

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*  
**Université A.MIRA-Bejaia**

**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**  
**Département de Microbiologie**  
**Filière : Sciences biologiques**  
**Option : Biotechnologie microbienne**



Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du diplôme

**MASTER**

*Thème*

Formulation et étude de la stabilité d'un  
détergent liquide vaisselle Pril Isis

Présenté par :

**AITOUCHE Sabrina et ZIANE Tanina**

Soutenu le : jeudi 29 juin 2017

Devant le jury composé de :

<b>M<sup>me</sup> LAINCER F.</b>	<b>MAA</b>	<b>Présidente</b>
<b>M<sup>me</sup> SOUAGUI S.</b>	<b>MAA</b>	<b>Examinatrice</b>
<b>M<sup>lle</sup> BOUKTIT N.</b>	<b>MAA</b>	<b>Promotrice</b>

**Année universitaire : 2016/2017**

# Remerciement

---

*Nous tenons en premier lieu à remercier le bon Dieu le tout puissant*

*Pour nous avoir accordé la santé et la volonté pour bien continuer et terminer ce travail.*

*Ce travail a été réalisé au laboratoire d'analyse au niveau de Henkel Algérie site Reghaïa à Alger.*

*Ce mémoire a été encadré par M<sup>me</sup> **BOUKTIT Nadia** à qui nous exprimons nos plus profondes gratitude*

*Pour sa gentillesse et le temps précieux qu'elle nous a accordé, merci madame pour votre grande*

*Disponibilité et votre patience avec nous, merci pour vos remarques ainsi que vos conseils enrichissants.*

*Nous tenons à dédier nos remerciements à M<sup>me</sup> **LAINCER.F** pour avoir accepté de présider le jury.*

*Un grand merci à l'examinatrice M<sup>me</sup> **SOUAGUI .S** d'avoir accepté d'examiner notre travail,*

*Nous remercions notre co-promoteur **M.Ait Malek Brahim** pour nous avoir accueillies*

*Au sein du laboratoire et pour son appui pour réaliser notre stage.*

*Le mémoire n'est pas seulement une recherche, mais c'est aussi une expérience de vie, nous souhaitons*

*Remercier chaleureusement tous les membres du personnel du laboratoire Henkel*

*En particulier **M.KADDOUR Saïd** technicien du laboratoire Henkel pour*

*Son accompagnement durant la période du stage.*

*Un énorme merci à M<sup>me</sup> **MASSOUDI Saïda** responsable du service recherche et développement de l'entreprise*

*Pour sa gentillesse légendaire et sa grande assistance.*

*Sans oublier de remercier chaleureusement M<sup>lle</sup> **CHENAF Rym** responsable du laboratoire d'analyse*

*Microbiologique pour sa gentillesse et son soutien.*

*Un énorme merci pour nos amis qui nous ont apportées un soutien incontestable.*

*Merci à vous tous.*

*Je dédie ce modeste travail à :*

*La mémoire de mon cousin HASSEN qui nous a quittés très jeune.*

*Mes grands-parents paternels qu'Allah leur pardonne et les accueille dans son vaste paradis.*

*Mes parents qui sont toujours présents à mes côtés,*

*Pour leur amour, soutien, confiance et encouragements,*

*Qu'Allah leur procure bonne santé et longue vie.*

*Mes grands-parents maternels.*

*Mon frère : Sofiane.*

*Mes sœurs : Tassadit et Kahina.*

*Mes tantes et oncles.*

*Mes cousines et cousins.*

*Toute ma famille.*

*Mon binôme et tous les membres de sa famille.*

*Mes amis (es) : SABRINA, AIDA, SAMIA, LEMYA, HOUSSEM, KARIM ...*

*Toute personne que j'ai connue durant mon parcours universitaire.*

*Toute la promotion BM et tous les étudiants du département de Microbiologie.*

*Tanina*

*Je dédie ce modeste travail à ma très chère mère qui m'a tant soutenu,  
Elle est ma source de courage et de patience, qu'elle trouve ici l'expression de toute ma  
reconnaissance.*

*À mon très cher père pour sa patience et sa compréhension.*

*Merci d'avoir été toujours à mes côtés chers parents.*

*Que Dieu vous procure bonne santé et longue vie.*

*À ma grand-mère maternelle Na-TAKHLIT.*

*À mes très chers frères ADEL et ISSAM.*

*À mes cousins et cousines, NASSIMA, IMANE et ALJA.*

*À mes oncles et tantes, ATIKA, LOUIZA et KENZA.*

*À toute ma famille.*

*À mes amies : NAIMA, HALA, ABIR, HANANE, SABIRA, FOUZIA, CIRINA,*

*ROZINA, MAHDIA, SIHAME, AHLEM, SONIA, WALID et HAMZA.*

*À mon binôme ZIANE Tanina et toute sa famille.*

*À tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.*

*Sabrina*

---

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
---------------------------	----------

## **Généralités sur les détergents**

<b>1. Historique .....</b>	<b>2</b>
<b>2. Définition .....</b>	<b>2</b>
<b>3. Les particularités des détergents liquides.....</b>	<b>2</b>
<b>4. La composition d'un détergent liquide vaisselle .....</b>	<b>3</b>
a) Les tensioactifs .....	3
b) Les adjuvants .....	3
<b>4.1.Les types des tensioactifs .....</b>	<b>4</b>
<b>4.2.Propriétés des tensioactifs .....</b>	<b>6</b>
a) Concentration micellaire critique CMC .....	6
b) La tension superficielle .....	7
c) Le point de trouble .....	7
d) Balance hydrophile – lipophile (HLB) .....	7
<b>4.3.Les différents pouvoirs des tensioactifs .....</b>	<b>8</b>

## **Présentation de l'organisme d'accueil**

<b>1. Présentation de l'entreprise Henkel .....</b>	<b>9</b>
1.1.Domaine d'activité .....	9
1.2.Implantation géographique .....	10
1.3.Organisation de Henkel site Reghaïa .....	10
1.4.Présentation du processus de fabrication .....	11

## **Matériel et méthodes**

<b>1. Formulation du détergent liquide Pril Isis .....</b>	<b>13</b>
1.1. Les matières utilisées pour la préparation du liquide vaisselle Pril Isis .....	13
1.2. Préparation du détergent Pril Isis .....	18
1.3. Préparation d'une nouvelle formule du détergent liquide Pril Isis .....	22
1.4. Etude de la stabilité des formules .....	24

## Résultats

I. Les résultats des analyses physico-chimiques .....	26
I.1. Matières premières .....	26
I.2. Formules après la préparation.....	26
I.3. La stabilité des formules préparées .....	27
II. Les résultats des analyses microbiologiques .....	33
II.1. Les résultats obtenus après 72 heures d'incubation .....	33
II.2 Les résultats obtenus après 7 jours d'incubation .....	34

## Discussion

I. Les analyses physico-chimiques obtenus avec les six formules à différents types d'eau .....	35
I.1 Les formules préparées à l'eau brute .....	35
I.2 Les formules préparées à l'eau distillée .....	36
I.3 Les formules préparées à l'eau adoucie .....	37
II. Les analyses microbiologiques effectuées sur les six échantillons à différentes températures .....	37
II.1 Après 72 heures d'incubation sur les milieux TSA à 30°C et SDA à 20°C .....	37
II.2 Après 7 jours d'incubation dans les milieux TSA à 30°C et SDA à 40°C .....	38
 Conclusion et perspectives.....	39

## Références bibliographiques

## Annexes

**AES** : Lauryl-ether sulfate de sodium.

**CMC** : Concentration micellaire critique.

**Cp** : Centipoise.

**EA-C** : L'eau adoucie sans conservateur.

**EA+C** : L'eau adoucie avec conservateur.

**EB-C** : L'eau brute sans conservateur.

**EB+C** : L'eau brute avec conservateur.

**ED-C** : L'eau distillée sans conservateur.

**ED+C** : L'eau distillée avec conservateur.

**ENAD** : Entreprise national algérienne des détergents

**HLB**: Balance hydrophile-lipophile.

**LAS**: L'acide sulfonique.

**LTH**: Lecithine-Tween-Histidine.

**MA** : La matière active.

**NET** : Noir Eriochrome T.

**SDA**: Sabouraud Dextrose Agar.

**TSA**: Tryptone Soy Agar.

.

<b>Figure 01:</b> Représentation générale d'un tensioactif.....	4
<b>Figure02 :</b> Détermination de la concentration micellaire critique.....	6
<b>Figure 03 :</b> L'organigramme des unités du groupe Henkel en Algérie.....	10
<b>Figure 04 :</b> L'organisation du site Reghaïa .....	10
<b>Figure 05:</b> Image représentant le colorimètre utilisé.....	14
<b>Figure 06:</b> Montage expérimental pour la détermination de la teneur en matière active...15	
<b>Figure 07:</b> Schéma représentatif de la mesure de densité.....	16
<b>Figure 08:</b> Montage expérimentale de la dureté de l'eau.....	17
<b>Figure 09 :</b> Schéma représentatif des ingrédients mineurs utilisés dans la formule.....	18
<b>Figure 10:</b> Schéma descriptif des différentes étapes de la préparation.....	20
<b>Figure 11:</b> Viscosimètre muni d'un régulateur de température.....	21
<b>Figure 12:</b> Schéma représentatif des étapes de préparation de Pril Isis au laboratoire.....	24
<b>Figure 13 :</b> Évolution de la viscosité des formules EB-C & EB+C au cours du temps aux différentes températures.....	27
<b>Figure 14 :</b> Évolution du pH des formules EB-C & EB +C au cours du temps à des différentes températures.....	28
<b>Figure 15:</b> Évolution de point de trouble des formules EB-C & EB +C au cours du temps à des différentes températures.....	28
<b>Figure 16 :</b> Évolution de la viscosité des formules ED-C & ED +C au cours du temps à des différentes températures.....	29
<b>Figure 17 :</b> Évolution du pH des formules ED-C & ED +C au cours du temps à des différentes températures.....	30
<b>Figure 18 :</b> Évolution de point trouble des formules ED-C & ED +C au cours du temps à des différentes températures.....	30
<b>Figure 19 :</b> Évolution de la viscosité des formules EA-C & EA +C au cours du temps à des différentes températures.....	31
<b>Figure 20 :</b> Évolution du pH des formules EA-C & EA +C au cours du temps à des différentes températures.....	31
<b>Figure 21 :</b> Évolution du point trouble des formules EA-C & EA +C au cours du temps à des différentes températures.....	32
<b>Figure 22 :</b> Images de quelque échantillons obtenu au cours de stabilité (A : EB(- et +)C à 50°C, B : ED(- et +)C à 0°C et C : EA(- et +)C à 40°C).....	33
<b>Figure 23 :</b> Lecture des milieux TSA et SDA après 72 heures.....	34



**Figure 24** : Lecture de milieu SDA après 7 jours d'incubation.....34

<b>Tableau I</b> : Les différents types de tensioactifs .....	5
<b>Tableau II</b> : Valeurs de HLB et propriétés associées .....	7
<b>Tableau III</b> : Les différents pouvoirs des tensioactifs .....	8
<b>Tableau IV</b> : Les composants de la formule Pril Isis.....	18
<b>Tableau V</b> : Les résultats des analyses globales des matières premières.....	26
<b>Tableau VI</b> : Les paramètres physico-chimiques des six formules préparées.....	26
<b>Tableau VII</b> : L'aspect général après un mois du détergent liquide préparé.....	32
<b>Tableau VIII</b> : Résultats des analyses microbiologiques après 72h d'incubation.....	33
<b>Tableau IX</b> : Résultats des analyses microbiologiques après 7 jours d'incubation.....	34

# Introduction

Le souci de propreté et d'hygiène ne date pas d'aujourd'hui, il a vraiment pris toute son importance à la fin du siècle dernier. L'élévation du niveau de vie, l'évolution des mentalités, la multiplication des salissures dans une société plus en plus industrialisée et urbanisée, tous ces éléments et bien d'autres ont fait que ce qui demeurait autre fois un luxe est devenu aujourd'hui une nécessité absolue (**Charles, 1980**).

Les produits détergents jouent un rôle essentiel dans notre vie quotidienne, ceux sont les symboles de la civilisation et du progrès et sont à multiples usages. Ils nous aident à préserver notre santé, à prendre soin de nos maisons et de nos bains, et à rendre notre environnement plus plaisant, et ce, en permettant d'éliminer en toute sécurité les salissures, les microorganismes et les autres contaminants (**Kuo-Yann, 2005**).

Le chemin parcouru par le savon depuis longtemps, de la barre de savon élémentaire aux détergents élaborés d'aujourd'hui confirme le progrès apporté par l'industrie des savons et détergents dans les domaines ménagers et industriels (**Charles, 1980**).

Les détergents aujourd'hui sont des produits de grande consommation, qui sous leurs formes variées solide, poudre ou liquide sont largement répartis dans pratiquement tous les pays (**Smallwood, 2010**). Les industries des détergents liquides ne cessent de développer de nouvelles formulations de détergents de synthèse à base de tensioactifs, ces innovations apportées permettent d'avoir une meilleure qualité de détergence (**Nerdello-Rataj et Ho Tan Tai, 2006**).

Le marché Algérien a connu au cours de ces dernières années une émergence de produits d'entretien incluant les détergents liquides comme Pril-Isis détergent vaisselle ; grâce à l'implantation de différentes entreprises telle que Henkel en Algérie.

Le consommateur Algérien, comme tous les consommateurs du monde, attiré par la couleur, l'apparence et l'odeur du détergent sans compter sa stabilité physico-chimique et microbiologique qui sont des paramètres déterminants pour juger de son efficacité.

Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes intéressées à l'élaboration de trois formules de détergent vaisselle Pril Isis à l'échelle laboratoire au niveau de l'entreprise Henkel Reghaïa dans le but d'étudier leur stabilité physico-chimique et microbiologique au cours du temps à différentes températures, et ce, en utilisant trois types d'eau soit l'eau brute, distillée et adoucie en présence ou en absence d'un conservateur.

# Generalités sur les détergents

### 1. Historique

Le détergent le plus ancien est le savon, connu par les sumériens depuis 2500 avant Jésus-Christ. Il a été considéré comme un produit cosmétique pendant plus de 3000 ans, ce n'est que dans les derniers 100 ans qu'il est devenu un agent de lavage (Smulders, 2002).

En 1907, Fritz Henkel et ses fils lancèrent le premier détergent dit « autoactif », Persil, c'est le point de départ d'une concurrence à l'innovation, dans le but d'améliorer l'efficacité des détergents et réduire leurs effets néfastes sur l'environnement (Nardello-Rataj et Ho Tan Tai, 2006).

Aujourd'hui, les détergents liquides sont devenus indispensables dans la vie quotidienne.

### 2. Définition

On appelle détergent liquide toute substance ou mélange de tensioactifs et d'autres auxiliaires destinés au processus de lavage ou de nettoyage. Les tensioactifs à la base de la formulation des détergents liquides sont disponibles dans une grande variété de forme selon leur utilisation (Charles, 1980) :

- Liquide vaisselle
- Lessive liquide pour les tâches massives
- Liquide vaisselle pour lavage automatique.

### 3. Les particularités des détergents liquides (Nardello-Rataj et Ho Tan Tai, 2006)

- Se dissolvent rapidement dans l'eau,
- Faciles à doser,
- Ne génèrent pas de poussières,
- Efficacité de lavage,
- Stabilité chimique,
- Produits biodégradables.

### 4. La composition d'un détergent liquide vaisselle

La formulation du détergent liquide vaisselle est composée de quatre constituants primordiaux (**Ho Tan Tai et Nardello-Rataj, 2001**) :

#### a) Les tensioactifs :

Ils sont les constituants principaux de la formulation du détergent liquide vaisselle responsable de l'action de lavage. Ils sont divisés en trois grandes familles :

- Les tensioactifs ioniques (anioniques et cationiques),
- Les tensioactifs amphotères,
- Les non-ioniques (**Nardello-Rataj et Ho Tan Tai, 2006**).

Les tensioactifs anioniques sont les plus répandus dans les détergents liquides, l'alkylbenzène sulfonate linéaire (LAS) étant le plus utilisé.

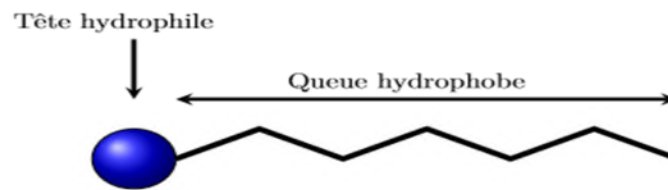
#### b) Les adjuvants :

Ceux sont des additifs complémentaires utilisés pour améliorer et renforcer les tensioactifs (**Ksouri, 2010**) :

- **Les enzymes** : Ceux sont des biocatalyseurs puissants, introduits dans les produits lessiviels pour diminuer le temps de lavage et l'effort fournis, les amylases (stainzyme) (**Nardello-Rataj et Ho Tan Tai, 2006**).
- **Les stabilisateurs** : Ceux sont des agents hydrotrophes favorisant la stabilité des ingrédients peu solubles comme le bicarbonate de sodium.
- **Les conservateurs** : Ceux sont des substances chimiques indispensables, introduits dans les détergents liquides, ils permettent d'empêcher le développement des microorganismes, exemple le parmétol (**Brika, 2013**).
- **Les parfums** : Ils sont Utilisés dans les détergents liquides pour masquer les mauvaises odeurs de certains ingrédients et conférer au détergent une odeur agréable telle que celle du citron (**Ho Tan Tai et Nardello-rataj, 2001**).
- **Les colorants** : Ils donnent aux détergents une couleur attirante comme le jaune de tartazine (**Ksouri, 2010**).

### 4.1. Les types des tensioactifs

Les tensioactifs forment l'une des plus grandes familles d'auxiliaires chimiques. Ils sont présents dans plusieurs domaines d'activités et sont très utilisés dans l'industrie des détergents, particulièrement les tensioactifs anioniques grâce à leur action très moussante et très détergente (**Brika, 2013**). On entend par tensioactifs, tous composés amphiphiles ayant une grande activité aux interfaces air / eau ou huile/eau, ils sont constitués d'une partie hydrophile et d'une partie hydrophobe « lipophile » (**figure 01**) (**Fameau et al., 2012**).



**Figure 01:** Représentation générale d'un tensioactif.

Un bon tensioactif doit : (**Nardillo-Rataj et Ho Tan Tai, 2006**).

- Être un bon agent mouillant,
- Être capable d'enlever les salissures,
- Avoir une bonne solubilité,
- Être peu ou pas sensible à la dureté de l'eau,
- Avoir de bonnes propriétés dispersantes.

Les tensioactifs sont classés selon la nature de leur partie hydrophile en trois grandes familles présentées dans le tableau suivant :



**Tableau I : Les différents types de tensioactifs (Broze, 1999 ; Smulders, 2002).**

Nom	Définition	Principales propriétés	Exemples
<b>Ioniques</b> (cationiques <sup>+</sup> ou anioniques <sup>-</sup> )	<p><b>Cationiques :</b> groupements fonctionnels s'ionisant en solution aqueuse pour fournir des ions chargés positivement</p> <p><b>Anioniques :</b> groupements fonctionnels s'ionisant dans l'eau pour fournir des ions organiques chargés négativement</p>	<p>Activité désinfectante, peu mouillants</p> <p>Les plus courants, peu onéreux, bonne activité détergente, moussante et mouillante, bonne biodégradabilité</p>	<p>Amine grasse primaire, Acétate d'amine, Amine grasse N,N-substituée, Chlorhydrate d'amine N,N substituée Polyxyéthylène d'amine grasse Sel d'ammonium quaternaire</p> <p>sulfate d'alkyle Alkyle benzène sulfonate Oléfinesulfonate (oléfinesulfonate si R=H) Sulfate d'alkyle éther</p>
<b>Non ioniques</b>	Groupements fonctionnels ayant une grande affinité pour l'eau mais ne s'ionisant pas	Bonne synergie avec les anioniques, peu moussants, bons mouillants, bons dispersants, dégraissants et empêche la redéposition	Ether de polyéthylène-glycol Polyxyéthylène d'alkylphénol Ethanol amide d'acide gras N, N- éthanol amide d'acide gras
<b>Zwitterioniques</b> (amphotères ou ampholytes -/+)	Groupements fonctionnels qui peuvent suivant les conditions du milieu s'ioniser dans l'eau positivement ou négativement	Peu agressifs sur les tissus vivants, présents dans certains détergents désinfectants	Dérivés d'acides aminés Acylamphoacetate Alkyl aminopropionic acid Sodium coco glycinate Aminopropyl alkylglutamide.

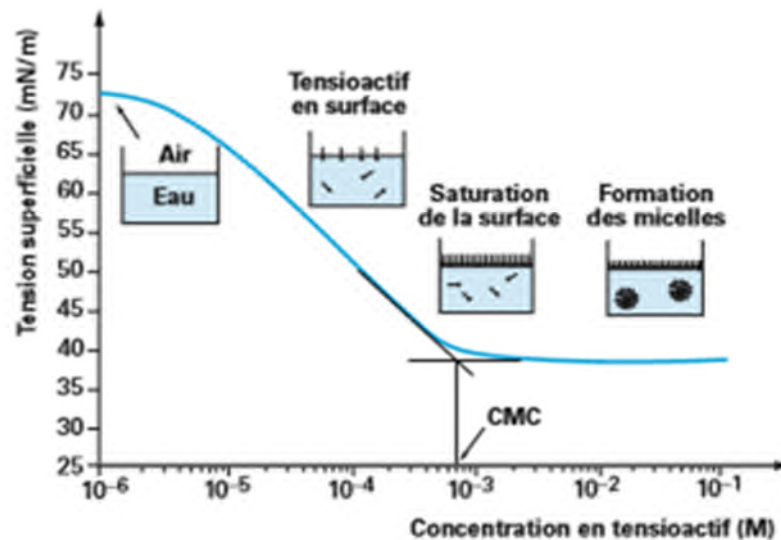
## 4.2. Propriétés des tensioactifs

### a) Concentration micellaire critique (CMC)

Un composé tensioactif en contact avec l'eau se comporte à l'interface liquide/air de manière que les portions hydrophobes soient situées à la phase vapeur et les portions hydrophiles est tendant soient à la phase liquide (**Nardello-rataj et Ho Tan Tai, 2006**).

Dés que la concentration en tensioactifs dépasse un certain seuil, il y'a formation d'agrégats ordonnés entrainés par les changements dans les propriétés physiques et électriques des solutions détergentes, ces agrégats attribués à la formation soudaine de micelles, dont le rôle est la solubilisation. (**Glardi, 2011**).

Les micelles se forment à partir d'une concentration donnée appelée concentration micellaire critique CMC déterminée en traçant la variation d'une propriété physique donnée en fonction de la concentration en tensioactif (**figure 02**) (**Nardello-rataj et Ho Tan Tai, 2006**).



**Figure 02** : Détermination de la concentration micellaire critique (**Nardello-rataj et Ho Tan Tai, 2006**).

- Les facteurs influençant la CMC sont :
  - La température,
  - La longueur de la chaîne hydrophile,
  - La longueur de la chaîne hydrophobe.

### b) La tension superficielle

On parle d'une tension superficielle lorsqu'il s'agit d'une interface liquide/gaz.

Elle résulte des forces intermoléculaires qui agissent sur les molécules à la l'intérieur du liquide et à la surface (forces de Van der Waals), ces molécules vont subir l'action de ces forces vers l'intérieur du liquide où elles vont être équilibrées par l'intervention d'une tension élastique tout au long de la surface (**Nardello-Rataj et Ho Tan Tai, 2006**).

La tension superficielle dépend de la température et de la nature du liquide.

### c) Le point de trouble

C'est une propriété caractéristique des tensioactifs non-ioniques, c'est la température de l'apparition d'un déphasage (trouble), il est proportionnel à la longueur des chaînes hydrophiles et hydrophobes (**Batigöç et Akbas, 2011**).

Le point de trouble est très sensible aux impuretés.

### d) Balance hydrophile – lipophile (HLB)

C'est un système de classification de tensioactifs mis au point par Griffin en 1949, qui s'obtient par un rapport entre la partie hydrophile et la partie lipophile d'un tensioactif. Cette balance est liée à la solubilité du tensioactif et permet d'en déterminer les propriétés (**Deguillard, 2014**). Les valeurs de la HLB s'échelonnent entre 0 et 20 (**tableau II**).

**Tableau II** : Valeurs de HLB et propriétés associées (**Deguillard, 2014**).

Propriété	Zone HLB
Anti mousse H/E	1,5-3
Emulsifiant eau	3-6
dans huile	
Agent mouillant	7-9
Emulsifiant huile	12-16
dans eau	
Détergent	13-15
Solubilisant	15-18

### 4.3. Les différents pouvoirs des tensioactifs

Le tableau suivant présente un récapitulatif des différents pouvoirs des tensioactifs ainsi que leurs spécifications.

**Tableau III : Les différents pouvoirs des tensioactifs (Nardello-Rataj et Ho Tan Tai, 2006 ; Brika, 2013).**

Les pouvoirs des tensioactifs	Spécification du pouvoir
<b>Pouvoir détergent</b>	Implique la détergence au sens large et correspond à la séparation des salissures de leur substrat.
<b>Pouvoir moussant</b>	C'est le degré d'aptitude à former de la mousse, caractérisé par la hauteur initiale de la mousse et sa stabilité au cours de temps.
<b>Pouvoir mouillant</b>	C'est le degré d'aptitude à la mouillance, caractérisé par l'étalement sur la surface lisse et la pénétration dans les substances poreuses.
<b>Pouvoir émulsionnant</b>	C'est le degré d'aptitude d'un détergent à faciliter la formation d'une émulsion par dispersion d'un liquide dans un autre liquide non miscible et les maintenir en suspension.
<b>Pouvoir dispersant</b>	C'est l'aptitude d'un tensioactif à augmenter la stabilité des suspensions de petites particules solides dans un liquide pour éviter leur agrégation.
<b>Pouvoir solubilisant</b>	Il correspond à la solubilisation d'une grande variété de composés insolubles dans l'eau telle que les acides gras grâce aux micelles formées par les tensioactifs.

# Présentation de l'organisme d'accueil

## 1. Présentation de l'entreprise Henkel

Dans ce chapitre, nous allons présenter l'usine où nous avons réalisé notre stage de fin de cycle (Henkel Algérie) avec une description de son organisation ainsi que le procédé utilisé pour l'élaboration de trois formules du liquide vaisselle Pril-Isis.

L'histoire de l'entreprise commence en 1876 avec **FRITZ HENKEL**, un marchand de 28 ans passionné de science. Le 26 septembre 1876, il fonde avec deux associés l'entreprise Henkel & Cie à Aix-la-Chapelle, et commercialise son premier produit, un détergent universel à base de silicate de sodium

Ensuite, cette famille allemande d'entrepreneurs avec ces milliers d'employés ont transformé Henkel en une entreprise internationale.

Henkel s'est implanté en Algérie, le 23 mai 2000 suite à un accord entre l'ENAD et le Groupe Henkel qui a conduit à la création de l'entreprise **Henkel-ENAD ALGERIE (HEA)** avec un capital de 1.760 milliards de dinars réparti 60% pour Henkel et 40% pour l'ENAD. <sup>[1]</sup>

### 1.1. Domaine d'activité

Le groupe Henkel est présent sur trois secteurs d'activités à l'échelle internationale :

Détergents et produits d'entretien, soins de beauté et les colles et adhésifs. Cette entreprise a son siège mondial à Düsseldorf, en Allemagne. <sup>[1]</sup>

Sur l'échelle nationale, Henkel Algérie opère dans deux secteurs d'activité : les détergents et produits d'entretien (Laundry & Home Care) ainsi que les colles et adhésifs (Adhesive technologie) avec un effectif de 1132 employés pour la fabrication et la commercialisation des détergents liquides et de l'eau de Javel en différentes variantes de parfums et de formats pour le marché algérien. <sup>[2]</sup>

---

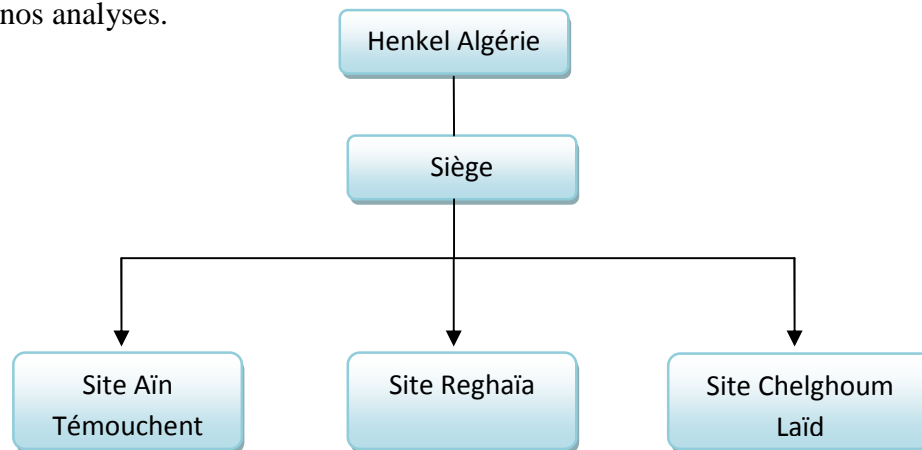
<sup>[1]</sup> [www.henkel.com](http://www.henkel.com)

<sup>[2]</sup> [www.henkelalgerie.com](http://www.henkelalgerie.com)

## 1.2. Implantation géographique

Henkel possède trois sites en Algérie dont le siège social est à Daly Brahim, Alger. Le premier site spécialisé de la fabrication des produits liquides est situé dans la zone industrielle de Reghaïa, le second localisé à Aïn Témouchent, et le troisième à Chelghoum Laïd sont spécialisés dans la fabrication des poudres. La **figure 03** montre l'organigramme des unités du groupe Henkel en Algérie.

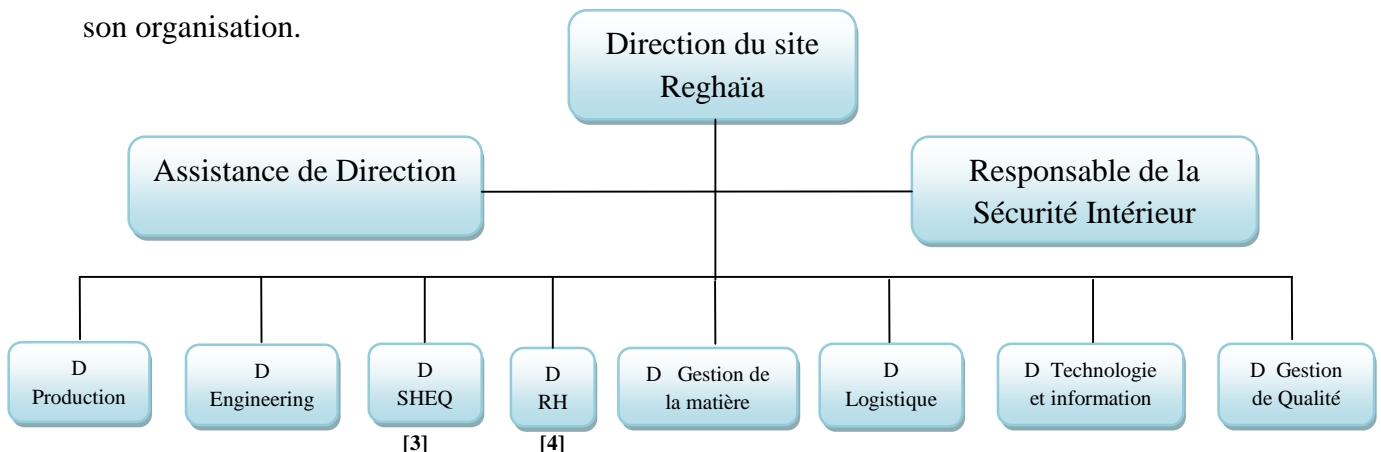
Ce travail a été effectué au site de Reghaïa où le détergent liquide vaisselle Pril Isis est le sujet de nos analyses.



**Figure 03** : L'organigramme des unités du groupe Henkel en Algérie.

## 1.3. Organisation de Henkel site Reghaïa

La direction du site de Reghaïa est composée de 08 départements, la **figure 04** montre son organisation.



**Figure 04** : L'organisation du site Reghaïa.

<sup>[3]</sup> Département : Sécurité hygiène environnement qualité.

<sup>[4]</sup> Département : Ressource humaine.

Notre stage a été effectué au niveau du laboratoire d'analyse du département Sécurité Hygiène Environnement Qualité. Ce département est réparti en deux services : Service hygiène environnement et Service contrôle de qualité.

Les principales missions du département sont : assurer une qualité qui répond aux exigences des standards Henkel, minimiser et éliminer les non-conformités, et introduire les notions de la qualité dans l'esprit des agents de fabrication.

### **1.4.Présentation du processus de fabrication (Ramoul, 2016)**

La fabrication des détergents comprend toute une série d'opérations de transformation et de conditionnement. La sélection des matières premières est la première étape de la fabrication. Ces matières suivent divers processus pour aboutir au produit fini dont celui.

#### **a. D'approvisionnement**

La production de Pril Isis nécessite l'utilisation de plusieurs matières premières dont l'approvisionnement se fait au niveau national et international. Cependant les matières premières sont choisies en fonction de nombreux critères. Leur sécurité pour les humains et l'environnement ; leur coût ; et leur compatibilité avec d'autres ingrédients du produit fini.

#### **b. De dépotage**

Ce processus permet le transfert des différentes matières premières vers les bacs de stockage à l'aide de pompes.

#### **c. De traitement de l'eau**

L'eau tirée du forage située au niveau de l'entreprise est une eau brute qui va subir un traitement suivant les normes de Henkel pour avoir une eau adoucie prête à être utilisée et stockée dans des bacs de stockage.

#### **d. De préparation**

Il se fait en trois phases : 1<sup>ère</sup> phase (tensioactif (acide sulfonique) + soude) ; 2<sup>ème</sup> phase (ajout d'un tensioactif (AES)) ; 3<sup>ème</sup> phase (ajout des autres ingrédients (les adjuvants)). L'ajout des matières se fait automatiquement et manuellement.



**e. Processus de soufflage :**

Il se fait à l'aide d'une souffleuse afin de transformer les préformes en bouteilles.

**f. Processus de conditionnement :**

Ce processus consiste en le remplissage des bouteilles; leur bouchonnage ; leur étiquetage ; leur emballage ; leur mise en palettes puis leur transfert vers l'aire de stockage.

**g. Processus de recyclage :**

Il se fait pour les déchets solides par la collecte des bouteilles non-conformes et endommagées dans des bacs spéciaux pour les recycler, et pour les liquides par récupération et réinjection dans des cubitainers après les avoir analysés pour la détection d'une éventuelle contamination.

# Matériel et méthodes

L'objectif de ce travail est d'étudier la stabilité d'un produit détergent liquide vaisselle, d'une nouvelle formule afin de tester l'influence du type de l'eau et l'absence ou présence de conservateur sur la qualité et la durée de sa conservation. Pour se faire, plusieurs préparations utilisant des méthodes spécifiques au laboratoire d'analyse Henkel Algérie site Reghaïa sont réalisées.

### 1) Formulation du détergent liquide Pril Isis

#### 1.1. Les matières utilisées pour la préparation du liquide vaisselle Pril Isis

##### Les principaux ingrédients

###### a. Acide sulfonique (voir annexe A)

L'acide dodécyl-benzène sulfonique est un surfactant anionique utilisé après sulfonation comme composant dans les agents de lavage et de nettoyage liquide et en poudre (**Broze, 1999**), son pourcentage en matière active dans les détergents liquides est de 96%.

###### b. Soude caustique

Elle est utilisée dans l'industrie des détergents liquides pour la neutralisation de l'acide sulfonique.

###### c. L'AES

Le lauryl-ether sulfate de sodium c'est un tensioactif anionique très utilisé dans la fabrication des détergents liquides (**Broze, 1999**), sa teneur en matière active est de 70% et son pH = 8.

###### d. La bétaine (voir annexe A)

La cocomido propyl bétaine est un tensioactif amphotère, sa teneur en matière active est de 32% et son pH = 7, elle est utilisée dans les fabrications des détergents liquides pour améliorer la viscosité (**Rubin et Van Blarcon, 1983**)

###### e. L'eau (voir annexe A)

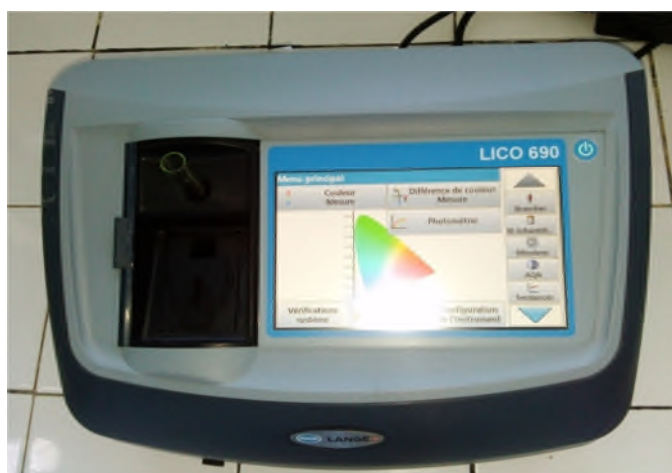
Elle est le composé majoritaire dans la formulation des détergents liquides, elle représente 80% de la formule.

## Contrôle des matières premières à la réception

### a) Mesure de l'intensité de la couleur de l'acide sulfonique (LAS)

#### Mode opératoire <sup>[1]</sup>

Une masse de 5g de LAS a été mise dans un bécher et une solution de 100 ml a été préparée en rajoutant de l'eau distillée sous agitation. Le colorimètre (**figure 05**) doit être étalonné avec l'eau distillée avant de mettre l'échantillon et la valeur affichée est lue en Klatt.



**Figure 05:** Image représentant le colorimètre utilisé.

### b) Mesure de la teneur en matière active l'acide sulfonique (LAS) et AES

#### Mode opératoire <sup>[1]</sup>

Préparation de l'échantillon :

Une masse de 1 à 2,5g de LAS ou AES a été mise dans un bécher et une solution de 500 ml a été préparée en rajoutant de l'eau distillée sous agitation.

Pour la détermination de la teneur en matière active, une méthode d'analyse qui consiste à déterminer le taux des tensioactifs anioniques par la méthode de titrage à deux phases en milieu acide (Epton Method) est utilisée (**figure06**) dans les étapes sont les suivante :

15ml de chloroforme et 10 ml d'indicateur mixte (dimidium bromide et disulphure bleu) (annexe A) ont été introduits dans le récipient de titrage contenant 10 ml de la solution

<sup>[1]</sup> Méthodes d'analyse Henkel

d'échantillon préalablement préparée en présence de 50 ml d'eau distillée sous agitation. Le titrage se fait avec la solution d'hyamine jusqu'au virage de la couleur rose vers un gris avec une nuance bleu.



**Figure 06:** Montage expérimental pour la détermination de la teneur en matière active.

La teneur en matière active est calculée selon l'équation suivante :

$$\%MA = \frac{C \cdot F \cdot V \cdot M \cdot K}{W \cdot 1000 \cdot P} \cdot 100.$$

%MA : la teneur en MA.

C : molarité de la solution d'hyamine.

F : facteur de titrage de la solution d'hyamine standard. (Annexe A)

V : volume de la solution d'hyamine utilisée (ml).

M : masse molaire du tensioactif (g/mol).

K : volume du ballon gradué utilisé pour la solution échantillon (ml).

W : masse de l'échantillon de tensioactif en g.

P : volume de l'échantillon prélevé à la pipette (ml).

### c) Mesure du pH de l'AES :

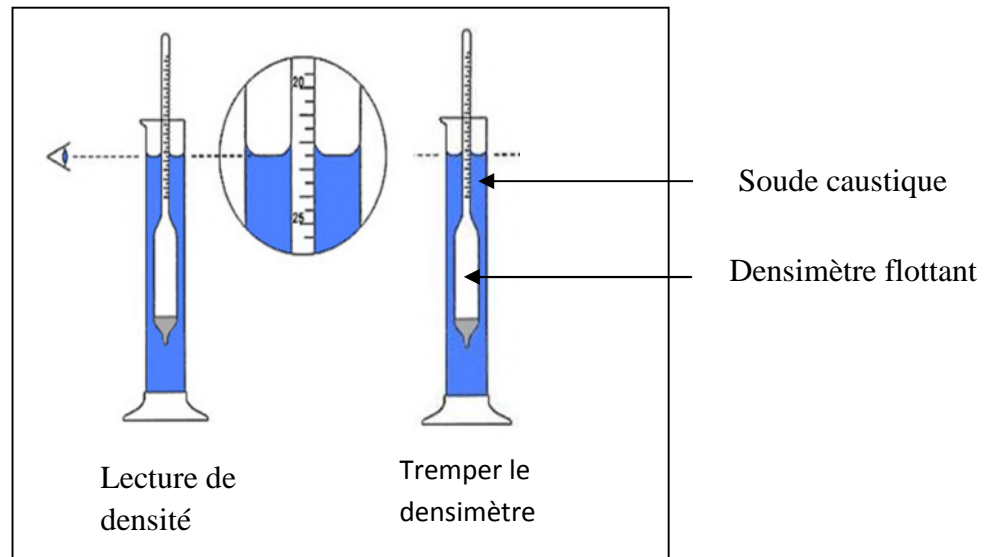
Le pH est défini comme le logarithme décimal négatif de l'activité des ions hydrogènes dans une solution d'acide déterminé mathématiquement selon l'équation suivante :

$$pH = -\log[H^+]$$

### Mode opératoire : <sup>[1]</sup>

Une masse de 10 g de l'AES a été mélangée avec de l'eau distillée jusqu'à avoir un volume de 100 ml et la valeur du pH est ainsi prise.

#### d) Mesure de la densité (soude caustique)



**Figure 07:** Schéma représentatif de la mesure de densité.

### Mode opératoire : <sup>[1]</sup>

Une éprouvette de 250 ml est remplie avec de la soude caustique puis un densimètre flottant est introduit dedans afin de lire la valeur (45,74) (**figure 07**), cette valeur est analysée avec la valeur correspondante dans la table.

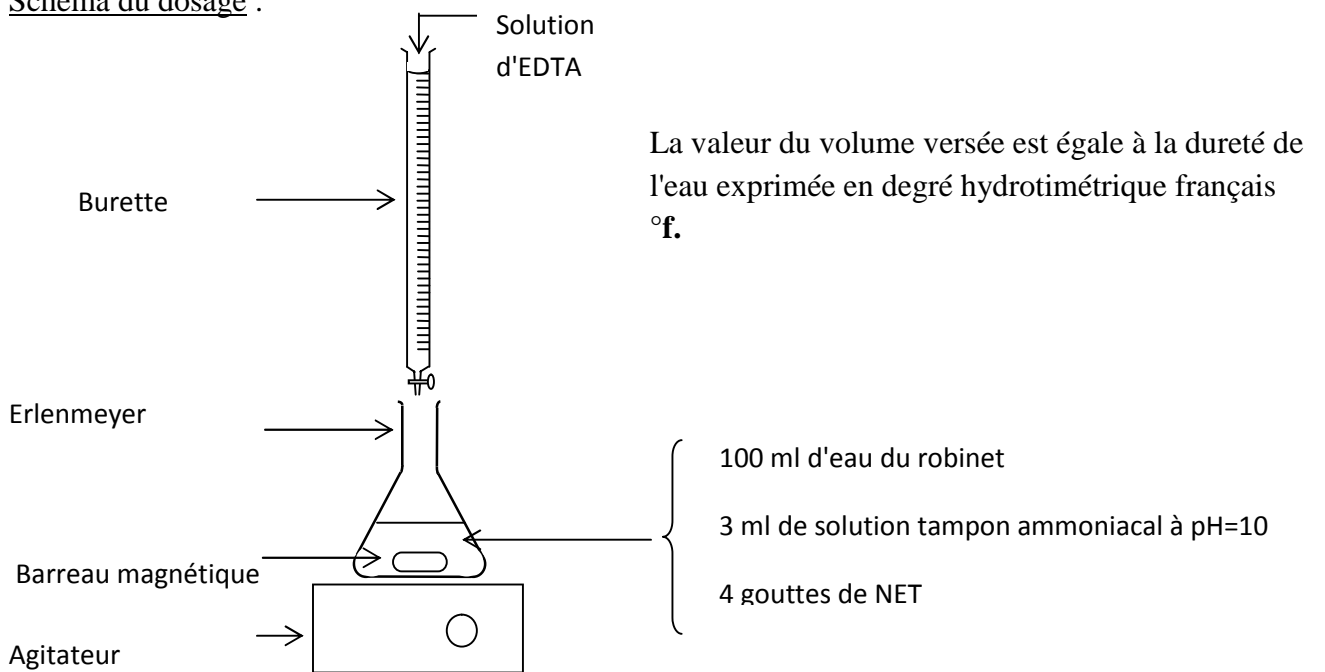
#### e) Mesure de la dureté de l'eau :

### Mode opératoire : <sup>[1]</sup>

- Mettre un bécher sous la burette,
- Rincer la burette avec un peu de la solution d'EDTA 0,01 M,
- Introduire la solution d'EDTA et ajuster le niveau de liquide à zéro, (**figure08**)
- Mettre 100 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer de 250 ml préalablement rincé avec de l'eau distillée,
- A l'aide d'une pipette graduée et d'une propipette introduire 3 ml d'une solution aqueuse de pH = 10 (solution tampons ammoniacal),

- Ajouter 2 ou 4 gouttes de NET (indicateur coloré : Noir Eriochrome T) jusqu'à ce que la solution se colore en rose,
- Mettre l'ensemble sous fiable agitation,
- Titrer goutte part goutte jusqu'au virage de la couleur rose vers du bleu clair,
- Noter la valeur du volume versé correspond à la TH de l'eau.

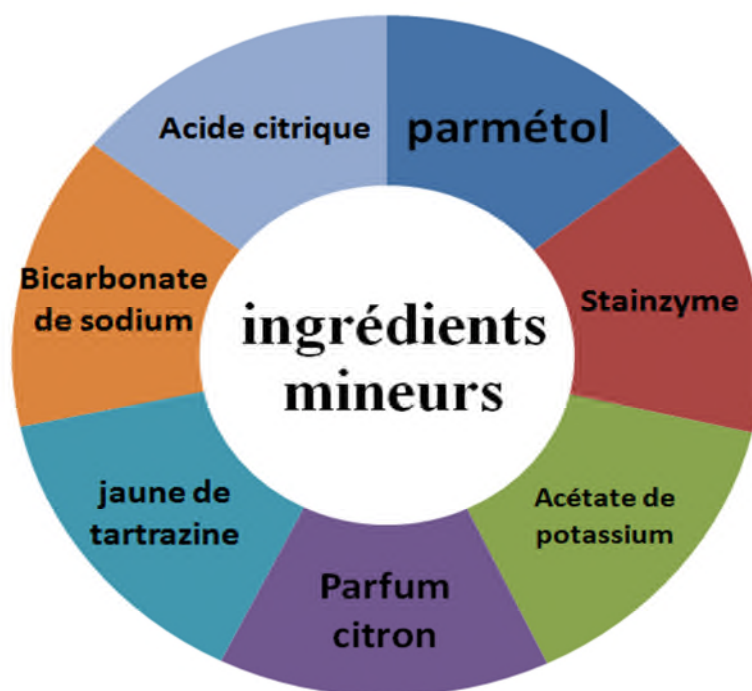
Schéma du dosage :



**Figure 08:** Montage expérimentale de la dureté de l'eau.

### **Les ingrédients mineurs : (voir annexe A)**

D'autres ingrédients sont utilisés pour avoir un produit représentatif et plus attirant qui sont présentés dans le schéma ci-dessous :



**Figure 09** : Schéma représentatif des ingrédients mineurs utilisés dans la formule.

## 1.2. Préparation du détergent Pril Isis <sup>[2]</sup>

### 1.2.1 Les composants de la formule

Pour la préparation du détergent Pril Isis, les composants illustrés dans le tableau suivant ont été utilisés :

**Tableau IV** : Les composants de la formule Pril Isis.

	Composants	Spécification
1	L'eau adoucie	TH = 1°f
3	LAS	95%
3	La soude caustique	45%
4	L'AES	70%
5	Parmétol	100%
6	Parfum citron	100%
7	Acétate de potassium	100%
8	Jaune de tartrazine	85%
9	Stainzyme	100%
10	Bétaïne	37%

<sup>[2]</sup> Méthode de préparation Henkel



### 1.2.2 Les étapes de la préparation

La préparation se déroule en trois phases : (figure10)

#### 1<sup>ère</sup> phase :

Mettre l'acide sulfonique avec la soude caustique en présence d'eau sous agitation, c'est la réaction de neutralisation.

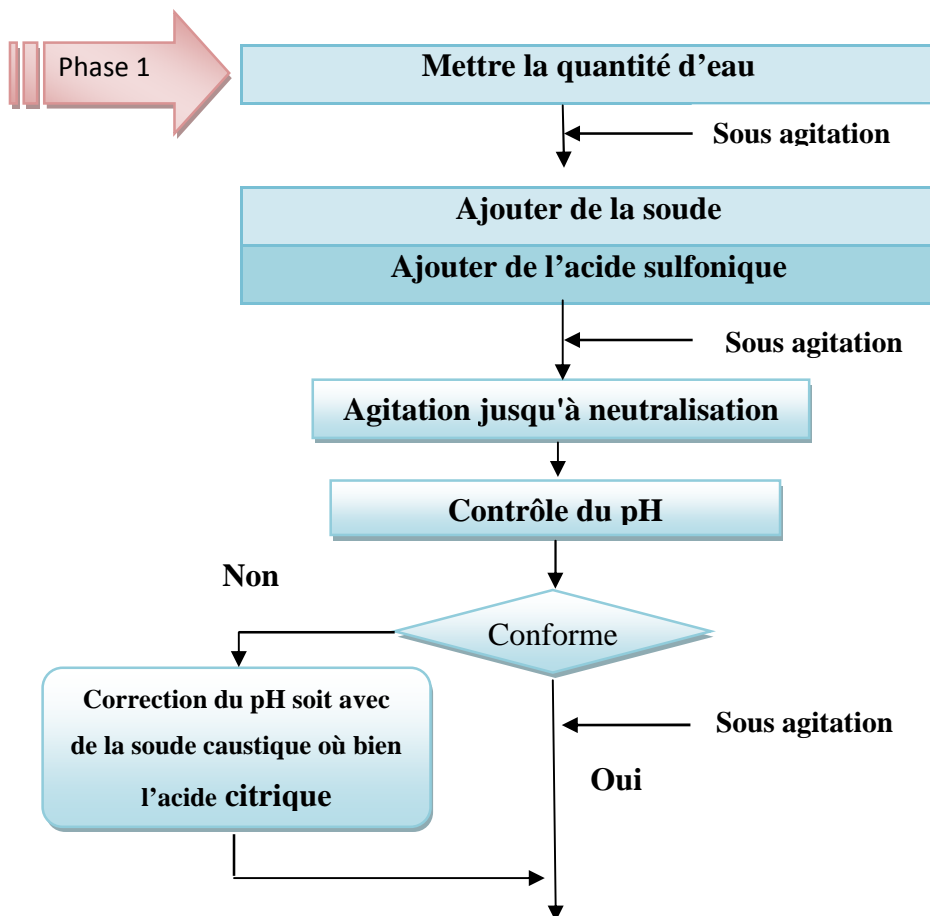
#### 2<sup>ème</sup> phase :

Ajouter de l'AES pour augmenter la teneur en matière active, attendre jusqu'à homogénéisation puis ajouter le parmétol, le parfum citron, l'acétate de potassium, le colorant jaune de tartrazine et stainzyme.

#### 3<sup>ème</sup> phase :

La bétaine est ajoutée afin d'augmenter la viscosité du détergent.

#### Schéma descriptif des différentes étapes de préparation



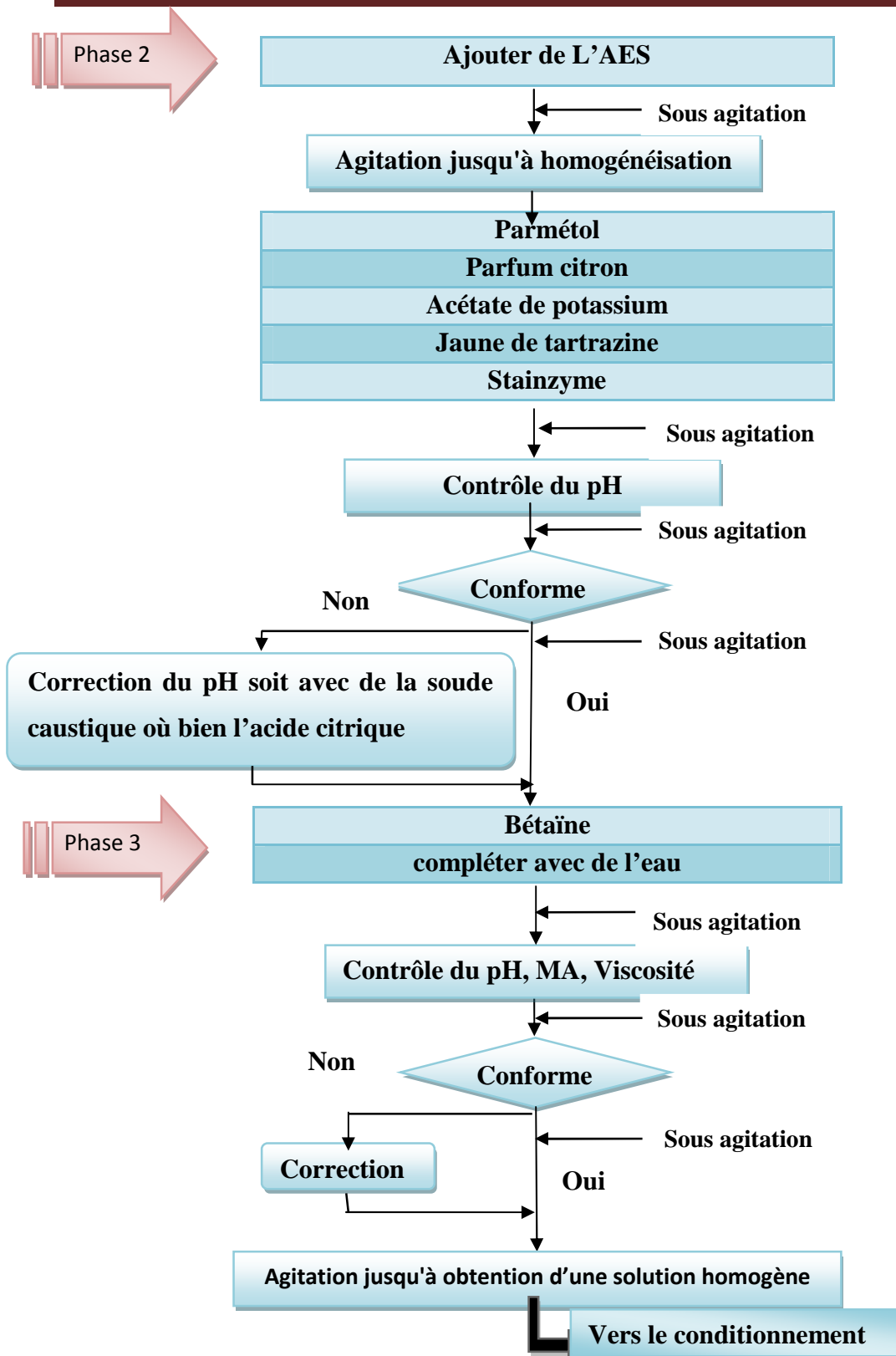


Figure 10: Schéma descriptif des différentes étapes de la préparation.

### 1.2.3 contrôle du produit fini

#### 1. Analyses physico-chimiques du produit fini

Les analyses effectuées sur le produit fini sont les suivants :

##### a. La teneur en matière active

Une masse de 1g du détergent liquide est dissoute dans de l'eau distillée jusqu'à avoir 250 ml de solution, quelques gouttes d'éthanol à 10% sont ajoutées afin de se débarrasser de la mousse.

La méthode de titrage à deux phases en milieu acide ( Epton Method ) est utilisée pour déterminer le pourcentage de la matière active du produit fini.

##### b. Mesure de la viscosité

La viscosité est déterminée à l'aide d'un viscosimètre à une température fixée à 20°C. Le produit à analyser est directement introduit dans le tube du viscosimètre (**figure 11**) et lorsque l'écran d'affichage indique la température désirée pour la mesure, la viscosité est affichée en cp sur l'afficheur du viscosimètre et elle est prise à une rotation de 3 rpm.



Tube du viscosimètre

**Figure 11:** Viscosimètre munis d'un régulateur de température.

##### c. Mesure du point de trouble

Pour la détermination du point de trouble :

Une masse de 3g de l'échantillon est mise dans un tube à essai, le tout est introduit dans un erlenmeyer contenant 100 ml d'une solution d'éthanol à 10% à froid (0°C). A l'aide d'un

thermomètre, on suit l'aspect de l'échantillon et la valeur de la température correspondante à l'apparition du trouble est ainsi prise.

### d. La mesure du pH :

Les valeurs du pH doivent être déterminées pour chaque étape de préparation et pour le produit fini.

## 2. Analyse microbiologique :

### Mode opératoire: <sup>[3]</sup>

L'analyse microbiologique se fait selon le protocole de l'entreprise :

- Une masse de 10g du détergent est dissoute dans 90 ml de la solution (inactivator solution), homogénéisée puis incubée pendant 5 à 30 min à température ambiante.
- Un volume de 0,5 ml de la solution ainsi obtenue estensemencé sur milieu LTH\_TSA (pour les germes aérobies) et LTH\_SDA ( pour levures et moisissures) avec des mouvement en huit, puis incubés pendant 7 jours à 30°C pour le premier milieu et à 20°C pour le second milieu.

La procédure Henkel exige zéro germe (Absence totale de contamination ).

## 1.3 Préparation d'une nouvelle formule du détergent liquide Pril Isis

Les objectifs et les spécifications de la formule à réaliser :

Dans notre travail, nous avons proposé des formules à compositions différentes de détergent liquide vaisselle afin d'étudier la stabilité physico-chimique et microbiologique de ce dernier.

Dans ces formules, nous avons visé à atteindre les spécifications suivantes

→ La teneur en matière active :

Matière active anionique = 18,12%

Matière active totale = 19,12 %

$$\%LAS = \%LAS - Na * \frac{321}{343}$$

---

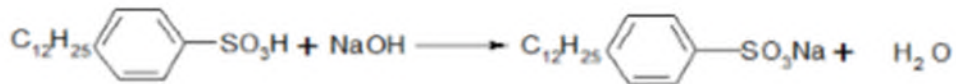
<sup>[3]</sup> Méthode Henkel

→ Un rapport : LAS\_Na / AES = 3

Notre étude s'est basée sur le suivi du pH, de la viscosité et du point de trouble à différentes températures (0°C, température ambiante, 40°C et 50°C) au cours de temps.

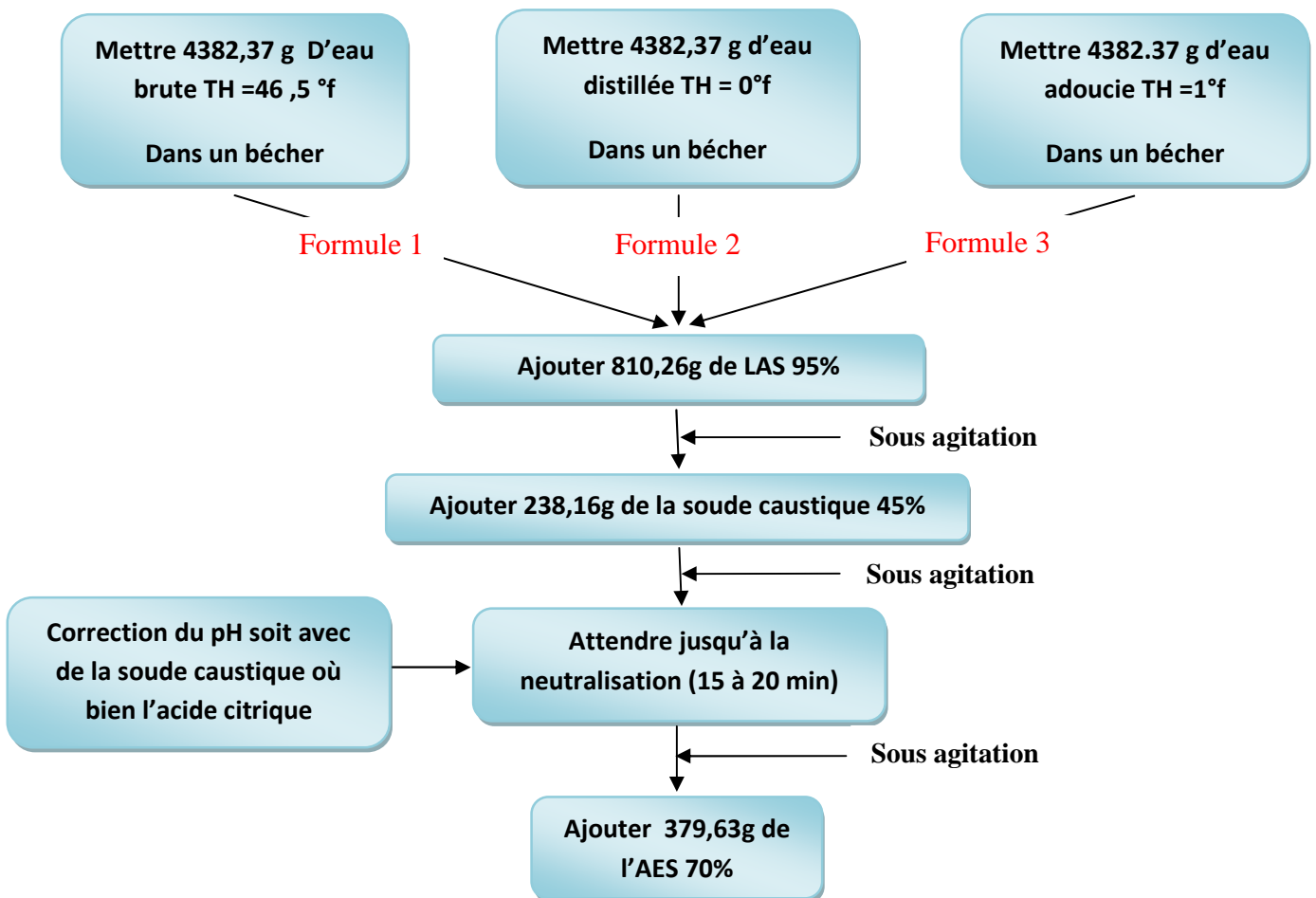
La réaction de neutralisation

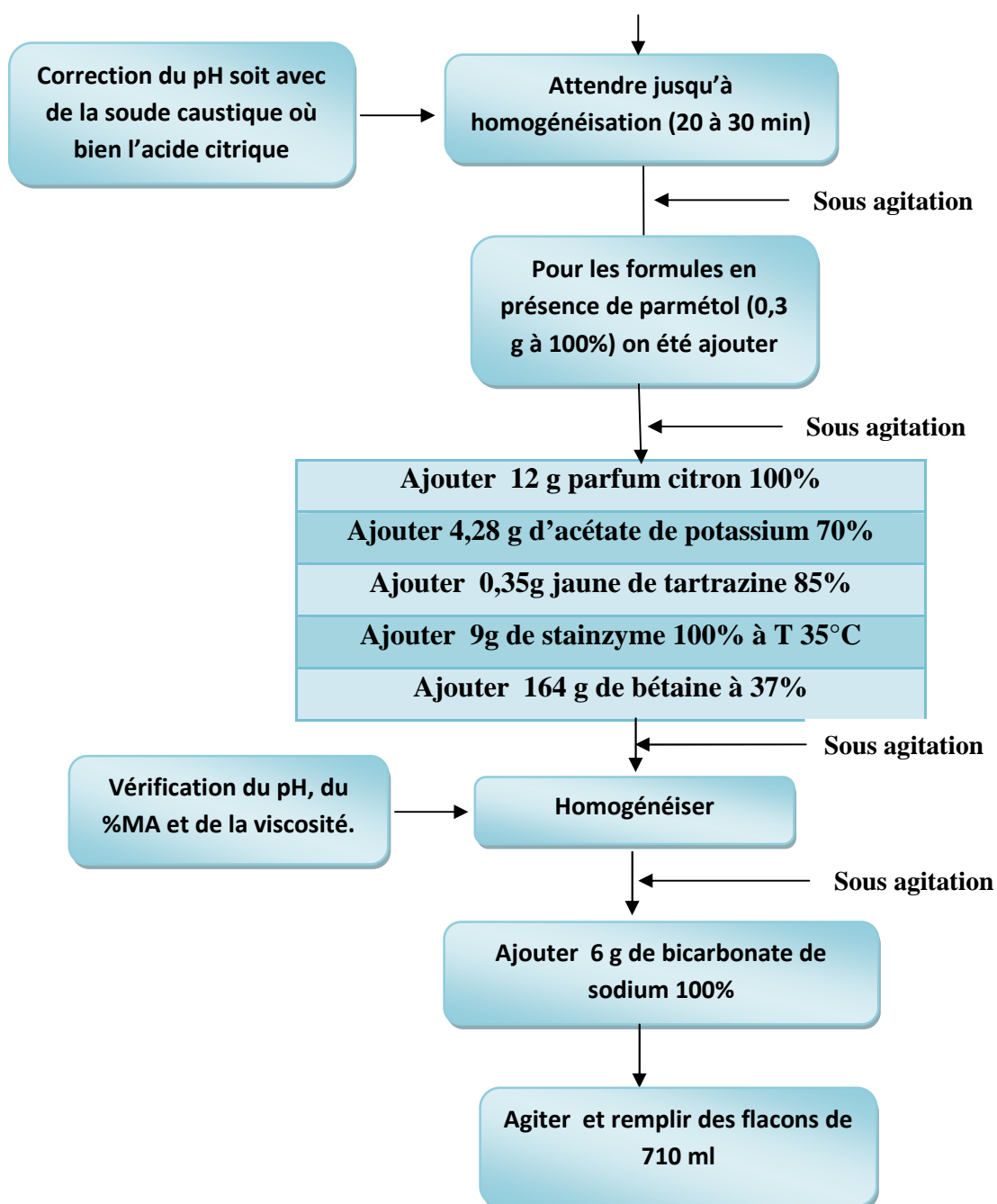
Acide sulfonique + soude caustique → Alkylbenzène sulfonate linéaire + eau



### 1.3.1 : Mode opératoire de la préparation

Toutes les étapes de la préparation des formules sont récapitulées dans le schéma au dessous :





**Figure 12:** Schéma représentatif des étapes de préparation de Pril Isis au laboratoire.

### 1.4 Etude de la stabilité des formules

Un détergent mal formulé ne reste pas stable au cours du temps, pour cela nous avons procédé à une étude de stabilité accélérée durant un mois, et ce, en vérifiant la viscosité, le pH et le point de trouble ainsi que les paramètres microbiologique à différentes températures en fonction du temps.

Un détergent vaisselle qui n'a pas un aspect clair, une jolie couleur et une odeur agréable est un détergent de mauvaise qualité et pas apprécié par le consommateur.

### 1.4.1 Protocole opératoire

Après la préparation, suivre la stabilité physico-chimique et microbiologique des vingt quatre flacons préparés.

- Mettre six flacons de 710 ml dans l'étuve à 50°C et six autres à 40°C,
- Mettre six flacons de 710 ml au réfrigérateur à 0°C,
- Laisser six flacons à la température ambiante (température du laboratoire).

Observer les changements qui peuvent apparaître au cours d'une semaine, deux semaines, trois semaines et quatre semaines.

Pour la stabilité microbiologique

Six boîtes de milieu LTH-TSA ou de LTH-SDA sontensemencées et incubées à 30°C et 20°C respectivement pendant sept jours. La lecture est réalisée après 72 h d'incubation puis au bout d'une semaine.

Résultats



L'ensemble des résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques obtenus au cours de l'étude que nous avons menée sur la stabilité des différentes formulations préparées du liquide vaisselle Pril Isis est présente dans cette partie.

## I. Les résultats des analyses physico-chimiques

### I.1. Matières premières

Les résultats des analyses effectuées sur toutes les matières premières sont regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau V** : Les résultats des analyses globales des matières premières.

	%MA		pH de l'AES	L'intensité de couleur de LAS en Klatt	La densité de la soude	La dureté de l'eau en f°		
	LAS	AES				L'eau brute	L'eau distillée	L'eau adoucie
<b>Les valeurs obtenues</b>	96%	69,97%	8,06	39	1,485	46,5	0	1
<b>Les spécifications Henkel</b>	96%	70%	[6,5 – 8,5]	≤ 70	[1,469 – 1,490]	< 50	0	0-5

Selon les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, les matières premières réceptionnées sont conformes aux normes de Henkel, ce qui permet de les utiliser dans nos formules de fabrication du détergent liquide vaisselle Pril-Isis.

### I.2. Formules après la préparation

Le tableau suivant englobe les résultats en matière active, viscosité, pH et point de trouble des six formules préparées.

**Tableau VI** : Les paramètres physico-chimiques des six formules préparées.

Paramètre / Formule	% MA	Viscosité (cp)	pH	Point de trouble (°C)
<b>L'eau brute sans conservateur (EB- C)</b>	17,97	3870	7,56	9
<b>L'eau brute avec conservateur (EB+ C)</b>	17,75	3559	7,56	6
<b>L'eau distillée sans conservateur (ED- C)</b>	18,13	4225	7,64	8
<b>L'eau distillée avec conservateur (ED+ C)</b>	18,12	3950	7,75	8
<b>L'eau adoucie sans conservateur (EA- C)</b>	19,06	5500	7,55	8
<b>L'eau adoucie avec conservateur (EA+C)</b>	19,06	5500	7,55	8

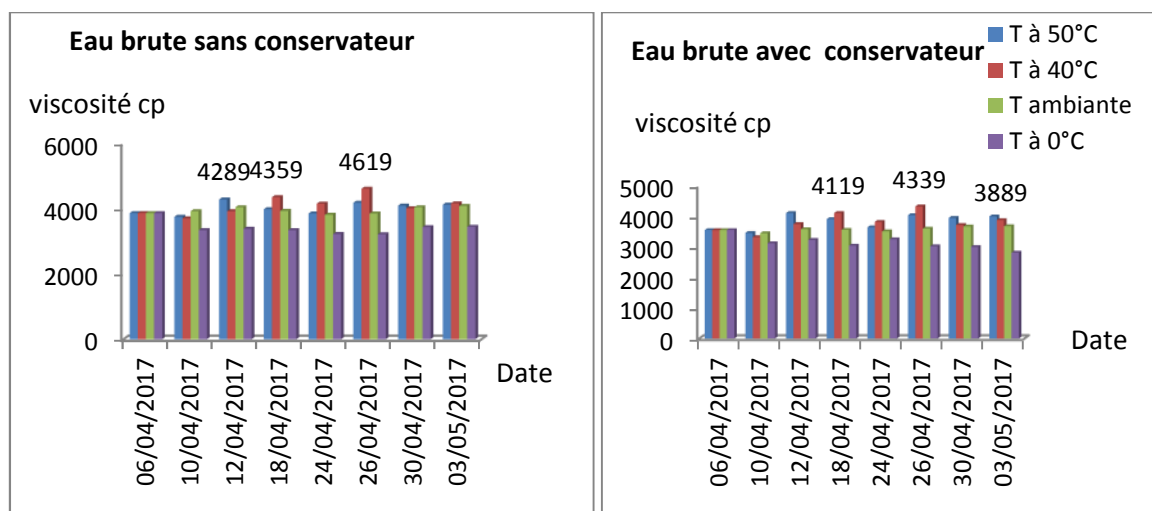
Après la préparation des formules, nous avons constaté que le taux de matière active des formules ED et EA est dans la norme fixée au départ (19,12%  $\pm$  1%) par contre la formule EB présente une diminution du taux de la matière active due à sa dureté.

### I.3. La stabilité des formules préparées

#### I.3.1 Les résultats de la formule à l'eau brute

##### a. La viscosité

L'ensemble des résultats obtenus sur la viscosité de la formule à l'eau brute en présence et en absence du conservateur à différentes températures au cours du temps est récapitulé dans la **figure 13**.

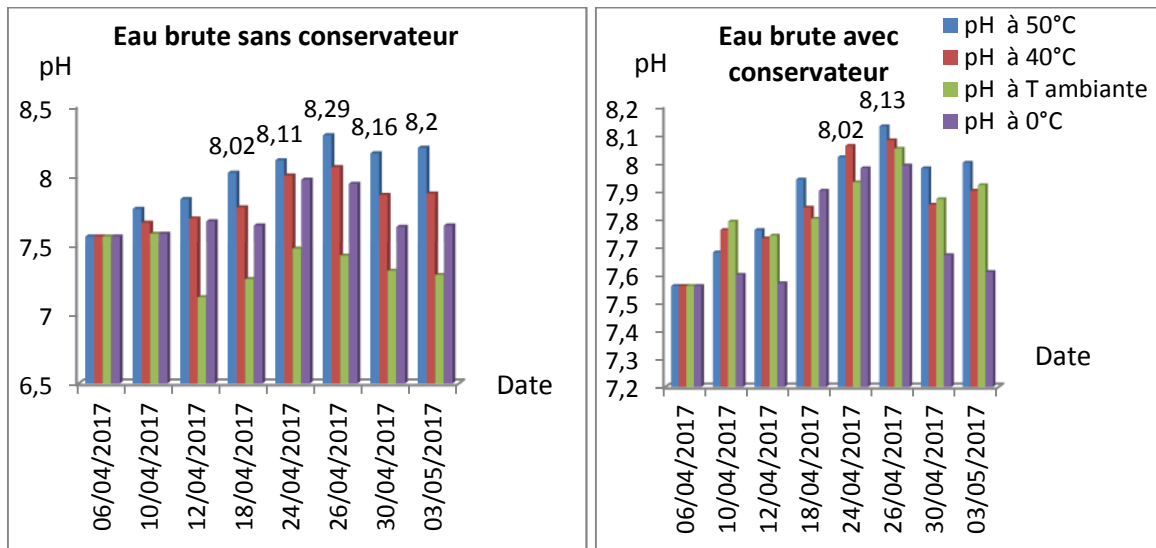


**Figure 13 :** Évolution de la viscosité des formules EB-C & EB+C au cours du temps aux différentes températures.

L'aspect général des histogrammes des deux formules montre une ressemblance aux différentes températures utilisées au cours du temps. Nous avons remarqué que la viscosité est presque stable à la température ambiante, elle diminue à 0°C et varie à 50°C et 40°C où elle augmente de façon remarquable le 26/04/2017 pour les deux formules jusqu'à atteindre 4800cp (EB-C).

##### b. Le pH

Les résultats du pH de l'ensemble des échantillons préparés de la formule à l'eau brute en présence et en absence de conservateur à différentes températures et cours du temps sont illustrés dans la **figure 14**.

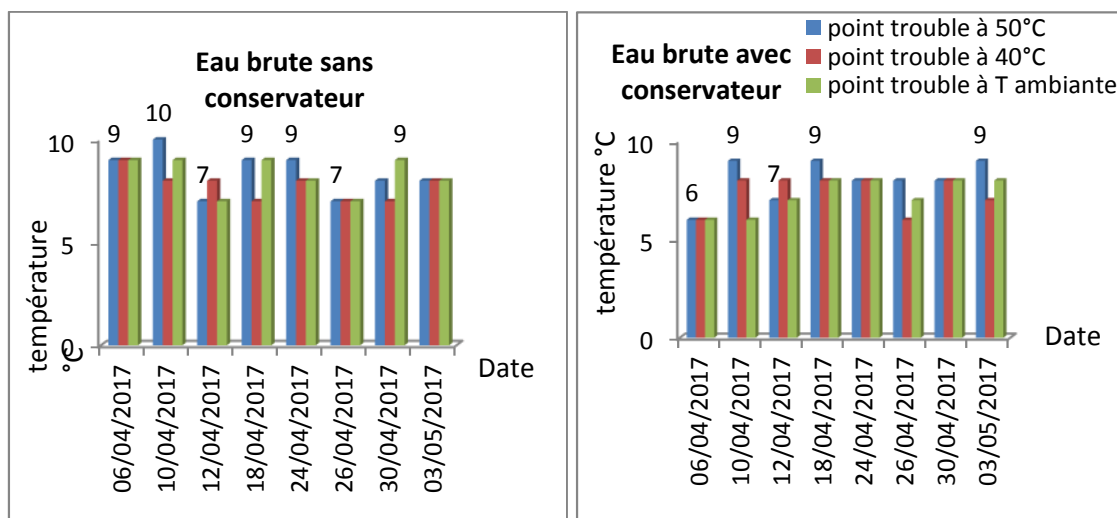


**Figure 14 :** Évolution du pH des formules EB-C & EB +C au cours du temps à des différentes températures.

Il ressort de nos résultats que le pH varie selon la température d’incubation au cours du temps. Nous avons observé une légère augmentation à 40°C et 50°C. Une légère fluctuation à 0°C a été constatée alors qu’à température ambiante, le pH varie selon les formules : il diminue jusqu’à 7 (12/04/2017) dans la formule EB-C et augmente jusqu’à 8 (26/04/2017) dans la formule EB+C.

**c. Le point de trouble**

Les résultats obtenus lors de la mesure du point de trouble sur la formule obtenue en présence et en absence du conservateur sont présentés dans la **figure 15**.



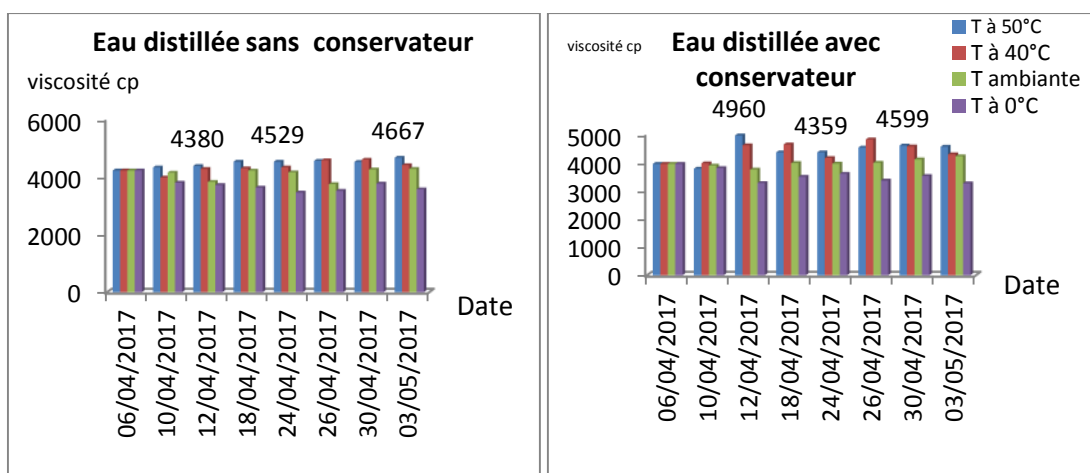
**Figure 15:** Évolution du point de trouble des formules EB-C & EB +C au cours du temps à des différentes températures.

D'après nos résultats, une fluctuation des températures du point de trouble a été observée pour la formule sans conservateur, celles avec conservateur montrent une stabilité entre le 10 et le 24/04 à 40°C et une légère augmentation à température ambiante entre le 10 et le 24/04.

## I.3.2 Les résultats de la formule à l'eau distillée

### a. La viscosité

Les résultats obtenus en présence et en absence de conservateur au cours du temps sont présentés dans la **figure 16**.

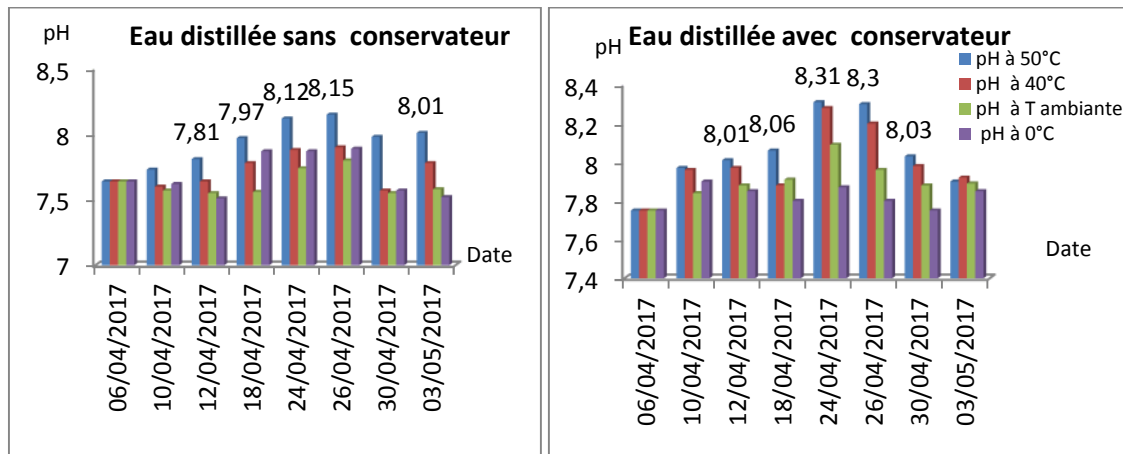


**Figure 16 :** Évolution de la viscosité des formules ED-C & ED +C au cours du temps à des différentes températures.

Nos résultats indiquent que la viscosité à différentes températures au cours du temps varie pour les deux formules, mais elle est presque stable à la température ambiante dans la formule avec conservateur. Une légère augmentation allant de 4200 à 4600 cp durant tout le suivi à été constatée à 50°C dans la formule sans conservateur.

### b. Le pH

Les résultats du pH obtenus pour la formule avec et sans conservateur à différentes températures au cours du temps sont illustrés dans la **figure 17**.

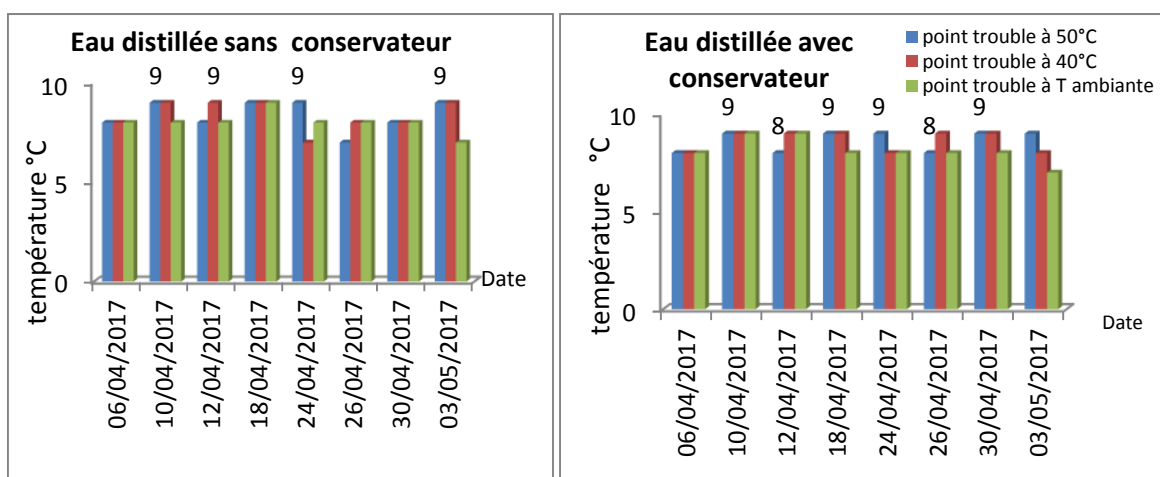


**Figure 17 :** Évolution du pH des formules ED-C & ED +C au cours du temps à des différentes températures.

Il ressort de nos résultats que les valeurs de pH varient en fonction des températures au cours du temps pour les deux formules où nous avons constaté pour la formule ED+C une augmentation remarquable à 40 et 50°C qui arrive jusqu'à 8,3 (18/04/2017), une augmentation légère à température ambiante et une stabilité à 0°C ; par contre nous avons remarqué une augmentation à 40°C et 50°C et une variation à 0°C et à température ambiante pour la formule ED-C.

### c. Le point de trouble

La **figure 18** montre que les températures du point de trouble fluctuent dans l'intervalle [6-9] aux différentes températures testées.

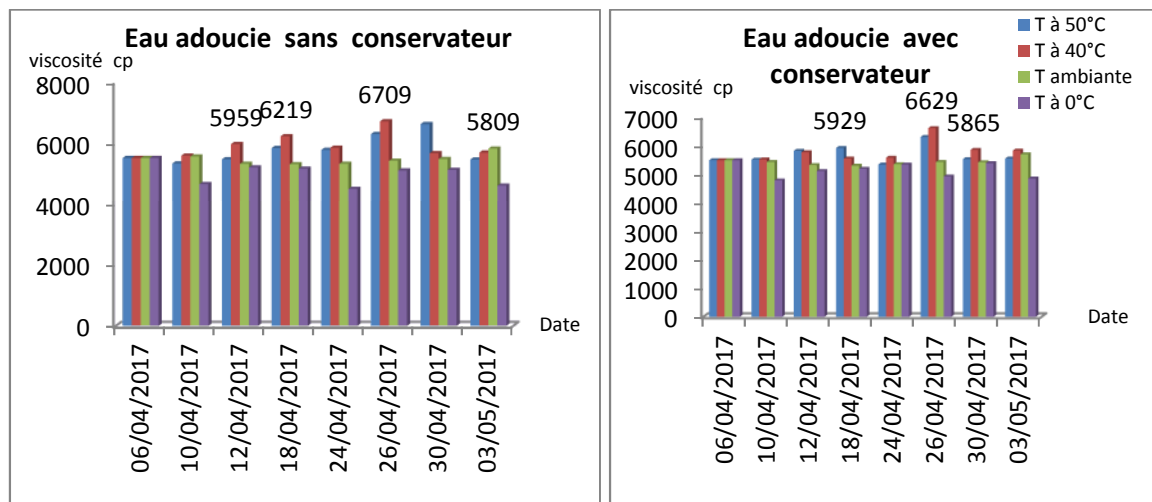


**Figure 18 :** Évolution de point trouble des formules ED-C & ED +C au cours du temps à des différentes températures.

### I.3.3 Les résultats de formule à l'eau adoucie

#### a. La viscosité

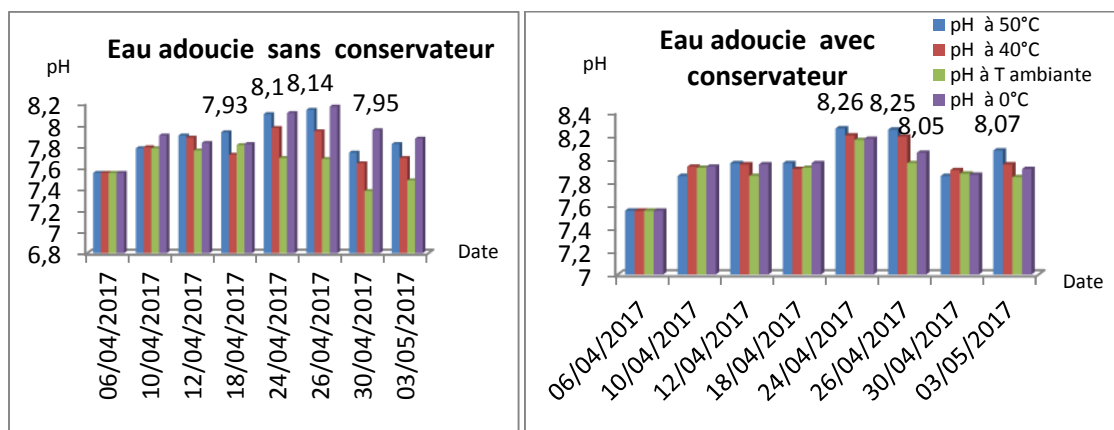
Les histogrammes de la **figure 19** montrent une légère stabilité de la viscosité à température ambiante pour les deux formules, cependant des fluctuations ont été enregistrées pour les températures restantes, et ce, pour les deux formules.



**Figure 19 :** Évolution de la viscosité des formules EA-C & EA +C au cours du temps à des différentes températures.

#### b. Le pH

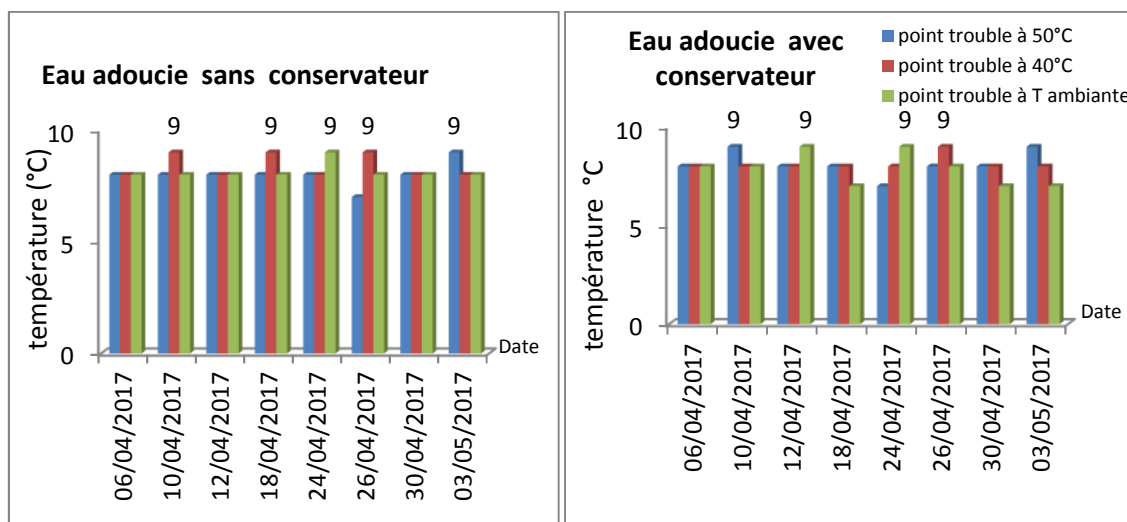
Comme le montre la **figure 20**, l'historgramme du pH de la formule avec conservateur montrent une augmentation identique aux quatre températures étudiées jusqu'à atteindre pH 8,2 ; toutefois celles représentant la formule EA-C montrent toutes de légères fluctuations.



**Figure 20 :** Évolution du pH des formules EA-C & EA +C au cours du temps à des différentes températures.

**c. Le point de trouble**

D’après les histogrammes d’évolution du point de trouble des deux formules (**figure 21**), une allure identique de l’évolution de ce paramètre entre 8 et 9°C a été observée à température ambiante et à 40°C pour les deux formules. L’évolution des autres valeurs reste comprise entre 7 et 9°C.



**Figure 21 :** Évolution du point de trouble des formules EA-C & EA +C au cours du temps à des différentes températures.

**I.3.4 :L’aspect général du détergent dans les différentes formules.**

Aux différentes températures, les six formules du détergent liquide préparé subissent des changements d’aspect de couleur et d’odeur au cours du temps. Ces changements apparus sur l’aspect du détergent liquide après un mois sont récapitulés dans le **tableau VII**.

**Tableau VII :** L’aspect général après un mois du détergent liquide préparé.

Formule / aspect	EB-C et EB+C	ED-C	ED+C	EA-C	EA+C
<b>L’apparence</b>	Trouble	Légèrement trouble	Clair	Légèrement trouble	Clair
<b>L’odeur</b>	Mauvaise odeur	Légère de citron	Odeur de citron	Odeur légère de citron	Odeur de citron
<b>La couleur</b>	Couleur détériorée	Couleur détériorée	Couleur jaune	Couleur jaune	Couleur jaune

D'après les résultats, obtenus nous avons remarqué que la formule avec l'eau brute ainsi que les formules ED-C et EA-C sont altérées avec le temps au moment où les formules ED+C et EA+C restent stables (**figure 22**).



**Figure 22** : Images de quelques échantillons obtenus au cours de stabilité (A : EB(- et +)C à 50°C, B : ED(- et +)C à 0°C et C : EA(- et +)C à 40°C).

## II. Les résultats des analyses microbiologiques

### II.1. Les résultats obtenus après 72 heures d'incubation

Les résultats des analyses microbiologiques des six formules observés après 72 h d'incubation sont résumés dans le **tableau VIII**.

**Tableau VIII** : Résultats des analyses microbiologiques après 72h d'incubation.

Formule / milieu	EB-C	EB+C	ED-C	ED+C	EA-C	EA+C
TSA à 30°C pour germes aérobies	Présence	Absence	Présence	Absence	Présence	Absence
SDA à 20°C pour les levures et moisissures	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence

Après 72h d'incubation sur milieu TSA à 30°C et SDA à 20°C, une présence de germes aérobies sur le milieu TSA ensemencé avec les formules sans conservateur a été observée, cependant une absence totale de ces germes a été décelée pour toutes les formules avec conservateur. Une absence totale des levures et moisissures pour toutes les formules a été enregistrée (**figure 23**).



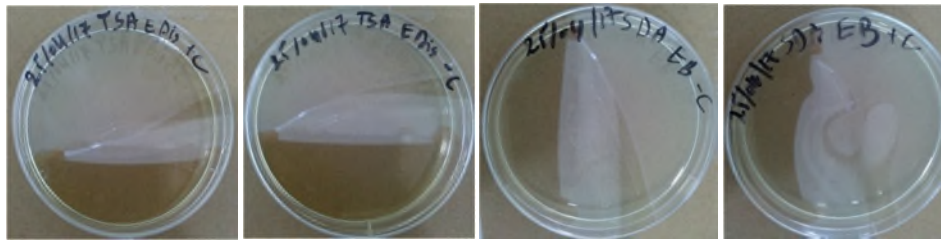


Figure 23 : Lecture des milieux TSA et SDA après 72 heures.

## II.2 Les résultats obtenus après 7 jours d'incubation

Les résultats obtenus après 7 jours d'incubation des deux milieuxensemencés par les six formules sont résumés dans le **tableau IX**.

**Tableau IX** : Résultats des analyses microbiologiques après 7 jours d'incubation.

Formule Milieu	EB-C	EB+C	ED-C	ED+C	EA-C	EA+C
TSA à 30°C pour les germes aérobies.	Présence	Absence	Présence	Absence	Présence	Absence
SDA à 20°C pour les levures et les moisissures	présence	Présence	Présence	Absence	Présence	Absence

Nous avons remarqué d'après nos résultats que le nombre de germes aérobies apparus préalablement dans le milieu TSA a augmenté au moment où les milieux TSAensemencés avec les formules avec conservateur ne montrent aucune croissance. L'apparition de levures et moisissures sur le milieu SDAensemencé avec les formules sans conservateur a été observée, cependant les boîtesensemencées avec les formules avec conservateur ne montrent aucune croissance à l'exception de la formule à l'eau brute (figure 24)



Figure 24 : Lecture de milieu SDA après 7 jours d'incubation.

Discussion

### I. Les analyses physico-chimiques obtenus avec les six formules à différents types d'eau

#### I.1 Les formules préparées à l'eau brute

##### a. La viscosité

La fluctuation des valeurs de la viscosité aux différentes températures pour les deux formules EB-C et EB+C est entre 3219 et 4919 cp, 2819 et 4339 cp respectivement où les valeurs comprises entre 3219 et 3989 cp, 2819 et 3959 cp respectivement ne sont pas dans les normes fixées par Henkel soit entre 4000 et 5000 cp. Les valeurs comprises entre 4049 et 4619 cp, 4009 et 4339 cp respectivement restent quand à elles dans les normes.

En effet, **Broze** a montré en 1999 que les tensioactifs anioniques sont sensibles à la dureté de l'eau : les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  provenant des eaux dures forment des sels de calcium insolubles avec le carbone, par conséquent la précipitation du calcium pourrait influencer la viscosité et le point de trouble par l'apparition de deux phases.

La formule EB-C s'avère plus visqueuse que la formule EB+C ce qui est probablement dû à la prolifération des microorganismes dans le détergent suite à l'absence du conservateur.

##### b. Le pH

Les valeurs du pH de la formule EB-C à 0, température ambiante, 40 et 50°C sont comprises entre 7,12 et 8 ; et entre 7,56 et 8 pour la formule EB+C ce qui est conforme aux normes de Henkel comprises entre 6 et 8 à l'exception du 26/04 et du 18/04 au 03/05 où les valeurs sont de 8,06 à 40°C, et 8,02 ; 8,11 ; 8,29 ; 8,16 et 8,2 à 50°C respectivement pour la formule EB-C et 8,06 et 8,02 à 40 et 50°C respectivement le 24/04 ; 8,05, 8,08 et 8,13 à température ambiante, 40 et 50°C respectivement le 26/04 pour la formule EB+C ce qui n'est pas en accord avec les normes de Henkel. Cette légère augmentation des valeurs du pH pourrait être due à la décomposition de l'acide citrique qui sert à stabiliser le pH au cours de la préparation des formules.

### **c. Le point de trouble**

Les valeurs du point de trouble aux différentes températures sont comprises entre 6 et 9°C pour la formule EB+C et entre 7 et 10°C pour la formule EB-C, ces valeurs sont conformes à la norme fixée par Henkel qui doit être inférieure à 10°C.

## **I.2 Les formules préparées à l'eau distillée**

### **a. La viscosité**

Les valeurs de la viscosité pour la formule ED-C sont comprises entre 3459 et 5159 cp au moment où celles de la formule ED+C sont comprises entre 3259 et 4960 cp, les valeurs inférieures à 4000 cp (limite inférieure des normes de Henkel) seraient dues à l'élimination des sels minéraux (qui augmentent la viscosité) lors du traitement de l'eau ; alors que les valeurs supérieures à 5000 cp (limite supérieure des normes de Henkel lors de l'utilisation du NaCl comme agent épaississeur) seraient le résultat de l'utilisation de la bétaïne comme agent épaississeur dans la préparation de nos formules.

### **b. Le pH**

Les valeurs du pH (7,51 à 7,98) enregistrées aux différentes températures sont dans les normes sauf celles enregistrées le 24 et le 26/04 soit 8,12 et 8,15 ; et le 03/05 à 50°C soit 8,01 pour la formule ED-C ; et entre 8,01 et 8,31 à température ambiante, 40 et 50°C pour la formule ED+C, cette légère augmentation des valeurs du pH pourrait être due à la décomposition de l'acide citrique qui sert à stabiliser le pH au cours de la préparation des formules.

### **c. Le point de trouble**

Les valeurs du point de trouble varient entre 7 et 9°C pour les deux formules préparées avec l'eau distillée, ce qui est conforme à la norme Henkel qui doit être inférieure à 10°C.

### I.3 Les formules préparées à l'eau adoucie

#### a. La viscosité

Seules les valeurs de la viscosité enregistrées à 0°C les 10 et 20/04 et le 03/05 comprises entre 4400 et 4700 cp sont dans les normes ; alors que toutes les valeurs restantes comprises entre 5089 et 6709 cp dépassent la limite de 5000 cp fixée par Henkel, et ce, pour la formule EA-C. Des valeurs similaires ont été enregistrées avec la formule EA+C prouvant que l'utilisation de la bétaine à la place du NaCl est la raison primordiale de cette augmentation en plus du fait qu'elle soit un tensioactif amphotère.

En 2006, **Nardello-Rataj et Ho Tan Tai** ont montré que l'eau adoucie étant riche en sels minéraux et pauvre en ions augmente d'une façon significative la viscosité. Notre formule étant dosée en tensioactifs LAS et AES à 19,12% comparé au pourcentage utilisé à Henkel soit 18,32% en est une autre raison à cette augmentation.

#### b. Le pH

La majorité des valeurs du pH obtenue aux différentes températures est dans les normes, sauf quelques valeurs présentent une légère augmentation à 0 et 50°C pour la formule EA-C, cependant à toutes les températures étudiées, de légères augmentations du pH ont été rapportées pour la formule EA+C, cette augmentation est due à la décomposition de l'acide citrique ajouté.

#### c. Le point de trouble

Les valeurs du point de trouble restent toujours inférieures à 10°C pour les deux formules, et ce, en raison de la longueur de la chaîne carbonée du tensioactif utilisée.

## II. Les analyses microbiologiques effectuées sur les six échantillons à différentes températures

### II.1 Après 72 heures d'incubation sur les milieux TSA à 30°C et SDA à 20°C

Les boîtesensemencées sur milieu SDA à 20°C montrent une absence de croissance des levures et moisissures après 72h d'incubation mais cellesensemencées sur

TSA à 30°C montrent un développement de germes aérobies ce qui pourrait être dû au manque d'hygiène au niveau du laboratoire lors de la manipulation, l'air contaminé et la non stérilité des matières et matériaux utilisés.

Par faute de moyens d'identification des germes aérobies au niveau du laboratoire de microbiologie à Henkel, nous n'avons pas pu identifier les germes obtenus.

Les deux exemples de germes aérobies couramment rencontrés à Henkel sont *Bacillus* et *Pseudomonas aeruginosa*.

### **II.2 Après 7 jours d'incubation dans les milieux TSA à 30°C et SDA à 20°C**

Après sept jours d'incubation, des levures et moisissures sont apparues sur milieu SDA à 20°C sauf pour les formules ED+C et EA+C ce qui peut faire du conservateur utilisé « le parmétol » un agent antimicrobien.

D'après **Hutsebaut et collaborateurs** (2004), les levures et les moisissures poussent lentement ce qui fait qu'aucune croissance n'a été décelée après 72h.

Après les résultats obtenus suite aux analyses microbiologiques, l'hypothèse que nous avons émise sur l'augmentation de la viscosité pour la formule EB-C est confirmée ; en effet une prolifération de germes aérobies, de levures et de moisissures a été décelée pour cette formule.

# Conclusion et perspectives

Les détergents liquides ont trouvé leur place dans le marché local car leur utilisation est très pratique pour la ménagère.

L'étude que nous avons réalisée pour développer de nouvelles formules en tenant compte de deux facteurs « qualité et stabilité » nous a permis après préparation de six formules du détergent liquide vaisselle Pril Isis avec trois types d'eau, en présence et absence du conservateur, et le suivi de leur stabilité physico-chimique et microbiologique durant quelques semaines de conclure que :

- L'eau est un ingrédient important dans la formulation d'un détergent liquide vaisselle car sa dureté joue un rôle important sur la stabilité physico-chimique et microbiologie du détergent.
- L'eau brute ne peut pas servir de solvant pour un détergent liquide car elle diminue la viscosité de ce dernier par formation de précipités au contact avec les tensioactifs, ce qui diminue la performance de détergence et par conséquent la formation de mousse.
- L'eau distillée pauvre en sels minéraux essentiels pour l'augmentation de la viscosité rend la formule détergente préparée non stable.
- La formule la plus stable est celle préparée à base d'eau adoucie pauvre en ions responsables de la formation de précipités avec les tensioactifs et riche en sels minéraux contribuant à l'augmentation de la viscosité, maintenant ainsi les paramètres physico-chimiques de la formule stables au cours du temps.
- L'introduction d'un conservateur dans la formule détergent empêche toute croissance microbienne dans le liquide vaisselle.
- La présence de germes aérobies, de levures et/ou de moisissures dans un détergent liquide peut altérer son aspect général par l'apparition d'une odeur désagréable et/ou la détérioration de la couleur ce qui rend le détergent inattrayant pour le consommateur.

Ce travail ouvre des perspectives très nombreuses afin d'améliorer l'efficacité du détergent liquide Pril Isis et maintenir son aspect attractif, nous proposons ainsi :

- D'élargir la durée de l'étude de la stabilité selon les recommandations utilisées,
- D'améliorer l'état d'hygiène dans l'industrie des détergents et l'utiliser un conservateur plus efficace,



## Conclusion et perspectives

---

- De combiner plusieurs types d'enzymes après avoir favorisé leurs conditions de catalyse afin d'améliorer l'efficacité de détergence,
- D'utiliser des tensioactifs biodégradables et plus efficaces qui présentent une meilleure cohésion pour une meilleure protection de l'environnement.

# Références bibliographiques

The title 'Références bibliographiques' is rendered in a bold, sans-serif font. Each letter is filled with a different color from a rainbow spectrum, starting with purple for 'R', transitioning through red, orange, yellow, green, and ending with blue for 's'. The text is positioned on a white background and casts a soft, grey shadow to its left and slightly forward, giving it a three-dimensional appearance.

### Références bibliographiques

- **BATIGÖÇ,Çiğdem., et AKBAS, Halide.**Spectrophotometric determination of cloud point of Brij 35 nonionic surfactant. *Fluid Phase Equilibria*, (2011); vol.303, n° 1, p. 91-95.
- **BRIKA Nacera** (2013). Synthèse et formulation d'un tensioactif anionique. Mémoire de magister en chimie organique appliquée, université des sciences et de la technologie Houari Boumediene (USTHB) faculté de chimie, Alger, 139p.
- **BROZE Guy** (1999). *Handbook of Detergents Part A: Properties*. CRC Press: 814p.
- **CHARLES A. De Châtillon** (1980). *Les savons et les détergents*. Presses universitaires de France : 125p.
- **DEGUILLARD Estelle** (2014).Stimulations de dynamique particulière dissipative pour le calcul de tension interfaciale dans des systèmes eau/tensioactif/huile. Thèse de Doctorat en Chimie, université Paris – Sud, 134p.
- **FAMEAU, Anne-Laure., SAINT-JALMES, Arnaud., COUSIN, Fabrice., et DOULIEZ Jean-Paul.** Acides gras :tensioactifs verts et propriétés moussantes originales. *Techniques de l'ingénieur*, (2012)Article / Réf : IN156 v1.
- **GLARDI Chloé** (2011). Synthèse de surfactifs à base de polyoxazoline propriétés physico-chimiques et formulation. Thèse de Doctorat en sciences physico-chimiques et ingénierie appliquée à la santé , école nationale supérieure de chimie de Montpellier, 200p.
- **HO TAN TAI, Louis., et NARDELLO-RATAJ, Véronique.**Detergents of the 21 st century. *OCL*, (2001) ; vol. 8, n°2, p. 155-159.
- **HUTSEBAUT, J., HUTSEBAUT, N., JACOB, V., BEGUIN, H., et NOLARD, N.** Asthme bronchique d'origine fongique. *Rev Med Brux* (2004) ; vol. 25 : A 248-255.
- **KSOURI Abir** (2010). Mesure de la radioactivité dans les produits détergents par spectrométrie gamma. Projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme nationald'ingénieur en sciences appliquées et technologie, université du 7 novembre, Carthage, 80p.
- **KUO-YANN Lai** (2005). *Liquid detergents*. CRC Press : 712p.

## Références bibliographiques

---

- **NARDELLO-RATAJ, Véronique., et HO TAN TAÏ, Louis.** Formulation des détergents-produits d'entretien des articles textiles. Techniques de l'ingénieur, (2006), Article / Réf : J2280 v1.
- **RAMOUL Larbi** (2016/2017). Correction automatique des batch de production avec la soude caustique. Mémoire de fin d'études en vue d'obtention de diplôme technicien supérieur en automatisme et régulation, institut INSFP (ex :ITEEM), Alger .
- **RUBIN, Fred., et VAN BLARCON David.** Viscous compositions containing amido betaines and salts, (1983), Brevet N° US4375421 A.
- **SMALLWOOD Peter**(2010). Liquid vs powder detergents. IntertechPira publications, 68p.
- **SMULDERS Eduard** (2002).Laundry detergents. Edition Wiley-VCH, 288p.

**Annexes**

## Annexe A

### Définition des matières utilisées

#### ➤ Acide sulfonique

L'acide dodécyl benzène sulfonique est un tensioactif anionique, visqueux d'une couleur brune claire à foncée, sa formule moléculaire brute est  $C_{18}H_{30}O_3S$ .

Son pourcentage en matière active dans les détergents liquides est de 96%, sa masse volumique est d'environ  $1,06 \text{ g/cm}^3$ .

#### ➤ Bétaïne

Ce produit est issu de la réaction entre l'acide gras de coco et du dimethyl-amino-propylamine plus de mono chloracétate de sodium.

C'est un tensioactif amphotère se trouvant sous forme liquide légèrement jaune, sa concentration en matière active est comprise entre 28 et 32%, son pH (solution 1%) est compris entre 4 et 7, il est utilisable principalement dans les produits cosmétiques combinés avec des surfactants anioniques, non ioniques ou cationiques et beaucoup plus dans les détergents liquides pour améliorer la viscosité.

#### ➤ Parmétol

Agent de conservation puissant pour produits à base d'eau de tous types, c'est une combinaison incluant le chlorure de méthylisothiazolon et le bronopol, son nom commercial est Parmétol® A 28.

C'est un conservateur de forme liquide vert clair pratiquement inodore utilisé pour la protection des détergents liquides des contaminations. Ils peuvent être apporté lors de leur fabrication, il est de haute efficacité contre certains microorganismes tels que les bactéries à Gram<sup>+</sup> (*Bacillus subtilis*), les bactéries à Gram<sup>-</sup> (*Pseudomonas aeruginosa*) et les levures (*Saccharomyces cerevisiae*).

#### ➤ Stainzyme

Enzyme de préparation et biocatalyseur utilisé dans certains processus industriels et dans certains produits cosmétiques, son nom commercial est Stainzyme® 12 L.

C'est une amylase de la famille des alpha-amylases (amylase AA560) qui se trouve sous forme liquide ambre jaune, utilisable dans l'industrie des détergents liquides car elle peut catalyser pareillement différentes réactions sous différentes températures. Elle est très efficace contre les tâches.

Cette enzyme est très dangereuse et provoque une réaction d'allergie respiratoire, une irritation de la peau et des yeux, sa température de stockage est de 25°C.

## ➤ **Acétate de potassium**

C'est une solution liquide légèrement colorée en jaune et sans odeur, son nom commercial est Potassium Acetate solution 70%.

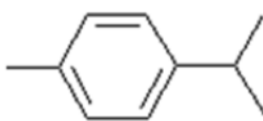
Il est utilisé dans les détergents liquides comme activateur d'enzyme lui assurant les bonnes conditions de catalyse.

Sa masse volumique est de 1,398 kg/m<sup>3</sup>, son pH compris entre 7 et 8 (1%) et sa température de stockage est comprise entre 30 et 60°C.

## ➤ **Parfum**

Utilisé dans les détergents liquides pour donner l'odeur citron fraîche caractéristique du produit pour satisfaire le consommateur.

C'est une mixture entre des aromes chimiquement synthétisés et des huiles essentielles naturelles extraites sans éthanol donnant une couleur jaune claire.

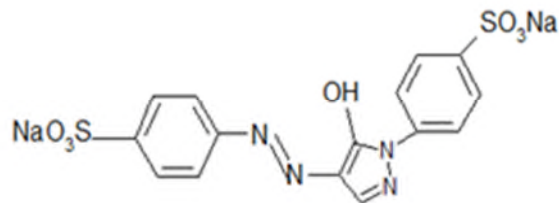


**le citron (p-cyrnéne)**

Il est dangereux au contact avec la peau, toxique pour les organismes aquatiques, sa masse volumique est de 0,8890 g/cm<sup>3</sup>.

## ➤ **Jaune de tartrazine**

C'est un colorant monoazoïque de classe E 102 se trouvant sous forme de poudre orange sans odeur, utilisé pour donner la couleur jaune au détergent vaisselle, son nom commercial est Tartrazine 85% E102.



Formule chimique du Tartrazine

C'est un colorant alimentaire classé parmi les produits non dangereux, sa solubilité est d'environ 100g /l.

## ➤ **Bicarbonate de sodium**

C'est une poudre blanche inodore, sa formule moléculaire est NaHCO<sub>3</sub>, sa masse molaire est de 84 g/mol, son pH est de 8,5, sa densité est de 1,19 à 25°C. Il est introduit dans la formulation des détergents liquides en solution mélangés avec l'eau de préparation dans le but de maintenir la stabilité du produit fini.

C'est un produit non dangereux mais il peut provoquer des légères irritations de la peau, des yeux et des voies respiratoires supérieures.

## ➤ **L'acide citrique**

C'est une poudre blanche sous forme de cristaux inodores, son nom commercial est Citric acid monohydrate, sa formule chimique est C<sub>6</sub> H<sub>8</sub> O<sub>7</sub> · H<sub>2</sub>O, sa masse molaire est de 210,14g /mol, sa masse volumique est de 900kg/cm<sup>3</sup>. Il est introduit dans la préparation des formulations des détergents liquides dans le but de corriger le pH.

Produit dangereux classé parmi les produits irritants des yeux.

## ➤ **Les types de l'eau utilisée dans la formule**



Un détergent liquide contient 80% d'eau dans sa formule, dans notre formule on a utilisé trois types d'eau qui sont :

- L'eau brute,
- L'eau distillée,
- L'eau adoucie.

## **L'eau brute**

Eau de robinet issue d'un forage au niveau de l'entreprise Henkel, elle ne subit aucun traitement, sa dureté est de 46,5°f..

## **L'eau adoucie**

Eau désignée pour la préparation des détergents liquides, c'est l'eau de forage qui doit subir un traitement suivant les normes Henkel avant l'utilisation, ce traitement subdivisé en quatre opérations :

- Filtration sur sable,
- Adoucissement,
- Microfiltration,
- Traitement ultraviolet.

Le but de ces opérations est d'éliminer toutes les impuretés, les minéraux et les différents microorganismes qui peuvent influencer sur la qualité de produit fini. Sa dureté est de 1°f.

## **L'indicateur mixte**

Dimidium bromide-disulphine bleu est un indicateur utilisé en général comme réactif chimique composé de deux solutions :

### **Solution A**

Dimidium bromide (0,5 mg) et solution alcoolique à 10% (20 ml).

### **Solution B**

Disulphine bleu(0,5 mg) et solution alcoolique à 10% (20 ml).

Ces deux solutions sont mélangées dans un ballon gradué de 250 ml avec une solution d'éthanol à 10%.

C'est un produit liquide coloré en bleu avec une légère tinte verte, utilisé dans la méthode en deux phases pour le dosage de la matière active des tensioactifs anioniques.

## Annexe B

## 1. Résultats de la formule : L'eau brute sans conservateur

Tableau : les valeurs de la viscosité de la formule EB- C selon la température.

Date (J)	Viscosité à 50°C	Viscosité à 40° C	Viscosité à T ambiante	viscosité à 0° C
06/04/2017	3870	3870	3870	3870
10/04/2017	3759	3709	3929	3350
12/04/2017	4289	3929	4049	3389
18/04/2017	3989	4359	3939	3349
24/04/2017	3859	4159	3819	3229
26/04/2017	4189	4619	3859	3219
30/04/2017	4099	4019	4049	3439
03/05/2017	4129	4169	4089	3449

Tableau : les valeurs du pH de la formule EB- C selon la température.

Date (J)	pH à 50°C	pH à 40° C	pH à T ambiante	pH à 0° C
06/04/2017	7,56	7,56	7,56	7,56
10/04/2017	7,76	7,66	7,58	7,58
12/04/2017	7,83	7,69	7,12	7,67
18/04/2017	8,02	7,77	7,25	7,64
24/04/2017	8,11	8	7,47	7,97
26/04/2017	8,29	8,06	7,42	7,94
30/04/2017	8,16	7,86	7,31	7,63
03/05/2017	8,2	7,87	7,28	7,64

Tableau : les valeurs du point de trouble de la formule EB- C selon la température.

Date (J)	point trouble à 50°C	point à trouble 40°C	point trouble à T ambiante
06/04/2017	9	9	9
10/04/2017	9	8	9
12/04/2017	7	8	7
18/04/2017	9	7	9
24/04/2017	9	8	8
26/04/2017	7	7	7
30/04/2017	8	7	9

03/05/2017	8	8	8
------------	---	---	---

## 2. Résultats de formule : L'eau brute avec conservateur

Tableau : les valeurs de la viscosité de la formule EB+ C selon la température

Date (J)	viscosité à 50°C	viscosité à 40°C	viscosité à T ambiante	viscosité à 0°C
06/04/2017	3559	3559	3559	3559
10/04/2017	3469	3329	3459	3128
12/04/2017	4119	3759	3589	3239
18/04/2017	3919	4119	3569	3049
24/04/2017	3649	3829	3519	3259
26/04/2017	4049	4339	3609	3029
30/04/2017	3959	3729	3679	3009
03/05/2017	4009	3889	3687	2819

Tableau : les valeurs du pH de la formule EB+ C selon la température

Date (J)	pH à 50°C	pH à 40°C	pH à T ambiante	pH à 0°C
06/04/2017	7,56	7,56	7,56	7,56
10/04/2017	7,68	7,76	7,79	7,6
12/04/2017	7,76	7,73	7,74	7,57
18/04/2017	7,94	7,84	7,8	7,9
24/04/2017	8,02	8,06	7,93	7,98
26/04/2017	8,13	8,08	8,05	7,99
30/04/2017	7,98	7,85	7,87	7,67
03/05/2017	8	7,9	7,92	7,61

Tableau : les valeurs de point de trouble de la formule EB+C selon la température

Date (J)	point trouble à 50°C	point trouble à 40°C	point trouble à T ambiante
06/04/2017	6	6	6
10/04/2017	9	8	6
12/04/2017	7	8	7
18/04/2017	9	8	8
24/04/2017	8	8	8
26/04/2017	8	6	7
30/04/2017	8	8	8

03/05/2017	9	7	8
------------	---	---	---

### 3. Résultats de formule : L'eau distillée sans conservateur

Tableau : les valeurs de la viscosité de la formule ED-C selon la température

Date (J)	viscosité à 50°C	viscosité à 40°C	Viscosité à T ambiante	viscosité à 0°C
06/04/2017	4225	4225	4225	4225
10/04/2017	4329	3979	4149	3500
12/04/2017	5009	4706	3829	3719
18/04/2017	4529	4799	4219	3629
24/04/2017	4529	4329	4159	3459
26/04/2017	4559	5159	3749	4019
30/04/2017	4489	4599	4259	3769
03/05/2017	4667	4409	4379	3569

Tableau : les valeurs du pH de la formule ED-C selon la température

Date (J)	pH à 50°C	pH à 40°C	pH à T ambiante	pH à 0°C
06/04/2017	7,64	7,64	7,64	7,64
10/04/2017	7,73	7,6	7,57	7,62
12/04/2017	7,81	7,64	7,55	7,51
18/04/2017	7,97	7,78	7,56	7,87
24/04/2017	8,12	7,88	7,74	7,87
26/04/2017	8,15	7,9	7,8	7,89
30/04/2017	7,98	7,57	7,55	7,57
03/05/2017	8,01	7,78	7,58	7,52

Tableau : les valeurs de point trouble de la formule ED- C selon la température

Date (J)	point trouble à 50° C	point trouble à 40°C	point trouble à T ambiante
06/04/2017	8	8	8
10/04/2017	9	9	8
12/04/2017	8	9	8
18/04/2017	9	9	9
24/04/2017	9	7	8
26/04/2017	7	8	8
30/04/2017	8	8	8

03/05/2017	9	9	7
------------	---	---	---

#### 4. Résultats de formule : L'eau distillée avec conservateur

Tableau : les valeurs de la viscosité de la formule ED+C selon la température

Date (J)	viscosité à 50°C	viscosité à 40°C	Viscosité à T ambiante	viscosité à 0°C
06/04/2017	3950	3950	3950	3950
10/04/2017	3779	3969	3890	3800
12/04/2017	4960	4609	3749	3269
18/04/2017	4359	4639	3979	3489
24/04/2017	4359	4159	3959	3599
26/04/2017	4529	4819	3989	3359
30/04/2017	4599	4569	4109	3519
03/05/2017	4559	4289	4219	3259

Tableau : les valeurs du pH de la formule ED+C selon la température

Date (J)	pH à 50°C	pH à 40°C	pH à T ambiante	pH à 0°C
06/04/2017	7,75	7,75	7,75	7,75
10/04/2017	7,97	7,96	7,84	7,9
12/04/2017	8,01	7,97	7,88	7,85
18/04/2017	8,06	7,88	7,91	7,8
24/04/2017	8,31	8,28	8,09	7,87
26/04/2017	8,3	8,2	7,96	7,8
30/04/2017	8,03	7,98	7,88	7,75
03/05/2017	7,9	7,92	7,89	7,85

Tableau : les valeurs de point trouble de la formule ED+C selon la température

Date (J)	point trouble à 50°C	point trouble à 40°C	point trouble à T ambiante
06/04/2017	8	8	8
10/04/2017	9	9	9
12/04/2017	8	9	9
18/04/2017	9	9	8
24/04/2017	9	8	8
26/04/2017	8	9	8
30/04/2017	9	9	8
03/05/2017	9	8	7

## 5. Résultats de la formule : L'eau adoucie sans conservateur

Tableau : les valeurs de la viscosité de la formule EA-C selon la température

Date (J)	viscosité à 50°C	viscosité à 40°C	Viscosité à T ambiante	viscosité à 0°C
06/04/2017	5500	5500	5500	5500
10/04/2017	5319	5579	5550	4639
12/04/2017	5459	5959	5309	5189
18/04/2017	5829	6219	5296	5149
24/04/2017	5769	5839	5309	4479
26/04/2017	6289	6709	5409	5089
30/04/2017	6619	5659	5469	5109
03/05/2017	5449	5679	5809	4589

Tableau : les valeurs du pH de la formule EA-C selon la température

Date (J)	pH à 50°C	pH à 40°C	pH à T ambiante	pH à 0°C
06/04/2017	7,55	7,55	7,55	7,55
10/04/2017	7,78	7,79	7,78	7,9
12/04/2017	7,9	7,88	7,76	7,83
18/04/2017	7,93	7,72	7,81	7,82
24/04/2017	8,1	7,97	7,69	8,11
26/04/2017	8,14	7,94	7,68	8,17
30/04/2017	7,74	7,64	7,38	7,95
03/05/2017	7,82	7,69	7,48	7,87

Tableau : les valeurs de point trouble de la formule EA-C selon la température

Date (J)	point trouble 50°C	point trouble 40°C	point trouble à T ambiante
06/04/2017	8	8	8
10/04/2017	8	9	8
12/04/2017	8	8	8
18/04/2017	8	9	8
24/04/2017	8	8	9
26/04/2017	7	9	8
30/04/2017	8	8	8
03/05/2017	9	8	8

## 6. Résultats de formule : L'eau adoucie sans conservateur

Tableau : les valeurs de la viscosité de la formule EA+C selon la température

Date (J)	Viscosité à 50°C	Viscosité à 40°C	Viscosité à T ambiante	viscosité à 0°C
06/04/2017	5500	5500	5500	5500
10/04/2017	5519	5529	5438	4789
12/04/2017	5830	5779	5329	5119
18/04/2017	5929	5559	5309	5199
24/04/2017	5349	5589	5359	5349
26/04/2017	6319	6629	5439	4929
30/04/2017	5539	5865	5429	5399
03/05/2017	5559	5839	5709	4859

Tableau : les valeurs de pH de la formule EA+C selon la température

Date (J)	pH à 50°C	pH à 40°C	pH à T ambiante	pH à 0°C
06/04/2017	7,55	7,55	7,55	7,55
10/04/2017	7,85	7,93	7,92	7,93
12/04/2017	7,96	7,95	7,85	7,95
18/04/2017	7,96	7,91	7,92	7,96
24/04/2017	8,26	8,2	8,16	8,17
26/04/2017	8,25	8,19	7,96	8,05
30/04/2017	7,85	7,9	7,87	7,86
03/05/2017	8,07	7,95	7,84	7,91

Tableau : les valeurs de point trouble de la formule EA+C selon la température

Date (J)	point trouble à 50°C	point trouble à 40°C	point trouble à T ambiante
06/04/2017	8	8	8
10/04/2017	9	8	8
12/04/2017	8	8	9
18/04/2017	8	8	7
24/04/2017	7	8	9
26/04/2017	8	9	8



30/04/2017	8	8	7
03/05/2017	9	8	7

## **Résumé :**

L'objectif de notre travail a été l'étude de la stabilité physico-chimique et microbiologique d'un détergent liquide vaisselle Pril Isis. Une procédure expérimentale suivie au niveau du laboratoire Henkel Algérie consiste en la préparation de six formules à base de tensioactifs anioniques avec trois types d'eau : l'eau brute, l'eau distillée et l'eau adoucie en présence et en absence du parmétol. Après les analyses de la matière active, du pH, de la viscosité et du point de trouble effectuées sur nos échantillons, ces derniers ont étéensemencés sur milieu TSA à 30°C pour détecter la présence de germes aérobies et sur milieu SDA à 20°C pour d'éventuelles levures et moisissures. Les résultats générés ont montré que la meilleure stabilité est obtenue avec la formule à l'eau adoucie. La présence de germes aérobies, de levures et de moisissures est due aux conditions de travail au niveau de notre lieu de stage. La mal-formulation d'un détergent liquide est souvent à l'origine de sa non-stabilité.

**Mots clés :** tensioactifs anioniques, stabilité, eau brute, eau distillée, eau adoucie, parmétol

## **Abstract:**

The aim of our work has been the study of the physicochemical and microbiological stability of a washing-up liquid detergent Pril Isis. An experimental procedure carried out at Henkel's laboratory Algeria consists of preparing six formulae made of anionic surfactants with three sorts of water: untreated water, distilled water and softened water in presence and absence of parmetol. After the analyses of the active agent, the pH, the viscosity and the cloud point of our samples; the latter have been plated on TSA agar at 30 ° C to detect the presence of aerobic germs and on SDA agar at 20 ° C for potential yeast and mould. The generated results show that the best stability is obtained with the softened water formula. The presence of aerobic germs, yeast and mould is due to the working conditions. The mal-formulation of a liquid detergent is often behind its non-stability.

**Keywords:** Anionic surfactants, stability, untreated water, distilled water, softened water, parmetol