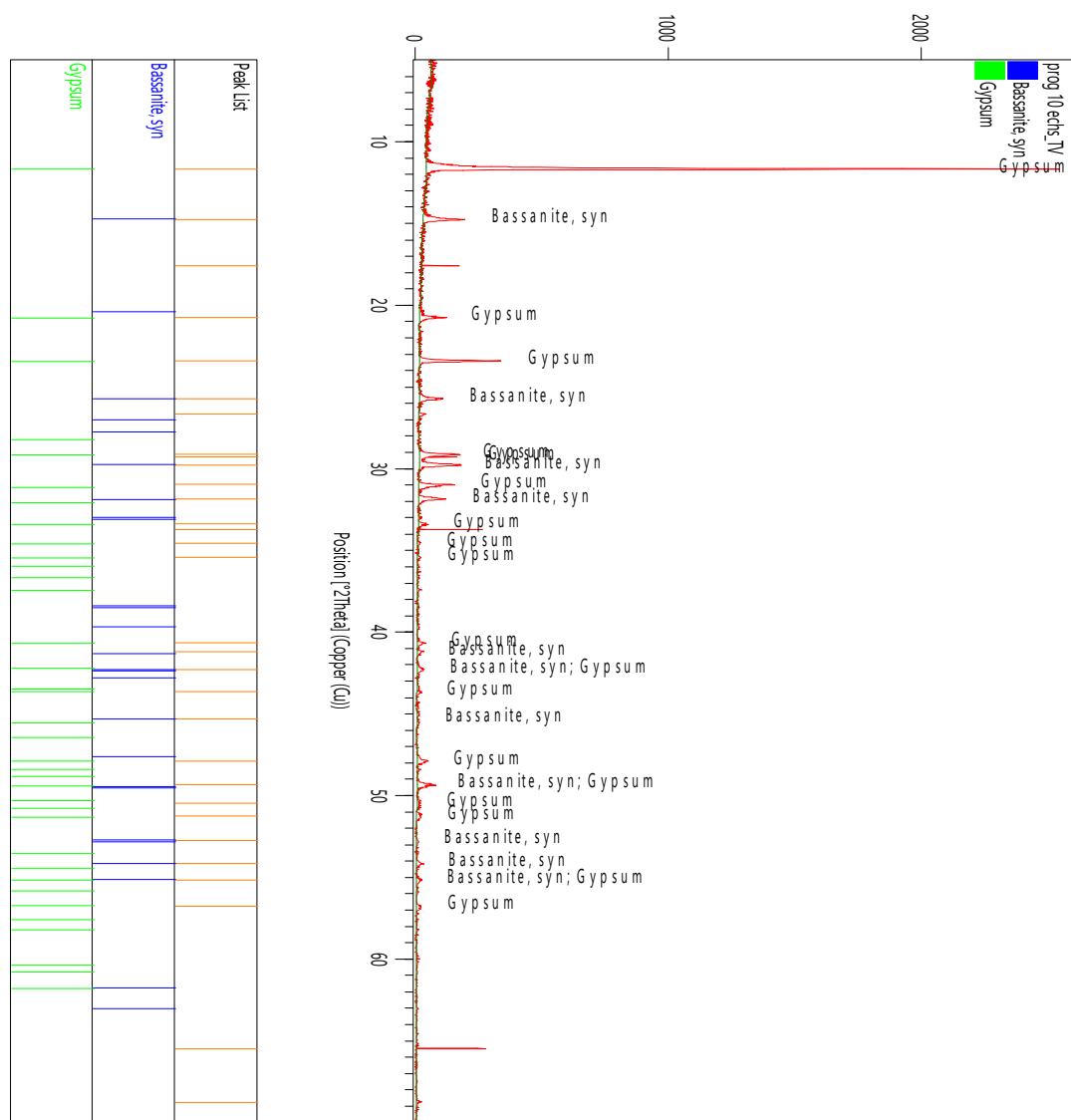


Figure III. 15 : Spectre d'analyse par diffraction des rayons X du gypse.

III.2. Résultats des analyses effectuées sur les huiles

Tableau III.5 : Tableau récapitulatif des analyses effectuées sur les huiles.

	Humidité (%)	Indice d'acide (mg de KOH/g)	Indice de saponification (mg de KOH /g)	Indice de peroxyde (még d'O ₂ /g)
Huile d'olive	0,134	5,922	190,038	11,25
Huile de coco	0,160	0,540	292,417	3,75

III.2.1. Humidité

Les pourcentages d'humidité de l'huile d'olive, et l'huile de coco sont inférieurs à 1%, donc conforme à la norme interne de CO.G.B. La belle .car l'humidité élevée de l'huile peut fausser la mesure de l'indice de saponification, donc ces deux huiles ne nécessitent pas un séchage avant la saponification [14].

III.2.2. Indice d'acide

L'indice d'acide définit la qualité de l'huile. Il caractérise la pureté et la stabilité des huiles à la température ambiante. Il nous renseigne sur le taux d'acides gras libres existant dans l'huile et permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des chaînes d'acide gras des triglycérides.

A partir du résultat obtenu (**5,922 mg de KOH/g**), on note que l'échantillon d'huile d'olive analysé ne respecte pas la limite permise par la norme du COI pour la classification en tant que l'huile d'olive vierge ainsi que la valeur fixée par : Food and Agriculture Organisation, qui est inférieure à (3,3 mg/g) et celle mentionnée dans le décret n° 2,95-93 (1997) règlement dans la commercialisation des huiles d'olive. Cependant il est inférieur à la valeur fixée par le Codex Alimentaire (maximum 6,6 mg de KOH/g d'huile) [26].

L'échantillon est situé à la valeur limite supérieure au dessus de laquelle cette huile se décline en catégorie d'huile d'olive vierge courante. Ce résultat peut être lié à une exposition

excessive des olives et des huiles extraite à l'air et à la lumière. Le réchauffement de la pâte d'olive et une longue durée de malaxage ne sont pas à écarter non-plus.

III.2.3. Indice de saponification

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

La valeur de l'indice de saponification d'huile d'olive de notre étude est de 190.038 proche de la valeur obtenu par Karleskind (1992), qui est comprise entre 184 à 196 mg/g.

III.2.4. Indice de peroxyde :

L'oxydation de l'huile commence après que les grains soient cueillis, et contenue pendant le stockage des fruits et leur traitement. Les premiers produits formés par l'attaque de l'oxygène active sur les doubles liaisons les chaînes d'acides gras, sont des composés peroxydés instables, et des hydro peroxydes dont la structure va dépendre de la nature des acides gras attaqués. L'indice de peroxyde est lié aux conditions de conservation et aux modes d'extraction. C'est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative.

L'huile d'olive présente un indice de peroxyde de (11,25 méq O_2 /g) donc cette valeur est conforme aux normes suivantes Food and agriculture organisation (FAO),2001et Codex alimentarius (1989), avec un indice de peroxyde <20 (méq O_2 /kg)

III.3. Types de savons solides préparés :

Au cours de ce travail, quatre types de savon ont été préparés essentiellement à base l'huile d'olive, le fait de rajouter le gypse a fait ressortir quatre classes de savon :

- 1^{ere} classe : savon à 100 % huile d'olive et huile de coco, et 0% de gypse.
- 2^{eme} classe : savon à 100% huile d'olive et huile de coco, et 10% de gypse.
- 3^{eme} classe : savon à 100% huile d'olive et huile de coco, et 20% de gypse.
- 4^{eme} classe : savon à 100% huile d'olive et huile de coco, et 30% de gypse.

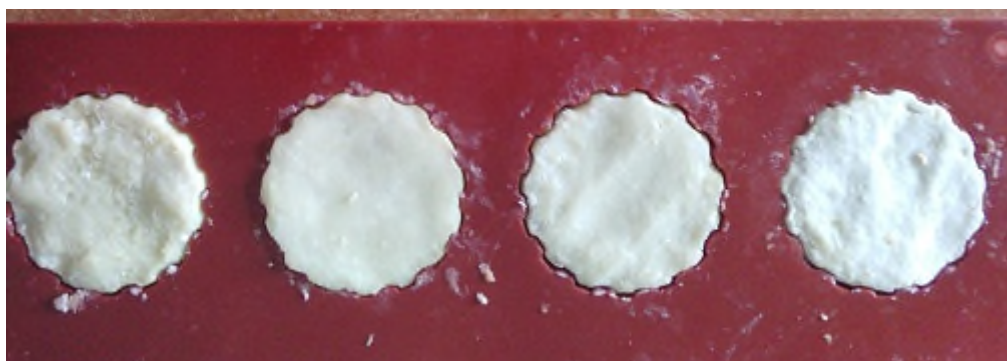


Figure II. 16: Les types des savons préparés

III.4. Résultats des analyses effectuées sur les savons :

Tableau III. 6 : Résultats des analyses effectuées sur les savons.

	Teneur en alcali libre (%)	Humidité (%)	Indice de peroxyde (meq/Kg)
Savon 1	0,048	11,093	4,70
Savon 2	0,056	11,848	4,69
Savon 3	0,064	11,499	4,35
Savon 4	0,072	11,445	4,33

III.4.1. Teneur en alcali libre (TA)

Le test de la teneur en alcali caractérise principalement les produits contenant des alcalins. La TA mesure la quantité de bases libres OH. On le mesure par dosage par une solution titrée d'acide en présence de phénolphtaléine. Si le pH de la solution inférieure à 8,2 la phénolphtaléine est incolore et le TA est nul.

Les résultats du test de l'alcali effectué sur les quatre types de savons sont récapitulés dans le tableau. On remarque que les teneurs en alcali de tous les savons varient entre 0,048% et 0,072%. Ces valeurs sont conformes à la norme d'entreprise CO.G.B. Labelle qui est entre 0,04% et 0,08%.

III.4.2. Taux d'humidité des savons

Le savon préparé par le procédé à froid est composé essentiellement de sels sodiques, d'acide gras, d'eau et de glycérine. Sa teneur en acides gras totaux doit être supérieure ou égale à 63%. Sa teneur en eau inférieure à 15%. Les taux d'humidité de nos savons montrent des valeurs conformes à la norme malagasy sur les savons et détergents qui reportent un taux d'humidité inférieure à 14% ainsi que la valeur apporté par Marc Donner qui est de 15% [30] et celle donnée par les normes interne de CO.G.B. Labelle qui varie entre 11 et 13%.

III.4.3. Indice de peroxyde

L'analyse des résultats du tableau montre une diminution des valeurs des indices de peroxydes. Après 20 jours de stockage, celle-ci atteint une valeur maximale de 4.70 méqd'O₂/g pour le savon 1, et une valeur minimale de 4,33 méqd'O₂/g pour le savon 4, les valeurs des indices de peroxyde obtenues pour le savon 2 et le savon 3 sont respectivement 4,69 et ,35 méqd'O₂/g.

III.4.4. Evaluation de l'effet antiseptique des savons

Il est connu que les bactéries à Gram négatif ont une membrane externe ce qui rend leur paroi cellulaire imperméable aux agents antimicrobiens. Ainsi la paroi des Gram positifs est composée uniquement du peptidoglycane ce qui la prédispose à une importante sensibilité aux agents antimicrobiens.

Face aux problèmes dermatologiques, le gypse pourrait apporter une réponse thérapeutique adaptée à ces phénomènes. Ce travail a pour but de démontrer si les quatre

types de savons testés ont un pouvoir antimicrobien sur les souches bactériennes, les résultats de cette étude sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau III.7: Le taux d'inhibition des quatre types du savon.

Types de savons	Avant	Après	Taux d'inhibition
Savon 1(0% gypse)	300	138	39
Savon 2(10% gypse)	300	149	50.66
Savon 3(20% gypse)	214	59	72.43
Savon 4(30% gypse)	26	6	75.31
Savon dettol	81	20	76.92

Les résultats de l'étude microbiologique montre que souches bactériennes de la flore cutanée sont sensible à l'action inhibitrice de nos savons. Au vu de ces résultats, on remarque une large sensibilité des souches bactériennes vis-à-vis du savons préparé à base du 30% de gypse avec un taux d'inhibition de 75.31% et une faible sensibilité pour le savons préparé à base du 0% de gypse. A titre de comparaison de l'effet antimicrobienne de nos savons avec celui de savon dettol, le résultat obtenu montre que ce dernier possède un taux d'inhibition de 76.92 %.

Conclusion
Générale

Notre travail ainsi réalisé nous a permis de caractériser le gypse de Boudjellil et la maîtrise des différentes techniques d'analyse utilisée.

Les savons à base des huiles végétales sont très pris par les consommateurs grâce à leurs vertus dermatologiques, Le gypse. Sa composition est du soufre et du calcium, Le soufre est reconnu pour ses effets contre l'acné légère à modérée. Il assèche la peau et facilite sa guérison, et le calcium est un actif puissant dans la lutte contre le vieillissement cutané, en aidant les peaux matures à retrouver densité et fermeté. Focus sur le calcium, cet actif qui offre une plus grande résistance à ma peau mature.

Au cours de ce travail, quatre types de savon ont été préparés essentiellement à base des huiles végétales et en ajoutant des pourcentages différents de gypse.

Les différentes techniques d'analyse (DRX, IR, ...) utilisées dans ce travail de caractérisation permettent de conclure que Le gypse de la région de Boudjellil est presque pur avec 99 % de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Il est de qualité supérieure.

Les résultats des analyses physico-chimiques montrent qu'ils sont dans les normes.

Les résultats de l'évaluation du pouvoir antiseptique des savons montrent que tous les savons ont révélé des réponses inhibitrices positives.

Références Bibliographiques

- [1] **M^r Hennane Kamel et M^{elle} Ighil Lamia** (Etude et analyse physico-chimique de la matière première (gypse) et de ses impuretés de la carrière de Boudjellil) , université de Bejaia, 2007.
- [2] **Céline MARTIAS** (Synthèse et caractérisation de matériaux composites à base de sulfate de calcium destinés à la protection incendie) pour obtenir le grade de docteur de l'Université du Sud Toulon Var Le 14 octobre 2011.
- [3] **D. Daligand**, (Plâtre, <Techniques de l'ingénieur>, vol. C910, pp. 1-1).
- [4] **Syndicat national des industries des plâtres**, (le plâtre physico-chimique), fabrication et emploi, Edition eyrolles ,1982.
- [5] **Alain ABREAL** (LE GYPSE, Plus qu'un minéral, un minerai) 2008.
- [6] **Pascal Marteau** (gypse) ingénieur –géologue, BRGM 2011.
- [7] **Daniel Daligrand** (techniques de l'ingénieur), c-1/c-910, le plâtre, 5/1987.
- [8] **Bernard Guilhot**, Étude des formes hydratées du Sulfate de Calcium (gypse - plâtres), Thèse de chimie minérale université de Grenoble, mai 1970.
- [9] **Pascale marteau**, (Mémento roches et minéraux industriels / le gypse et anhydride), bureau de recherches géologiques et minières France Orléans : BRGM 1993.
- [10] **Djouad khahina et Tigharmine nabi** (préparation des savons solides a base d'huiles végétales) mémoire de fin d'études 2015.
- [11] **Donkor p.** produire du savon 1986.
- [12] **Duchemin M .C** fabriquer savon, comment fabriquer son propre savon, 7p 2008.
- [13] **Libbey ,2004** progrès en dermato-allergologie ,4^{eme} Edition , à Lille, p206.
- [14] **Marc D, 1993** Cdt centre pour le développement industrielle (convention de Lomé ACP/CEE) : la production de savon.

- [15] **Lecompte S, Louis A., van de putte M. (2008)** : projet de sciences au quotidien : savons chimique et naturels.
- [16] **Cauberge L. (2006)**. la fabrication du savon : aspects techniques, économique et sociaux .p 07-53.
- [17] **Martini M. (2011)**. introduction a la dermopharmacie et a la cosmétologique .N⁰ 3^{eme} édition lavoisire.p :205-206.
- [18] « **Pharmacologie - Définition** » issu de **Journal des Femmes Santé** (sante-medecine.journaldesfemmes.com) est soumis au droit d'auteur, consulté le 03/06/2016 a 16 :58.
- [19] « **Dermatologue - Dermatologie - Quand et pourquoi consulter** » issu de **Journal des Femmes Santé** (sante-medecine.journaldesfemmes.com) est soumis au droit d'auteur. Consulté le 29/05/2017 a 7 :30.
- [20] **boulkras N. (2010)** chimie organique expérimentale.op4.2013.
- [21] **Kone .2000.** fabrication de savon améliorés GATE Technical information Ff.
- [22] **Longobardi F. , ventrella A. , caseillo G., sacco D., catucci L., Agostiano A., kontominas M G (2012)** instrumenta land multivariate statistical analyses for the characterization of the geographical origin of apulian virgin olive oils. food chemistry, 133(2).p579-584.
- [23] [**Angerosa F., servili M. , selvaggini R. , taticchi A., esposto S. , monedoro G F. (2004)** **volatile compounds in virgin olive oil** : occurrence and thier Relationship with the quality .1054, pp17-31.
- [24] **Leray C., 2013.** les lipides (nutrition et santé), édition Lavoisier, paris, ISBN 978-2-7430-14919.
- [25] **Frénot M .et vierling E., 2001,** biochimie des aliments .diététique du sujet bien portant science des aliments 2^{eme} édition .doin.pp79-102]
- [26] **Codex alimentaire. 1989** Norme codex pour les huile d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffiné .Codex STAN 33-1981(rév 1-1989) .

[27] **Ait ben Yousef Aziza et Bendaoui Mourad** (caractérisation physico-chimique) mémoire de fin d'étude 2005.

[28] **Errais, E.** (2011). Réactivité de surface d'argiles naturelles : Etude de l'adsorption de colorants anioniques (Doctoral dissertation, Strasbourg).

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

[30] **Marc Donner, 1993.** Cdt centre pour le développement industriel (convention de lomé ACP/CEE) la production de savon.

Résumé:

L'intérêt de ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation de gypse dans la para-pharmacologie, son but c'est l'élaboration d'un savon dermatologique à base de gypse. Le projet requiert dans un premier temps une caractérisation de gypse de Boudjellil pour identifier les principaux éléments composants ce gypse au moyen des différents équipements d'analyse (IR, DRX, analyse granulométrique). Ensuite analysés les huiles végétales utilisées (taux d'humidité, indice d'acide, indice de saponification, indice de peroxyde) pour vérifier sa qualité, et mettre au point quatre types de savon en utilisant des différentes pourcentages de gypse puis nous allons déterminer les propriétés physico-chimiques des savons préparés et essayés de valoriser leur effet antiseptique.

Mot clés : gypse, anhydrite, para-pharmacologie, savon, dermatologie

Abstract:

The interest of this work registered within the framework of the gypsum valorization in the pharmacological one, its goal is making of dermatological soap containing gypsum. The project initially requires a gypsum characterization of Boudjellil to identify the principal component elements this gypsum by means of the various equipment of analysis (IR, DRX, analyze granulometric) then analyzed plant oils used (water content, acid value, index of saponification, peroxide index) to check its quality, and to develop four types of soap by using different percentages of gypsum then we go given the physicochemical properties of the soaps prepared and tried to develop their disinfectant effect.

Key word: gypsum, anhydrite, Para-pharmacology, soap, dermatology