

Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique



Université de Ghardaïa

Faculté des Sciences et Technologies

Département de Génie des procédés

N° d'ordre :

N° de série :

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : *Sciences et Technologies*

Filière : *Génie des procédés*

Spécialité : *Génie chimique*

Par : *ZERBANI Ghania*

Thème

Caractéristiques physico-chimiques et antimicrobiennes d'un savon additionné à l'huile essentielle du citron (Citrus limon)

Soutenu publiquement le : 30/09/2020

Devant le jury :

Dr. Adamou Youcef	MAA	Univ. Ghardaïa	Président
Dr. Hellali Naima	MCB	Univ. Ghardaïa	Examinatrice
Dr. Laghouiter Oum Kalthoume	Doctorat	Univ. Ghardaïa	Examinatrice
Khane Yasmina	MCB	Univ. Ghardaïa	Encadreuse

Année universitaire 2019/2020

Remercîment

Avant tout, je tiens à remercier le bon Dieu tout puissant qui m'accordé santé et courage pour réaliser ce modeste travail;

Je tiens à remercier ma promotrice: KHANE Yasmina pour l'honneur qu'elle m'a fait en m'encadrant. Je vous exprime, toute ma gratitude pour tous vos efforts, votre compréhension, votre disponibilité et vos précieux conseils qui ont contribués à la réalisation de ce travail;

Mes remerciements les plus sincères et les plus profonds sont adressés aux membres de jury;

Je tiens également à remercier chaleureusement les techniciens des laboratoires: chimie 1, hydraulique 2, micro biologie, et labo de recherche pour ses disponibilités, leurs aides, ses compréhensions mais particulièrement ses soutien morale;

A travers ce modeste travail, je tiens à remercier l'ensemble des enseignants qui ont contribué de près ou de loin à ma formation, qu'ils retrouvent à travers ces lignes l'expression de ma grande reconnaissance;

Merci aussi à tous les collègues de travail, notamment ceux de ma promotion, qui m'ont aidé à réaliser ce travail;

Merçi

Dédicace

*je dédie ce travail,
A mes chers parents,
A mon cher père:*

*Je retrouve dans ce simple travail la force que tu m'as transmise et récoltes
aujourd'hui le fruit du gain que tu as semé hier.*

A ma très chère mère:

*A toi qui m'avais suivi et aidé tout au long de mes études avec ton amour et
ta généreuse tendresse qui m'illuminent la vie.*

*Toi qui seras et resteras pour moi symbole de courage, de sincérité et
d'amour. Retrouves en ce modeste travail un des fruits de ton dévouement
avec l'espoir de te satisfaire encore plus que Dieu te protège et te garde
pour nous.*

A mes frères; Slimane et sa femme Amel, Ahmed, Messeaud

Ames sœurs; Kheira, Merièm, Hadjer, Zeineb

A ma chère grande mère dieu la protège et la garde pour nous

Ames ami surtout; Amel, Rania, Nour, Messeauda, Imane

*A toute les personnes qui me connaissent des prés ou de loin seulement
pour leur existence*

Résumé :

Les maladies de la peau tiennent de nos jours une place importante dans la pathologie infectieuse. Si pour ça, la découverte de ressources naturelles du règne végétal reste capitale pour la mise au point de nouveaux remèdes thérapeutiques. C'est dans cette optique que s'articule la présente étude, pour mettre au point un savon antimicrobien à base d'huile végétale (huile d'olive) additionné avec l'huile essentielle de citron (*Citrus limon*) pour tester leur efficacité bactéricide ainsi que sa rémanence.

Dans ce travail, en appliquant trois procédés pour fabriquer des savons pâteux 100% naturelles à base d'huiles d'olive.

En suit, nous avons valorisé de l'huile essentielle de *Citrus limon* avec l'extraction par hydrodistillaion et l'incorporer dans la synthèse d'un savon avant le moulage afin de conserver les différents principes actifs présents dans l'huile pour conserver leurs propriétés thérapeutiques.

D'autre part, d'étudier les caractéristiques physico-chimiques des savons obtenus et l'évaluation son pouvoir antiseptique et sa rémanence.

D'après les résultats obtenus, Les savons obtenus semble avoir une excellente rémanence avec différents taux de réduction de la flore totale sur la peau.

Mots clés: huiles d'olive, de l'huile essentielle, *citrus limon*, analyses, savon, rémanence.

Abstract:

Skin diseases nowadays occupy an important place in infectious pathology. If for that, the discovery of natural resources of the vegetable kingdom remains capital for the development of new therapeutic remedies. It is in this perspective that the present study is articulated, to develop an antimicrobial soap based on vegetable oil (olive oil) added with essential oil of lemon (*Citrus limon*) to test their bactericidal effectiveness as well as its afterglow.

In this work, by applying three processes to make 100% natural pasty soaps made from olive oils.

Following, we have valued the essential oil of *Citrus limon* with extraction by hydrodistillation and incorporated it in the synthesis of a soap before molding in order to preserve the different active ingredients present in the oil to preserve their properties therapeutic.

On the other hand, to study the physicochemical characteristics of the soaps obtained and the evaluation of its antiseptic power and its persistence.

From the results obtained, the soaps obtained seem to have excellent persistence with different rates of reduction of the total flora on the skin.

Keywords: olive oils, essential oil, *citrus limon*, analyzes, soap, persistence.

Liste des abréviations:

Abs: Absorbance.

AFNOR: Association Française de Normalisation.

AG: Acide Gras.

CE₅₀: Concentration Efficace à 50%.

CG: Corps Gras.

CPG/MS: Chromatographie en Phase Gazeuse couplée à la Spectroscopie de Masse.

FAO: Food Agriculture Organisation.

HE: Huile Essentielle.

Ia: Indice d'acide.

Ip: Indice de peroxyde.

Is: Indice de saponification.

ISO: International Standard Organisation.

JORA: Journal Officiel Algérien.

KOH: Hydroxyde de potassium.

M: Molaire (mol/l).

MG: Matière Grasse.

N: Normalité.

NaOH: hydroxyde de soude.

PCA: Plate Count Agar.

PH: Potentiel d'Hydrogène.

RHE: Rendement de l'Huile Essentielle.

SW: site web

TM: Taux de Mousse.

TR: Taux de Réduction bactérienne.

UFC: Unité Formant une Colonie.

Liste des figures:

Figure 1: <i>citrus limon</i>	06
Figure 2: la morphologie de Citrus et La plante de <i>Citrus limon</i>	08
Figure 3: Les parties du citron	08
Figure 4: Les huit pays premier producteurs de citron et lime au monde	10
Figure 5: composition de citron	11
Figure 6: Huile essentielle de Citron	13
Figure 7: Poches sécrétrices des huiles essentielles des Citrus	14
Figure 8: Dispositif de l'extraction par expression à froid	15
Figure 9 : Hydrodistillation ou distillation simple	15
Figure 10: Dispositif de l'entraînement à la vapeur d'eau	16
Figure 11: l'extraction assistée par micro-ondes	17
Figure 12: l'extraction assistée par ultrasons	17
Figure 13: Savon	22
Figure 14: Histoire du savon	24
Figure 15: savon solide	26
Figure 16 : savon liquide	27
Figure 17 : Le savon d'Alep	27
Figure 18 : Savon de Marseille	28
Figure 19 : Savon noir	28
Figure 20 : Le savon blanc	28
Figure 21 : Savon au Lait	29

Figure 22 : Le savon d'Azul e Branco	29
Figure 23 : Le savon de castille	29
Figure 24 : savon marbré	30
Figure 25 : Le savon transparent	30
Figure 26 : Savon de ménage en barres	31
Figure 27 : Le savon ponce	31
Figure 28 : Le savon dentifrice	31
Figure 29 : Le savon d'atelier	32
Figure 30 : Le savon antiseptique	32
Figure 31 : Le relargage	37
Figure 32 : Structure schématique d'un tensioactif	40
Figure 33 : Disposition des molécules de savon dans l'eau et formation des micelles	40
Figure 34 : Organigramme descriptif de la méthodologie de l'extraction et la caractérisation de l'huile essentielle du citron	43
Figure 35 : Organigramme descriptif de la méthodologie de la synthèse d'un savon additionné avec l'huile essentielle du citron	44
Figure 36 : la récolte de fruit de citron	45
Figure 37 : Géographie des zones de prélèvement de nos échantillons	46
Figure 38 : photographies des échantillons	46
Figure 39 : Dispositif utilisé pour l'extraction de l'HE du citron	47
Figure 40 : Séparation de HE de citron	48
Figure 41 : principe de saponification	49
Figure 42 : Dispositif de chauffage à reflux utilisé pour la synthèse d'un savon.	51
Figure 43 : Le relargage	52

Figure 44 : Dispositif de filtration du savon	52
Figure 45 : La pâte du savon obtenue	53
Figure 46 : Moulage de la pâte des savons	53
Figure 47 : Appareil de mesure de point de fusion M5000	58
Figure 48 : les étapes de l'analyse bactéricide	62
Figure 49 : Echantillon d'huiles essentielles	65
Figure 50 : Le rendement d'extraction d'huiles essentielles de zeste de Citrus limon	66
Figure 51 : Le savon synthétisé après séchage	70
Figure 52 : le potentiel hydrogéné (pH) pour les trois savons	72
Figure 53 : l'indice de peroxyde pour les trois savons	73
Figure 54 : la teneur en alcali libre des trois savons	74
Figure 55 : le point de fusion des savons élaborés	74
Figure 56 : le taux de l'humidité des trois savons	75
Figure 57 : le volume de mousse des trois savons	76
Figure 58 : pouvoir moussant des savons obtenus	76
Figure 59 : L'évaluation de l'efficacité antiseptique de savon préparé après lavage des mains....	78

Liste des tableaux :

Tableau 1 : Classification de citrus limon	07
Tableau 2 : Les variétés de citron	09
Tableau 3 : Composition biochimique moyenne de citron	11
Tableau 4 : La composition chimique de l'HE du citrus limon	18
Tableau 5 : Les principales huiles utilisées dans la fabrication du savon	33
Tableau 6 : Point de fusion des savons usuels selon la nature de la base utilisée	38
Tableau 7 : Tableau récapitulatif des analyses réalisées sur l'huile d'olive	67
Tableau 8 : Résultats des analyses effectuées sur les savons pâteux...	71
Tableau 9 : Point de fusion des savons usuels	75

Sommaire :

Liste des abréviations	I
Liste des figures	II
Liste des tableaux	VI

Introduction générale

Introduction générale :	02
-------------------------	----

Chapitre I : Revue bibliographique

I. Généralité sur le citron (<i>Citrus limon</i>)	06
I.1. Préambule	06
I.2. Classification botanique	07
I.3. Description du citron	07
I.4. Variété de citron	09
I.5. Production du citron	09
I.5.1. Production mondiale	09
I.5.2. Production Algérienne	10
I.6. Compositions chimique et propriétés de citron	10
I.7. Les huiles essentielles	12
I.7.1. Définition	12
I.7.2. L'huile essentielle de <i>citrus limon</i>	13
I.7.3 Extraction des huiles essentielles	14
I.7.4. Composition chimique d'HE de citron	18
I.7.5 Application d'huile essentielle du citron	19
I.7.6. Toxicité des huiles essentielles	21
I.2. Généralité sur le savon	22
I.2.1. Préambule	22
I.2.2. Histoire du savon	22
I.2.3. Définition du savon	24
I.2.4. La production du savon (La réaction de saponification)	24

I.2.5. Types de savons	26
A. Savon suivant l'aspect ou la composition	26
B. Suivant la provenance géographique ou la couleur	27
C. Suivant l'usage	30
I.2.6. Les matières premières de fabrication	32
I.2.7. Mécanisme de fabrication du savon	35
1. Fabrication artisanale	35
A. La refonte ou "rebatch"	35
B. Le procédé à froid	35
C. Le procédé à chaud	36
2. Fabrication industrielles	36
I.2.8. Caractéristiques d'un savon	37
I.2.9. Propriétés physico-chimiques du savon	38
I.2.9.1. Le point de fusion	38
I.2.9.2. Le pouvoir mouillant	38
I.2.9.3. Le pouvoir émulsifiant du savon dans l'eau	39
I.2.9.4. Le pouvoir dispersant	39
I.2.9.5. Le pouvoir moussant	39
I.2.10. Action moléculaire du savon	39
• Formation des micelles	40
I.2.11. Utilisation et efficacité	40
Conclusion	41

Chapitre II : Matériels et Méthodes

II. Objectif du travail	43
II.1. Matériaux et produits utilisés	45
II.1.1. Partie 1 : Préparation d'huile essentielle du citron (<i>Citrus limon</i>)	45
II.1.1.1. Matériel végétal et échantillonnage	45
II.1.2. Extraction par hydrodistillation et caractérisation des huiles essentielles	46
II.2. partie 2: Synthèse du savon	48
II.2.1. Les corps gras	48
II.2. 2. Composition chimique	48
II.2.3. La lessive de la soude caustique	49

II.2.4. Préparation des savons pâteux à base d'huiles végétales	49
II.2.4.1. Principe de la saponification	49
II.2.4.2. Technique de la saponification	50
Méthode 1 : saponification à froid	50
Méthode 2 : saponification à semi-ébullition (à semi-chaud)	50
Méthode3 : saponification par ébullition complète (chauffage à reflux)	51
II.2.5. caractérisation des huiles et des savons	54
II.2.5. 1. Les analyses physico-chimiques sur l'huile essentielle et l'huile d'olive	54
a/ Détermination du rendement en huiles essentielles	54
b/. La densité relative d'huile essentielle (NF ISO 6883)	54
c/. Indice de saponification	54
d/. Détermination de l'acidité libre (Indice d'acide)	55
e/. L'indice de peroxyde	56
II.2.5.2. Étude des propriétés des savons obtenus	57
II.2.5.2.1. Analyse physico-chimique	57
a/. Détermination du Potentiel Hydrogéné (pH)	57
b/. Détermination de la teneur en alcali libre (ISO 684,1974)	58
c/. Détermination du point de fusion	58
d/. Détermination la teneur en eau (humidité) (ISO 672 : 1978)	59
e/. Détermination du pouvoir moussant du savon (volume de mousse)	59
II.2.5.2.2. Evaluation de l'efficacité antiseptique des savons élaborés après lavage des mains	60
Protocole expérimental	60
Etape 1 : préparation de milieu solide	60
Etape 2 : Prélèvements bactériologiques avant lavage	61
Étape 3 : Prélèvement bactériologique après lavage	61
Étape 4 : Dénombrement des bactéries	61

Chapitre III : Résultats et Discussions

III. Les analyses physico-chimiques sur l'huile essentielle de citron (Citrus limon) et l'huile d'olive	65
III.1. Rendement en huiles essentielles	65
III.2. La densité relative d'huile essentielle	66
III.3. Les caractéristiques d'huile d'olive utilisé	66
III.3.1. La densité relative d'huile d'olive	67
III.3.2. L'indice d'acidité	67
III.3.3. L'indice de peroxyde(IP)	67
III.3.4.Indice de saponification	68

III.4. Étude des propriétés des savons pâteux préparés	68
III.4.1. Les méthodes de synthèse des savons pâteux	68
1. Le procédé à froid	69
2. Le procédé semi-chaud	69
3. Le procédé à reflux (à chaud)	70
➤ L'addition de l'huile essentielle dans les savons préparés	70
III.4.2. Étude des propriétés des savons obtenus	71
1. Détermination du Potentiel Hydrogéné (pH)	71
2. Indice de peroxyde	72
3. Détermination de la teneur en alcali libre	73
4. Le point de fusion	74
5. La teneur en eau (humidité)	75
6. Détermination du pouvoir moussant du savon (volume de mousse)	75
III.4.3. L'évaluation de l'efficacité microbiologique des savons préparés	76
✓ L'évaluation de l'efficacité antiseptique de savon préparé après lavage des mains	76

Conclusion Générale

Conclusion Générale	81
Références Bibliographiques	
Annexes	

Introduction Générale

Introduction générale :

La peau est l'enveloppe protectrice du corps humain. Du fait de sa très grande sensibilité, elle est soumise à l'influence du climat, des habitudes alimentaires, des soins polluants et agressifs et des piqûres d'insectes. Elle a donc besoin d'être entretenue par des savons. Le savon tel qu'on l'entend aujourd'hui est le résultat de siècles d'évolution dans sa composition. À l'antiquité, il était fabriqué à partir des graisses animales, sa qualité est largement améliorée lorsque ces dernières sont remplacées par l'huile d'olive et les autres huiles. La nature nous procure de nombreux ingrédients qui ont des potentiels pour les soins cosmétiques. Deux exemples d'ingrédients de très grande qualité et efficacité sont les huiles végétales et les huiles essentielles.

L'utilisation des corps gras d'origine végétale dans le domaine de l'alimentation humaine remonte à la nuit des temps. Mais les huiles végétales ont connu un nouvel air lors de leurs utilisations dans le domaine de la savonnerie ; ils représentent en volume plus ou moins 2/3 des matières premières dans la fabrication du savon ; c'est ce qui a permis d'améliorer la qualité et les propriétés des savons, satisfaisant ainsi l'exigence de l'Homme qui cherche aujourd'hui, dans le savon des remèdes à ses problèmes de peaux, mais aussi un moyen d'hygiène tandis qu'il a réussi à fabriquer des savons antibactériens à base de ces huiles végétales.

Les huiles essentielles représentent un groupe très intéressant de métabolites qui sont dotés de propriétés antimicrobiennes les rendant intéressants comme produits de remplacement des antiseptiques pour le secteur des détergents et des savonniers.

Depuis plusieurs années, les huiles essentielles ont envahies de nombreux produits de la vie courante. En effet, ces huiles essentielles constituent souvent une matière première destinée à des secteurs d'activités aussi divers que ceux de la parfumerie, ou tout doit être beau et sentir bon même pour masquer les odeurs des produits purs souvent désagréables. Comme dans le secteur des produits ménagers. En tant qu'arômes alimentaires comme exhausteur de goûts (cafés, thés, tabacs, vins, yaourts, plats cuisinés,..) (1). Dans les produits alimentaires destinés à la conservation (produits de la quatrième gamme). Elles s'ajoutent sur les produits de consommation dans le but d'aromatisation (quelques gouttes déposées sur les morceaux du sucre). (2)

En gastronomie l'emploi des plantes à essences sous forme d'épices. Celles-ci sont réparties aromatiques (aromes amers et acres) comme dans le cas du faux poivrier, ou simplement en épice pour les desserts et pâtisseries (3). Depuis toujours les huiles essentielles ont été utilisées comme une source majeure de médicaments et produit de base dans les industries pharmaceutiques et la médecine douce grâce à leurs richesses en métabolites secondaires. Les huiles essentielles peuvent également être ajoutées dans les produits cosmétiques, et principalement la cosmétique bio, est également un secteur qui utilise de plus en plus d'huiles essentielles. On les retrouve dans de nombreux produits comme : savons, shampoings, gel-douches, crèmes des soins.

Selon Mau et al (4), Les huiles essentielles possèdent de nombreuses activités biologiques. En phytothérapie, elles sont utilisées pour leurs propriétés antiseptiques contre les maladies infectieuses d'origine bactérienne et d'origine fongique. Dans les domaines phytosanitaires, les huiles essentielles ou leurs composés actifs pourraient également être employés comme agents de protection contre les champignons contre les microorganismes pathogènes. Beaucoup d'entre elles ont des propriétés antivirales, antitoxiques antivenimeuses et plus récemment en leur reconnaît également des propriétés anticancéreuses.

Les espèces de genre *Citrus limon* ont été utilisées dans la médecine traditionnelle pour leurs propriétés biologiques en tant que sédatifs, analgésiques, antiarythmiques, stomachiques, anti-inflammatoires et anti-rhumatismes. Les huiles essentielles de *citrus limon* ont été rapportées pour avoir des propriétés antimicrobiennes, antioxydants, antifongiques, antidépresseur et anti cancéreuses, en raison de leur utilisation dans le cosmétique, l'industrie pharmaceutique et en agroalimentaire. (5)

Les H.E de *Citrus* sont utilisées pour la préparation des parfums, désodorisant et les savons. Couramment utilisée pour ses propriétés blanchissantes et purifiantes, l'huile essentielle de citron est un antiseptique à large spectre. Elle possède aussi des propriétés antirides, entretien de la peau et soins et une action lipolytique qui pourrait être mise à profit pour le soin des peaux grasses ou acnéiques. (6)

Les maladies de la peau tiennent de nos jours une place importante dans la pathologie infectieuse. Elles sont très courantes malgré l'existence d'antibiotiques modernes appropriés. C'est dans ce contexte, l'objectif de ce présent travail est de préparer des savons pâteux à base d'huiles végétales produites localement essentiellement à base d'huile d'olive et l'incorporer

avec l'huile essentielle de citron (*Citrus limon*). A cet effet nous avons d'abord extraite l'huile essentielle de citron (*Citrus limon*) et analysés les matières premières qui est : l'huile d'olive à savoir : taux d'humidité, indice d'acide, indice de saponification et indice de peroxyde ; ensuite nous avons appliquons trois procédés à la fabrication des savons et l'additionner l'huile essentielle du citron

Enfin nous avons procédé au contrôle des savons obtenu de point de vue : taux d'humidité, indice de peroxyde, teneur en alcali libre, la mousse, et l'évaluation du pouvoir, in vivo, son pouvoir antiseptique et antimicrobien.

Ce mémoire comporte trois chapitres. Le premier chapitre entame quelques généralités sur le savon, une revue de littérature sur les huiles essentielles et l'huile de citron (*citrus limon*), les procédés d'extraction, la composition et les propriétés biologiques et pharmacologiques y sont présentes. Le deuxième chapitre est consacré aux Matériels et Méthodes expérimentales décrivant le contexte global de cette étude ainsi que les différents objectifs à atteindre. Ensuite, le chapitre III représente tous les résultats obtenus au cours de notre expérimentation avec une discussion. Finalement, la conclusion sur les principaux résultats significatifs marquants au cours de ce travail.

Chapitre I:
Revue bibliographique

I. Généralité sur le citron (*Citrus limon*)

I.1. Préambule :

L'origine du citron reste peu connue. Certains prétendent que ce fruit serait né d'un croisement entre le pamplemousse, le cédrat et la lime (citron vert). Le citron est le fruit du citronnier. Parmi les raisons qui ont conféré au citron un poids économique sur la scène internationale figurent ses bienfaits sur la santé, attribués relativement à la présence de composés bioactifs, tels que les composés phénoliques (7), la vitamine C (8), et les caroténoïdes (9). Il est facilement associé à la confection de boissons pour lutter contre les refroidissements tels que le rhume et la grippe. Nous sommes tous conscients de la richesse en vitamine C de ce fruit. Il est jusqu'à ce jour le remède miracle contre le scorbut. (10)

Bien que le fruit est une source de composés aromatiques (11, 12), de nombreux auteurs ont rapporté des propriétés anti oxydantes attribuées aux huiles essentielles extraites de ses écorces. (13)

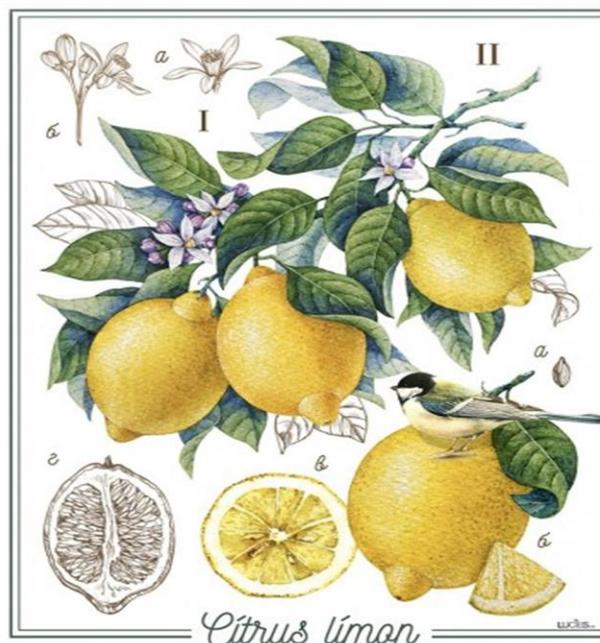


Figure 1 : *Citrus limon* [SW1]

I.2. Classification botanique :

Le tableau ci-dessous illustre la classification botanique du citron (*Citrus limon*).

Tableau 1 : Classification de citrus limon (14)

Domaine	Biota
Règne	Plantae
Sous règne	Viridae plantae
Classe	Equisetopsida
Ordre	Sapindales
Famille	Rutacée
Genre	Citrus

I.3. Description du citron :

Le citron est le fruit du citronnier (*Citrus limon*), c'est un agrume appartenant à la famille des Rutacées. Ce dernier est un arbuste originaire du sud-est asiatique, cultivé sur le littoral de la Méditerranée et dans toutes les régions du globe à climat semi-tropical (15). Le citron est un agrume plus vigoureux, son arbre vert et aromatique est caractérisé par une croissance rapide et d'une durée de vie d'environ 40 ans, supporte une température minimale de -2°C, de taille moyenne qui atteindra, en pleine terre entre 3 et 6 m de haut, porte 5-6 branches charpentières très fournies en rameaux, les racines superficielles forment un réseau dans les 80 premiers centimètres de sol, supportent mal la concurrence de plantes voisines et Ils peut vivre environ 80 ans. En culture, il est souvent taillé, d'une part pour limiter son encombrement, d'autre part optimiser son branchage. (16)

Les feuilles des citronniers sont des feuilles vertes persistantes et alternatives, vert profond et luisantes, plus pâles sur leur revers. Elles ont une forme en fuseau, de 6 à 11 cm de long et leur pétiole est parfois ailé. Les feuilles sont très odorantes en raison des multiples poches à essence qu'elles contiennent, qui sont visibles à l'œil nu. (16)

Les Fleurs ont des pétales blancs de petites tailles, à teinte blanc violacée (à 5 pétales blancs), axillaires réunies en petits groupes. Légèrement cireuse d'aspect, elle dégage un parfum très agréable. Leurs fruits, les citrons jaunes sont plus ou moins acides en fonction de la variété. (17) Selon les espèces, la fleur se transforme en fruit mur.

Les fruits sont juteux, acides et très parfumés de forme ovale (8-12 cm) de long sur (5-6 cm) de diamètre, avec un mamelon plus au moins apparent à son extrémité. La peau (l'écorce) fine est d'épaisseur variable, colorée en jaune ou verte à maturité du fruit ; elle est pourvue de nombreuses glandes oléifères renfermant des essences. La pulpe est généralement riche en acide citrique et juteuse avec quelques pépins, ce qu'il lui donne sa saveur acide (18). Le citron reste longtemps sur l'arbre sans que le goût s'altère. (17)

Les plus estimés sont dits « première fleur » (primofiori) (récolte d'octobre à décembre) et « seconde fleur » (mars, avril). Ils se conservent de 6 à 8 mois. (19) et la fructification de l'hiver est plus importante (de 60 à 70% de production annuelle de l'arbre) (15). Il produit de 30 à 40 t/ha.



Figure 2 : la morphologie de *Citrus* et La plante de *Citrus limon*. [SW2]

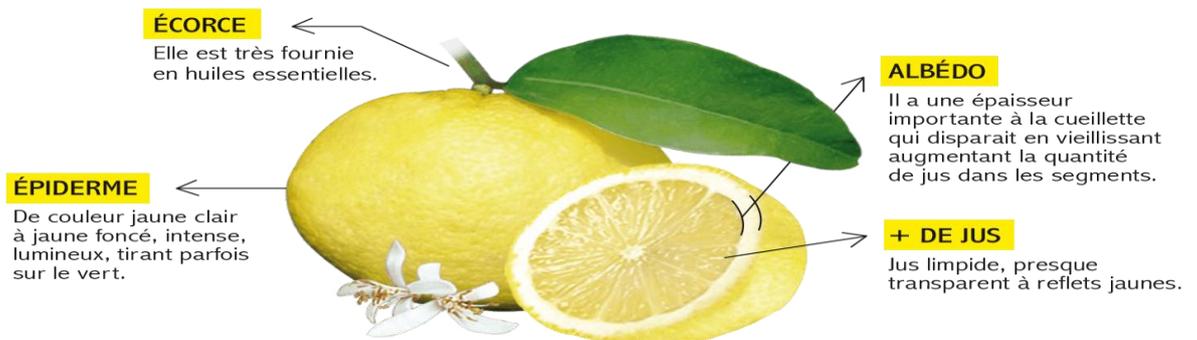


Figure 3 : Les parties du citron [SW3]

I.4. Variété de citron :

Les principales variétés méditerranéennes cultivées du citronnier sont : "Verna", "Euréka", "Lisbon", "Monachello", "Interdonato" et "Lunaris" (18). Ces variétés sont sélectionnées pour leur valeur commerciale : productivité, richesse en jus, capacité d'être récoltée toute l'année, en effet le citron est un agrume principalement à maturité l'hiver mais apprécié l'été.

Parmi les innombrables variétés de citron que vous pouvez trouver sur les marchés voici les plus courantes :

Tableau 2 : Les variétés de citron (16)

Variété	Saison	Caractère de fruit
Primofiori	Octobre à décembre	Forme Ovale, peau fine, pulpe très juteuse
Internado	Septembre à octobre	Fruit de grand de taille, peau très fine, pulpe juteuse et acide, pas des pépins
Verna	Toute l'année	Fruit de couleur jaune intense, peau rugueuse et épaisse, pas des pépins, peu acide
Eureka	4 saisons	Forme ovoïde, un zeste difficile à prélevé, juteuse très acide

I.5. Production du citron :

I.5.1. Production mondiale :

La production et la consommation mondiale d'agrumes ont connu une période de forte croissance depuis le milieu des années 80. Les citrons sont généralement

Produits sous des climats plus froids, tels que l'ouest des États-Unis, l'Espagne, l'Italie et l'Argentine. Ils sont également adaptés à des climats secs (Égypte, Iran, Inde, etc.).

Selon l'organisation pour l'Alimentation et l'Agriculture des Nations Unies (FAO), en 2015 le Mexique, l'Union Européenne et l'Argentine étaient les plus grands producteurs au monde des citrons et des limes. (21)

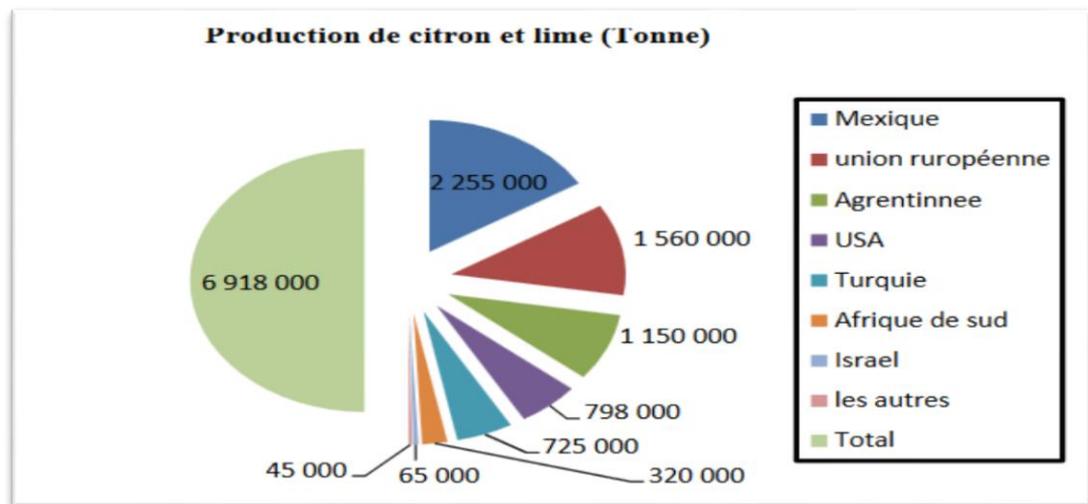


Figure 4 : Les huit pays premier producteurs de citron et lime au monde (21)

I.5.2. Production Algérienne :

En Algérie, la culture des agrumes représente un segment stratégique. Selon les dernières statistiques (22), l'agrumiculture couvre actuellement une superficie totale de 64 323 ha, disposait d'une superficie de 4 365 Ha pour la culture de citron, la production obtenue durant la saison 2011-2012 est de 760 823 tonnes. (21)

I.6. Compositions chimique et propriétés de citron :

Comme tous les agrumes, le citron est un fruit très juteux renfermant 90 % d'eau, fortement acide (pH inférieur à 3). L'acidité est essentiellement à l'acide citrique, accompagné de faibles quantités d'acides malique, ascorbique, caféique et férulique. (19) Le fruit du a une haute teneur en vitamine C (40 à 50 mg/100g) et d'un large éventail de vitamines du groupe B avec des quantités considérables des flavonoïdes, des polyphénols, des caroténoïdes, et les huiles essentielles (23). Il est riche en sels minéraux, Potassium, en acides

organiques, en sélénium, en fibres, et il renferme du calcium à un taux relativement élevé (25mg/ 100g). (19)

Le tableau (3) représente les principaux composés contenus dans le fruit de citron et son jus. L'arôme du citron provient en grande partie de ses essences et huiles essentielles, abondantes dans les vacuoles de l'écorce. Il s'agit de mélange de limonènes, de citral, de citronellal, de coumarines, substances très aromatiques et pour certaines fortement amères. (24)



Figure 5 : composition de citron [SW4]

Tableau 3 : Composition biochimique moyenne de citron (25)

	Citron sans écorce (4,5cm de diamètre)/60g	Jus de citron frais, 63ml (1/4tasse)/65g
Calories	17	16
Protéines	0.6g	0.3g
Glucides	5.4g	5.6g
Lipides	0.2g	0.0g
Fibres alimentaires	1.6g	0.3g

I.7. Les huiles essentielles :

Depuis des siècles, l'homme a utilisé les plantes, et en particulier les plantes aromatiques, dans plusieurs domaines tels que la parfumerie, la pharmacologie et l'agroalimentaire, grâce à leurs propriétés découvertes par hasard. Les plantes produisent un grand nombre de métabolites secondaires.

I.7.1 Définition :

On appelle huile essentielle, ou parfois essence végétale (du latin *essentia*, « nature d'une chose »), Ce sont des molécules volatiles odorantes et hydrophobes des composés aromatiques (odoriférants) obtenues à partir d'une matière végétale botaniquement définie (soit à partir de racines, d'écorce, de feuilles, de fleurs ou de tubercules), soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation à sec, soit par extraction mécanique approprié sans chauffage. (26)

L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition. (27)

Selon la Norme ISO, une huile essentielle est définie comme un « produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques».

Selon l'association française de normalisation (28) définit une huile essentielle comme étant une substance volatile et odoriférante sécrétée par les plantes aromatiques. Les poches sécrétrices peuvent être situées tant au niveau des parties aériennes (fleurs, feuilles, tiges et rameaux) que des organes souterrains (racines, rhizome). L'huile essentielle désigne un produit obtenu à partir d'une matière première (dont elle porte le nom) par simple distillation ou par expression mécanique.

Le terme d'huile essentielle a été inventé au 16^{ème} siècle par le réformateur suisse de la médecine, Paracelsus von Hohenheim qui a appelé le composant efficace *essentia* de Quinta de droga. (29)

I.7.2. L'huile essentielle de *citrus limon* :

L'huile essentielle se trouve dans des cellules sécrétrices spécifiques. Les plantes du genre *Citrus* font partie de la famille des Rutacées qui sont caractérisées par la présence, dans les feuilles, fleurs, tiges et péricarpes des fruits, de poches schizolysigènes contenant de l'essence aromatique (30). L'huile essentielle du citron est obtenue par expression mécanique à froid à partir d'un zeste frais de fruit, le terme technique ou appellation est essence. Ce mode d'obtention est le plus couramment utilisé pour le traitement des zestes. Cependant les zestes secs d'agrumes peuvent être distillés à la vapeur d'eau. Le produit obtenu est alors une huile essentielle. Essence et huile essentielle présentent les mêmes propriétés et précautions à l'exception de la photosensibilisation qui existe uniquement pour l'essence.

L'huile essentielle de citron (*Citrus limon*) dont l'odeur très agréable est vivifiante, est un antibactérien puissant qui permet entre autres, de désinfecter et cicatriser la peau, et de tonifier l'organisme. (26)



Figure 6 : Huile essentielle de Citron [SW5]

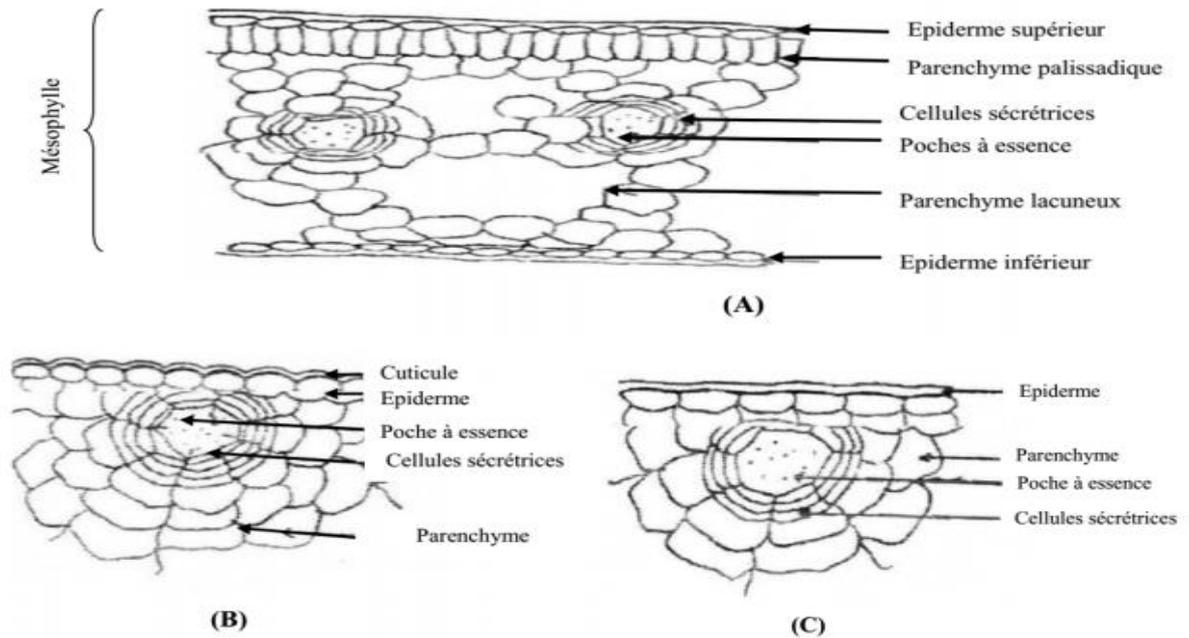


Figure 7 : Poches sécrétrices des huiles essentielles des Citrus : (A) dans feuilles, (B) dans les flavedo, (C) dans les pétales. (32)

I.7.3. Extraction des huiles essentielles :

Avant de pouvoir utiliser ou analyser de telles substances, il est nécessaire de les extraire de leur matrice. Différentes méthodes sont mises en œuvre pour l'extraction des essences végétales telles que les méthodes conventionnelles (distillation et pression à froid) et les méthodes d'innovation (extraction assistée par micro-ondes, flash-détente et détente instantanée contrôlée) (31). En général le choix de la méthode d'extraction dépendra de la nature du matériel végétal à traiter (graines, feuilles, ramilles, etc.), de la nature des composés (les flavonoïdes, les huiles essentielles, les tanins etc.), le rendement en l'huile et la fragilité de certains constituants des huiles aux températures élevées. (32)

- **Pression à froid :**

L'expression à froid, c'est une extraction sans chauffage réservée aux agrumes. (33, 34,31) (35) Le principe de ce procédé mécanique est fondé sur la rupture des péricarpes (des parois des sacs oléifères) riches en huiles essentielles.

L'essence obtenue est ensuite entraînée par un courant d'eau froide. Une émulsion constituée d'eau et d'essence se forme, l'essence est alors isolée par décantation. (35,31)

Diverses techniques manuelle ou mécanique, traitant le fruit entier ou seulement les écorces sont utilisées (31). Le produit ainsi obtenu porte le nom d'essence, car il n'a subi aucune modification chimique (35). Cependant l'utilisation de grande quantité d'eau dans ce procédé peut altérer la qualité des huiles essentielles par dissolution des composés oxygénés, par hydrolyse et par transport de microorganismes. (37,31)



Figure 8 : Dispositif de l'extraction par expression à froid [SW6]

- **Hydrodistillation :**

L'hydrodistillation demeure la technique la plus utilisée pour extraire les huiles essentielles et pouvoir les séparer à l'état pur mais aussi de fournir de meilleurs rendements (38,31). Le principe consiste à immerger la matière végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est porté à ébullition sous pression atmosphérique. La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau un mélange azéotropique (eau + huiles essentielles) et l'huile essentielle est séparée de la

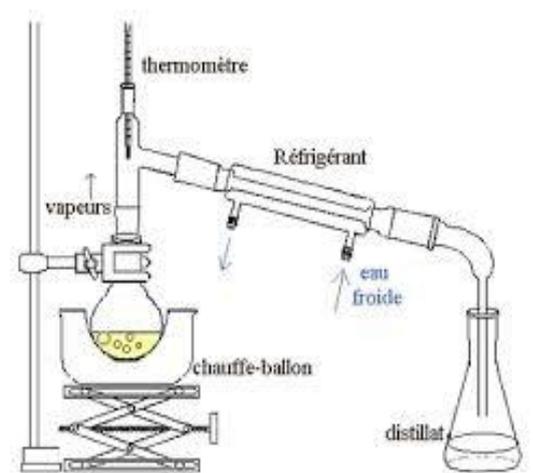


Figure 9 : Hydrodistillation ou distillation simple [SW7]

phase aqueuse par différence de densité (39,40). Cependant, l'hydrodistillation possède des limites. En effet, un chauffage prolongé et trop puissant engendre la dégradation de certaines molécules aromatiques. (37,31)

- **Entraînement à la vapeur d'eau :**

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'un des procédés d'extraction les plus anciens et l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. Dans ce système d'extraction, le matériel végétal est déposé sur une grille perforée au-dessus de la base de l'alambic, est soumis à l'action d'un flux de vapeur sans macération préalable (41,37). Les particules de vapeur d'eau, se dirigeant vers le haut, font éclater les cellules contenant l'essence et entraînent avec elles les molécules odorantes. Les vapeurs chargées en composés volatils sont condensées avant d'être décantées et récupérées dans un essencier. L'huile et l'eau se séparent du fait de leurs poids spécifiques différents (14). Pendant l'entraînement à la vapeur d'eau, la matière végétale est exposée à une température élevée et à l'action chimique de l'eau, et dans ces conditions, la fragilité thermique des constituants de l'huile ou l'hydrolyse de certains d'entre eux conduisent à la formation d'artéfacts. (37,31)

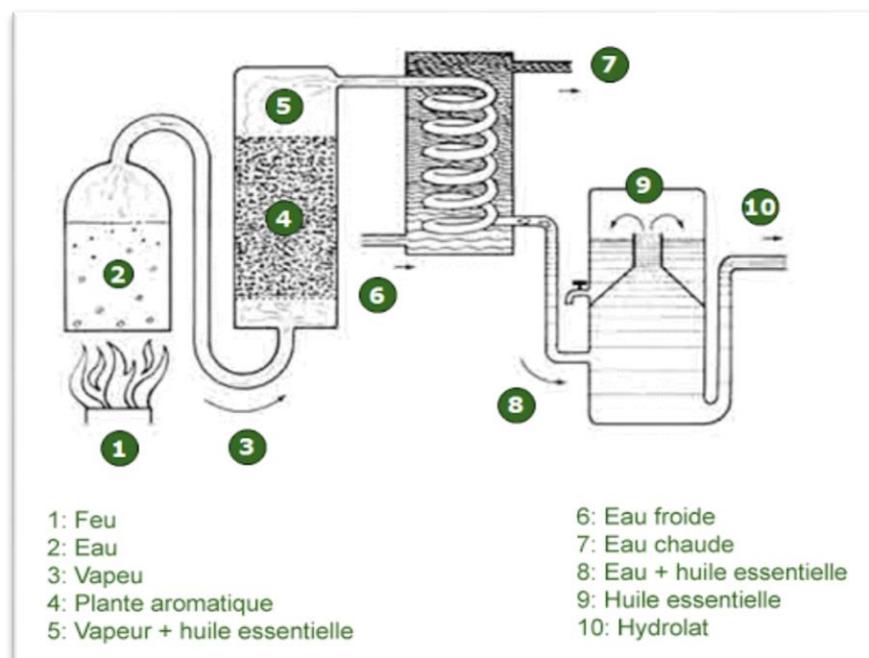


Figure 10 : Dispositif de l'entraînement à la vapeur d'eau [SW8]

- **Autres techniques :**

Les inconvénients des techniques précédentes ont attiré l'attention de plusieurs laboratoires de recherche et ont permis la mise au point des nouvelles techniques d'extraction des huiles essentielles qui sont beaucoup plus écologiques, en utilisant des solvants moins toxiques et en petites quantités (31). Parmi ces techniques, figurent : l'extraction assistée par micro-ondes ou ultrasons, l'extraction par les fluides supercritiques ou encore l'eau à l'état subcritique (42) (43, 44,45), l'extraction par la détente instantanée contrôlée, l'extraction par solvants sous pression et l'extraction par le flash détente. (31)

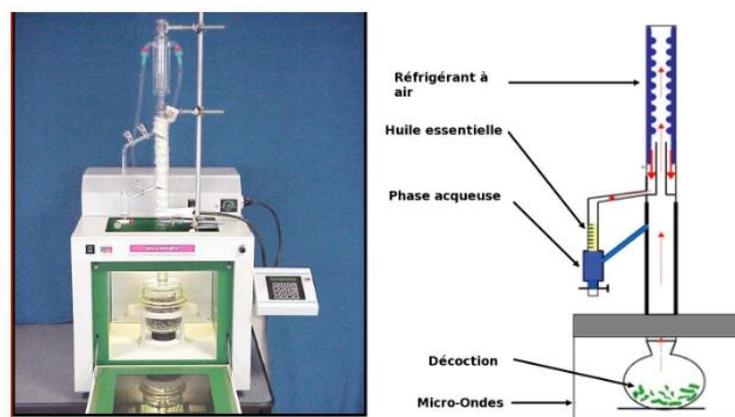


Figure 11: l'extraction assistée par micro-ondes [SW9]



Figure 12: l'extraction assistée par ultrasons [SW10]

I.7.4. Composition chimique d'HE de citron :

La composition chimique de nombreuses huiles essentielles a été décrite. Elle varie en fonction de différents facteurs, incluant le stade de développement des plantes, les organes prélevés, la période et la zone géographique de récolte. (46, 47, 48,49). Au sein d'une même espèce, la composition chimique des huiles essentielles peut être différente : on parle alors de races chimiques ou de chémotypes. Il s'agit d'un polymorphisme chimique : une espèce peut être homogène au niveau de son caryotype et produire des huiles essentielles de compositions différentes. (50,51)

Les huiles volatiles sont des mélanges très complexes, les constituants sont principalement des mono terpènes et des sesquiterpènes de formule générale $(C_5H_8)_n$, les composés oxygénés dérivés de ces hydrocarbures incluent des alcools, des aldéhydes, des esters, des éthers, des cétones et des phénols. On estime qu'il y a plus de 1000 mono terpènes et 3000 de structures sesquiterpènes. D'autres composés incluent des phényl-propanes et des composés spécifiques contenant le soufre ou l'azote (52). La norme ISO : NF T 75-335 (1995) a donné la composition de l'huile essentielle extraire par expression de l'écorce du Citrus limon avec un rendement de 1,2 à 1,5%. Les principaux constituants sont le limonène (65 à 70%), le citral (1 à 5%), le bêta-pinène (4 à 9%), le gamaterpène (9 à 12%), le linalol (1,5%), le cinéole, d'acétate de géranyle, le nonanal, le citronellal, l'alpha-terpinéol, le camphène et l'alpha-bisabolène.

Tableau4 : La composition chimique de l'HE du citrus limon (26)

N°	composants	%
1	Limonène	51.40
2	B-Pinene	17.04
3	γ -Terpinene	13.46
4	α -Pinene	3.07
5	Geraniol	2.43
6	β -Myrcene	2.37
7	Nerol	1.50
8	Isocaryophylene	1.23
9	Neryle acétate	1.05

I.7.5. Application d'huile essentielle du citron :

Les HE de *Citrus* sont utilisés pour la préparation des parfums, les savons, désodorisant, les bougies parfumées, en industries alimentaires comme aromatisants, en confiseries, pâtisseries, les glaces. En aromathérapie avec les essences d'HE de Citrus, il est recommandé pour traiter : insomnies, anxiété, calme les palpitations, antirides, vasodilatatrice.

L'HE de Citron est employée comme désaltérant, possédant des propriétés antimicrobiennes, tonique, stimulante, stomachique, carminative, diurétique, entretien de la peau et soins, obésités, antispasmodique, fébrifuge, coliques, états fiévreux, spasmes. (6)

❖ Activités biologiques des huiles essentielles :

Les études sur la composition chimique des huiles essentielles en relation avec le screening de leurs activités biologiques sont abondantes. Il est établi dans de nombreux travaux que l'activité des huiles essentielles est en rapport avec les composés majoritaires et les possibles effets synergiques entre leurs constituants. (53, 54, 55)

❖ Activités antioxydantes :

Certains constituants des huiles essentielles présentent un pouvoir antioxydant très marqué et sont aujourd'hui commercialisés : c'est le cas de l'eugénol, du thymol, du carvacrol, ...etc. Les résultats montrent que les huiles essentielles de Citrus limon constituent une bonne source d'antioxydants naturels recherchés pour leur innocuité relative. Le pouvoir antioxydant, de ces huiles est développé comme substitut dans la conservation alimentaire.

Les huiles essentielles des *Citrus*. Elles sont caractérisées par une teneur élevée en monoterpènes responsables de l'activité antioxydante. Ce sont surtout les phénols et les polyphénols qui sont responsables de ce pouvoir. (56)

❖ Activités antibactérienne :

Les plantes n'ont pas un système immunitaire proprement dit qui peut identifier une infection spécifique, leurs propriétés antimicrobiennes sont généralement efficaces contre une large gamme de microorganisme, ces propriétés sont utiles pour les infections chez les humains. (57)

❖ Activités antifongique :

Dans le domaine phytosanitaire et agroalimentaire, les huiles essentielles ou leurs composés actifs pourraient être employés comme agents de protection contre les champignons phytopathogènes et les microorganismes envahissant la denrée alimentaire (58). Les huiles essentielles les plus étudiées dans la littérature pour leurs propriétés antifongiques appartiennent à la famille des Labiatae : thym, lavande, menthe, romarin, sauge,...etc.

❖ Activité pesticide :

Malgré les nombreuses molécules synthétiques susceptibles d'être utilisées, la protection des végétaux peut également se faire avec certaines essences naturelles. En effet, les pesticides sont très diversifiés et se classent selon leur activité en insecticides, molluscides, nématicides, germicides. Certaines huiles sont reconnues pour leur efficacité sur les champignons phytopathogènes : tel est le cas des essences de Citrus sur la croissance mycélienne de *Phaeoramularia angolensis*. (59, 60)

❖ Activité antiseptique :

Certaines huiles essentielles sont dotées d'un pouvoir antiseptique marqué. Ce dernier s'exerce sur des souches bactériennes variées, y compris celles habituellement résistantes en antibiotique (Tétracycline, acide oxolinique) (61). Elles agissent généralement à faible dose. Les essences de sarriette, cannelle, thym, girofle, lavande, eucalyptus sont les plus antiseptiques. Certains de leurs composés tels que le citral, le géraniol, le linalol et le thymol sont en moyenne 7 à 10 fois plus antiseptiques que le phénol (3,62). Certaines huiles essentielles sont utilisées dans le traitement de certaines maladies du tractus respiratoires : toux, bronchites, angines. (63)

❖ Activités anti-inflammatoires :

Les constituants des huiles essentielles tels que les mono terpènes hydrocarbonés, les sesquiterpènes hydrocarbonés et les alcools sesquiterpéniques ont montré une activité inhibitrice de la 5-lipoxygénase qui est une enzyme responsable de la production de leucotriènes suspectés de jouer un rôle importante dans la maladie d'Alzheimer. (64)

I.7.6. Toxicité des huiles essentielles:

L'utilisation des huiles essentielles du citron extraites soit par hydrodistillation soit par expression à froid ne présente aucun risque de toxicité, ni aiguë ni chronique (1). Les huiles essentielles contenant des phénols, tels que le thym, la cannelle et le clou de girofle, devraient être employées avec prudence. La toxicité du foie peut se produire si les huiles essentielles sont utilisées à de fortes doses pendant un temps prolongé. Les cétones contenues dans l'armoise, la sauge et les huiles d'hysope peuvent ainsi causer ce genre de problème. (65)

I.2. Généralité sur le savon

I.2.1 Préambule:

Le savon tel qu'on l'entend aujourd'hui est le résultat de siècles d'évolution dans sa composition. À l'antiquité, il était fabriqué à partir des graisses animales, sa qualité est largement améliorée lorsque ces dernières sont remplacées par l'huile d'olive et les autres huiles. Le savon est un sel d'acide gras, il résulte de la combinaison de la *soude* ou de *potasse* avec un acide gras à longue chaîne ou un mélange de différents acides gras à longue chaîne, la longueur de la chaîne est comprise entre 8 et 20 atomes de carbone. (66)



Figure 13: Savon [SW11]

I.2.2. Histoire du savon:

Selon les historiens, le savon est apparu il y a plus de 4500 ans. Il n'était bien sûr pas composé avec les mêmes produits qu'aujourd'hui. En effet, les Sumériens, un peuple de Mésopotamie, le fabriquaient sous forme de pâte à base de graisse animale et de *carbonate de potassium* K_2CO_3 , tout comme les Égyptiens, qui y font allusion dans certains papyrus. En revanche, il n'a cependant pas pour but de garantir l'hygiène quotidienne mais pour se blanchir les cheveux, ou contre les maladies de peaux. Au temps de l'Égypte ancienne, on se frottait le corps avec du bicarbonate de soude à l'état naturel, appelé "natron", mélangé une pâte de cendres et d'argile.

En 2000 avant Jésus-Christ, les Sumériens fabriquaient déjà une pâte faite d'huile, d'argile et de cendres qui ressemblait à un savon mou, pour le nettoyage du linge. Mais ce n'est qu'à partir du II^{ème} siècle après J.C. que son utilisation se répandit peu à peu aux autres civilisations, les Romains l'utiliseront pour se laver. Les Arabes, quant à eux, le développeront en y ajoutant des cendres de plantes maritimes contenant de la soude. Au IV^{ème} siècle, on

retrouve une pâte de cendres et de graisse animale sous le nom de "sapo" d'origine gallo-romaine.

Au VII^{ème} siècle, les recettes de fabrications se sont diversifiées et d'autres applications apparaissent, un savon plus dur utilisé pour la lessive, est fabriqué à partir de la chaux cuite. C'est à cette même période que la fabrication s'exporte dans la région méditerranéenne : l'Italie, l'Espagne et surtout en France, dans la cité phocéenne de Marseille qui va devenir le principal port de transit du savon.

Au Moyen Age, le savon est délaissé à cause des mœurs de l'époque. De nombreuses maladies (peste et syphilis entre autre) poussent en effet les gens à ne plus faire usage des bains publiques de peur de la contamination.

Au XII^{ème} siècle, les Égyptiens, les Tunisiens et les Perses faisaient commerce du savon, qui restait un produit fort coûteux et confidentiel, l'hygiène n'étant pas la préoccupation première au Moyen-âge. On apprend que la graisse animale employée était le suif de chèvre et que les cendres étaient issues du hêtre et du varech.

Ce n'est qu'au XIII^{ème} siècle que le savon subit une révolution, la graisse animale est remplacée par l'huile d'olive, ce qui rend le savon plus ferme. C'est le savon de Marseille. Le premier savonnier marseillais officiel apparaît en 1371 et s'appelle Crescas Davin. [SW12]

Au XIX^{ème} siècle, la révolution industrielle amène les populations des villages vers les villes. Le savon alors réservé à l'industrie du textile se retrouve petit à petit dans les foyers urbains grâce à l'apprentissage de l'hygiène dès le plus jeune âge. L'utilisation de la douche et du savon devient dès lors chose fréquente. La santé publique s'améliore. (67)

A la fin du XIX^e siècle, le savon est progressivement supplanté par les tensioactifs de synthèse dérivés du pétrole, sans pour autant disparaître des rayons de produits cosmétiques. (68)



Figure 14: Histoire du savon [SW13]

I.2.3. Définition du savon:

Le savon est le produit de nettoyage le plus ancien; il est une matière moléculaire obtenue par la combinaison d'une base (des sels de *potassium* ou de *sodium*) avec un corps gras hydrosolubles (graisses animales ou végétales). Ils sont fabriqués par saponification à partir de graisses et d'huiles ou de leurs acides gras, en les traitants chimiquement avec un alcali fort, ces acides gras sont faibles, non stables, sur lesquels on fait agir une base, aboutissant ainsi à la formation de sels alcalins solubles dans l'eau de formule générale: $(R-COO^- + Na^+)$ ou $(R-COO^- + K^+)$. Les savons peuvent être liquides, pâteux, ou solides. (66,69)

Le savon est utilisé comme tensioactif anionique: il possède une bonne aptitude à émulsionner les graisses et à les mettre en suspension dans l'eau, mais il présente l'inconvénient de former des sels de calcium insolubles qui se déposent sur les tissus, lors des lavages dans des eaux dures. C'est pour cette raison que pour le marché du lavage du linge, il est remplacé par les détergents, mais garde le marché de la toilette. (70)

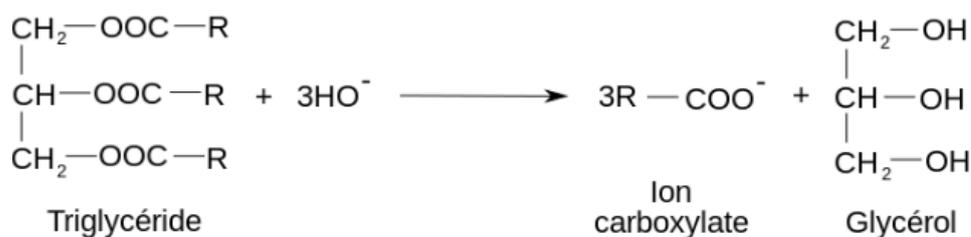
I.2.4. La production du savon (La réaction de saponification):

Le savon est un produit liquide ou solide composé de molécules amphiphiles obtenues par réaction chimique entre une base forte, spécifiquement *l'hydroxyde de sodium* ou *l'hydroxyde de potassium*, et un ou plusieurs acides gras. Son caractère amphiphile lui donne des propriétés caractéristiques, notamment la capacité de ses composants moléculaires à se placer à l'interface entre la phase aqueuse (solvant hydrophile) et la phase lipidique (graisse hydrophobe), la formation de mousse et la stabilisation d'émulsions utiles pour le lavage. (71)

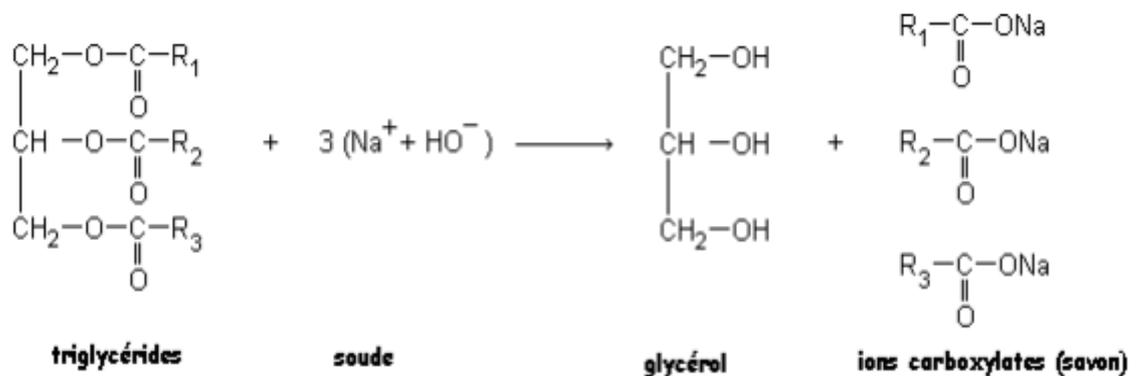
La réaction chimique transformant le mélange d'un ester (acide gras: d'une sélection d'huiles et de graisses, végétales et/ou animales) et d'une base alcaline liquide forte (généralement de la *potasse* ou de la *soude* dans eau, infusion, ou lait), en savon et *glycérol* à une température comprise entre 80 et 100°C. L'hydrolyse des corps gras produit du *glycérol* et un mélange de carboxylates (de *sodium* ou de *potassium*) qui constitue le savon. (72)

Ces deux composants peuvent être séparés mais dans la savonnerie artisanale en général, on ne procède pas à cette étape étant donné que le *glycérol* ne gêne pas, au contraire, il donne une valeur ajoutée au produit fini.

Les savons sont obtenus par réaction de saponification de triesters appelés corps gras ou *triglycérides*. L'action de l'*hydroxyde de sodium* (*soude*) ou de *potassium* (*potasse*) sur le triester conduit à un *carboxylate de sodium* (ou de *potassium*) constituant le savon et à *dupropan-1, 2,3-triol* (*glycérol*). (69)



La réaction de saponification avec la *soude* est la suivante:



Où R est une chaîne d'atomes de carbones et d'hydrogènes.

On peut avoir par exemple $\text{R}=(\text{CH}_2)_{14}\text{—CH}_3$

En clair, cela donne:

- soit : acide gras + $\text{NaOH} \rightarrow \text{glycérine} + \text{savon dur}$

- soit : acide gras + KOH → glycérine + savon mou.

I.2.5. Types de savons:

Le savon commercial se présente sous différentes formes: de bloc (pain, cube, formes ovalisées...), de poudre, de paillètes fines (lessives), de mousses, de gels ou de solutions, comme le savon liquide. (72)

A. Savon suivant l'aspect ou la composition:

1. Savon dur: Un savon dur est produit à partir de la soude caustique et (un mélange) des corps gras. En principe chaque huile peut être utilisée dans la fabrication du savon dur mais la nature et les caractéristiques des huiles vont déterminer dans quel pourcentage les huiles devront être utilisées. (72,73)



Figure 15: savon solide [SW14]

2. 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. (72)

Le savon liquide à la potasse est préparé à partir d'huile de ricin et de noix de palmier. Il a la plus faible teneur équivalente en acides gras : 15 à 20 % en masse. (74)

Ils peuvent prendre la dénomination de gels nettoyants, de shampooings pour le corps, de base lavande... Ils ne contiennent généralement pas d'antiseptique. Leur formule est celle des shampooings doux et les tensioactifs utilisés sont choisis parmi les anioniques doux ou/et les amphotères. Ils sont classés dans la catégorie des produits cosmétiques ou produits d'hygiène. Quelques rares formules de savons liquides chimiques sont effectivement à base

de savon. Le savon, dans ce cas, est un savon de potassium additionné de divers adjuvants: épaississant, glycérol, et même parfois de détergents. (73)



Figure 16: savon liquide [SW15]

B. Suivant la provenance géographique ou la couleur :

1-Savon d'Alep: Le savon d'Alep est le plus ancien savon, il a été élaboré, à l'origine, dans la ville d'Alep (Syrie). 100% naturel, fabriqué au chaudron à base d'huile d'olive et d'huile de baie de laurier grâce à l'adjonction de soude naturel provenant du sel marin. Sans conservateur, sans colorant, sans additif, sans parfum ajouté, 100% végétal. [SW16] (75)



Figure 17: Le savon d'Alep [SW17]

2- Savon de Marseille: Le savon de Marseille est préparé avec des huiles végétales et de la soude avec une teneur de 72 % en masse d'acide gras était garantie dans le savon de Marseille traditionnel, uniquement préparé à partir d'huile d'olive. (76)



Figure 18: Savon de Marseille [SW18]

3-Savon noir: Le savon noir est obtenu en mélangeant de pâte d'olive saponifiée, d'eau, d'huile d'olive et d'hydroxyde de sodium. [SW19] Au Maroc, le savon noir est originaire de la région d'Essaouira, au sud du pays, sur la façade atlantique. Au Maghreb, ce savon est surtout utilisé comme produit de beauté. En effet, le savon noir du Beldi, est une pâte de gommage végétale et huileuse sans aucun grain, obtenue à partir d'un mélange d'huile et d'olives noir broyées et macérées dans du sel et de l'hydroxyde de sodium. Ce savon est riche en vitamine E, hydratant et purifiant. Il est aussi utilisé comme détergent lorsqu'il est liquide. (72)



Figure 19: Savon noir [SW20]

4-savon blanc: Le savon blanc. Le Grand Larousse du XIXe siècle l'assimile au banal savon de Marseille ou aux différents savons de toilette. La couleur blanche indique qu'il s'agit d'un savon sodique, de teinte claire ou nettement moins sombre que les différents « savons noirs » à la potasse ou lessive potassique. Traditionnellement fabriqué en Suisse à partir de l'huile de tournesol, est nommée savon blanc. (75)



Figure 20: Le savon blanc [SW21]

5-Le Savon au Lait: Depuis l'antiquité, le lait est utilisé pour ses propriétés adoucissantes et apaisantes. En effet le pH de celui-ci étant proche de celui de la peau, cela réduit considérablement le risque d'allergie et d'irritation. Il est d'ailleurs utilisé pour les peaux sensibles, les peaux fragiles (bébés) mais encore sujettes à des allergies chroniques ou ponctuelles (eczéma, psoriasis). Il existe différentes variétés de savon au lait ayant des spécificités différentes : le savon au lait d'ânesse connu pour son pouvoir tenseur réduisant les rides, le savon au lait de jument connu pour ses propriétés hydrolysantes, et le plus courant le savon au lait écrémé connu pour ses propriétés nourrissantes (Figure 21).



Figure 21: Savon au Lait [SW22]

6-Le savon d'Azul e Branco: L'Azule Branco est un savon Portugais comparable au savon de Marseille, mais de couleur Bleu et Blanc, comme la traduction de son nom l'indique. (75)



Figure 22: Le savon d'Azule Branco [SW23]

7-Le savon de Castille: Le savon de castille est un savon biodégradable préparé uniquement avec de l'huile d'olive, de l'eau et de la soude. (75)



Figure 23: Le savon de castille [SW24]

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



Figure 24: savon marbré [SW25]

9-Le savon transparent: Le savon transparent est obtenu par dissolution d'un savon de suif dans de l'alcool à chaud, puis refroidissement lent et coulage. Il s'appelle savon de glycérine lorsque l'alcool est le *glycérol*, nom actuel de la *glycérine*. (74)



Figure 25: Le savon transparent [SW26]

C. Suivant l'usage:

- Savonnette: ou savon de toilette: destiné à l'hygiène du corps.
- Savon de ménage: pour le nettoyage domestique.
- Savon médical: avec des apports désinfectants.
- Savon dentifrice: pour les soins de la bouche. (77)

1-Savon de ménage: C'est un savon à tout faire, aussi bien pour les mains, que pour détacher. Son parfum est neutre, sa mousse fine. (75)



Figure 26: Savon de ménage en barres [SW27]

2- Un savon Ponce: Savon ponce de Marseille Senteur Patchouli efficace pour exfolier sans agresser la peau grâce aux ingrédients hydratants et à la poudre de pierre ponce. (78)



Figure 27: Le savon ponce [SW28]

3-Dentifrice écologique et artisanal: Le savon dentifrice est un savon utilisé pour les dents et les gencives saponifié à froid à base d'huiles : olive, coco, colza, eau, glycérine, argile blanche, huiles essentielles de citron vert, et patchouli. (74)



Figure 28: Le savon dentifrice [SW29]

4-Le savon d'atelier: Le savon d'atelier savon spécial prévu pour nettoyer les hydrocarbures et suies (pour les garagistes, mécaniciens, imprimeurs, mineurs, etc.) [SW30]



Figure 29: Le savon d'atelier [SW31]

5-Savon antiseptique: Un savon antiseptique est une combinaison entre un détergent et un antiseptique. Il est intéressant à utiliser avant d'appliquer un antiseptique seul. Le détergent présent dans ce type de produit optimise l'efficacité de l'antiseptique qui est le principe actif. En effet, le détergent élimine des parasites qui pourraient souiller le produit. Pour utiliser correctement un savon antiseptique il faut penser à bien le rincer après l'avoir utilisé et avant d'appliquer l'antiseptique exclusif (sans savon). (74)



Figure 30: Le savon antiseptique [SW32]

6-Le savon dermatologique: 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 sont fabriqués à partir d'agents lavant 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. (74)

I.2.6. Les matières premières de fabrication:

Les matières premières essentielles pour la fabrication de savon sont :

- ◆ Les corps gras : graisses ou huiles
- ◆ Les alcalis ou les lessives : soude caustique ou potasse caustique

◆ Les saumures

◆ Les additifs

L'adjonction de sel, de colorant, de parfum et de charges est possible mais pas indispensable. Quelle matière première précise est employée dépendra évidemment de ce qui est disponible sur le marché, des moyens financiers, du matériel dont on dispose ainsi que des connaissances. (72)

◆ Les huiles et corps gras:

Les caractéristiques essentielles d'un savon sont son pouvoir moussant, son pouvoir détergent, sa consistance, son taux de dissolution dans l'eau et la stabilité de sa mousse. Ces caractéristiques dépendent principalement de la nature et de la qualité des corps gras utilisés. Le tableau suivant liste les matières grasses qui sont le plus souvent utilisées lors de la fabrication des savons.

Tableau 5: Les principales huiles utilisées dans la fabrication du savon (79)

Matière grasse (huile ou graisse)	Nom INCI de la matière grasse	Nom INCI du savon obtenu	Acide gras dominant
Suif (graisse de bœuf)	Adeps bovis	Sodium tallowate	Acide cis-9-octadécénoïque
Saindoux (graisse de porc)	Adeps suillus	Sodium lardate	Acide cis-9-octadécénoïque
Huile d'arachide	Arachis hypogaea	Sodium peanutate	Acide cis-9-octadécénoïque
Huile d'olive	Olea europaea	Sodium olivate	Acide cis-9-octadécénoïque
Huile de coprah (noix de coco)	Cocos nucifera	Sodium cocoate	Acide dodécénoïque
Huile de palme	Elaeis guineensis	Sodium palmate	Acide hexadécénoïque
Huile de palmiste	Elaeis guineensis	Sodium palm Kernelate	-

Si le savon est un savon liquide fabriqué à base de *potasse*, il faut remplacer « *sodium* » par « *potassium* » dans les noms INCI.

◆ Les alcalis:

L'alcali est une lessive de *soude*, qui produit un savon dur, ou de *potasse*, qui produit un savon mou. La *soude* ne se trouve que très rarement à l'état naturel, celle que l'on trouve dans le commerce est le résultat de processus industriels. On préférera donc utiliser une lessive de *potasse* obtenue par infusion de cendres dans l'eau. La qualité de la cendre influe sur le résultat. Il faut des cendres très blanches (obtenues par une combustion à haute température). Les cendres de coque de noix, de chêne ou, pour un savon très blanc, de pommier sont les plus appropriées. De la cendre tout venant finement tamisée fait, par ailleurs, très bien l'affaire. La lessive de *potasse* est très corrosive et doit être manipulée avec grande précaution pour éviter les brûlures.

◆ La saumure:

La saumure (du latin sal, sel, et muria, saumure) est une solution aqueuse d'un sel, généralement de *chlorure de sodium* (sel de cuisine) *NaCl*, saturée ou de forte concentration. Naturelle ou artificielle, elle est utilisée notamment comme conservateur pour les aliments (par saumuration) ou encore comme fluide caloporteur. Une saumure est une solution de *chlorure de sodium* dans l'eau, à une concentration supérieure à celle de l'eau de mer. Celle-ci contient environ 3,5 % de *chlorure de sodium NaCl*, en masse, bien que cette proportion dépende du lieu.

◆ Les additifs:

Des additifs divers et variés sont utilisés pour modifier les qualités du savon ou pour faciliter la réaction. Ainsi l'ajout de sel en fin de réaction permet d'obtenir un savon dur avec la lessive de cendres, l'alcool permet d'accélérer la réaction et rend le savon transparent (notamment la vodka), l'ajout d'acide lactique produit des « savon acides » moins agressifs pour l'épiderme. A la recette de base, on ajoute différents additifs selon l'effet recherché :

- ✓ Des agents anticalcaires, pour réduire la sensibilité des savons à précipiter en eau dure, c'est-à-dire chargée en sels d'alcalino-terreux ;
- ✓ Des conservateurs ;
- ✓ Des colorants ;
- ✓ Des parfums ;
- ✓ Des agents surgraissants (huiles) pour fabriquer un savon surgras ;

- ✓ Des agents hydratants comme le miel ;
- Des abrasifs pour fabriquer un savon exfoliant ;
- Des huiles essentielles extraites de plantes ;
- ✓ Des substances aux propriétés antiseptiques, notamment antibactériennes, ou antifongiques. Sous sa forme la plus simple, le savon est un produit détergent totalement biodégradable. Les additifs peuvent être polluants pour l'environnement.

I.2.7. Mécanisme de fabrication du savon:

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

1. Fabrication artisanale : Il existe trois grandes méthodes artisanales pour produire du savon : le "melt and pour" ou rebatch, le procédé à froid et procédé à chaud. (79)

A. La fonte ou "rebatch":

La méthode consiste à fondre une base de savon (souvent commerciale), puis à y ajouter des colorants et des parfums avant de la verser dans des moules. L'intérêt de cette technique est de permettre l'introduction d'additifs qui ne supportent pas les milieux très basiques, puisqu'ils sont ajoutés dans un savon déjà terminé et non pendant le processus de saponification. Ce procédé ne nécessite donc que des précautions lors de la fonte, celle-ci devant se faire au bain-marie et ne jamais directement dans un récipient placé sur une plaque chauffante, pour éviter que la température ne puisse monter au-delà de 100°C. Les savons finaux obtenus par cette méthode nécessitent un long temps de séchage à cause de l'eau supplémentaire ajoutée lors de la fonte pour obtenir une pâte qui puisse être versée facilement dans des moules. (79)

B. Le procédé à froid:

Cette méthode est complète: on part d'un mélange d'huiles, on ajoute la *soude* nécessaire et on saponifie à une température proche de la température ambiante. Les additifs et parfums sont ajoutés au cours même de la saponification, juste avant de verser dans les moules. Le savon obtenu par cette méthode doit murir au moins un mois avant d'être utilisé. Ce temps de maturation est souvent considéré comme indispensable pour terminer la saponification, mais

il s'agit surtout d'une période de séchage au cours de laquelle le savon perdra entre 10 et 20% de son poids, qui s'accompagne d'une perte de poids de 10 à 20%. La saponification se termine durant la première semaine de cette période. Le processus de séchage peut être bien sur prolongé: le célèbre savon d'Alep est séché pendant 8 mois avant d'être commercialisé.

(79)

C. Le procédé à chaud:

La méthode est similaire au procédé à froid, mais ici, la saponification est réalisée à 80°C environ pendant trois heures, avant l'ajout des additifs et le moulage. Les savons obtenus sont directement utilisables, car la saponification est complètement terminée à l'issue du processus, mais un temps de séchage est quand même nécessaire. Les additifs sensibles, comme les huiles essentielles par exemple, perdent moins leurs propriétés avec cette méthode, s'ils peuvent être intégrés à la pâte à une température n'excédant pas 50°C. La méthode à chaud possède donc certains avantages sur la méthode à froid, mais elle a également ses inconvénients : le savon produit est très difficile à mouler et présente souvent une texture plus grossière que son homologue réalisé à froid dont la texture est plus lisse. (79)

2. Fabrication industrielles:

La fabrication et les procédés industries sont variés depuis les premières mises au point vers 1750. La fabrication en cuve est autrefois caractérisée par l'embâtage, le relargage, l'épinage, le lavage et séchage. Voici les étapes-types de la Belle Époque. (80)

▪ L'embâtage:

Consiste à mélanger les corps gras à la lessive de *soude*. Ici une solution de *soude*, facilement alcaline, est chauffée à ébullition. Le corps gras végétal, c'est-à-dire l'huile d'olive, d'arachide, de coton, de palme, de noix de coco, de sésame ou le corps gras animal, suif ou l'huile de poisson, est ajouté par petites doses et souvent sous forme de mélange complexe selon le savon à obtenir. Notons qu'il reste dans la lessive de *soude* une quantité défini de vieilles solutions savonneuses, ou solutions mères soutirées d'une précédente saponification. Pour obtenir du savon mou on utilisera des huiles de colza, d'œillette ou de chènevis et de *la potasse caustique (KOH)*. (81)

- **Le relargage:**

Utilise des lessives concentrées puis des lessives salées qui permettent une meilleure séparation des sels alcalins d'acide gras, c'est-à-dire du savon formé qui est relargué et surnage en grumeaux. (81)

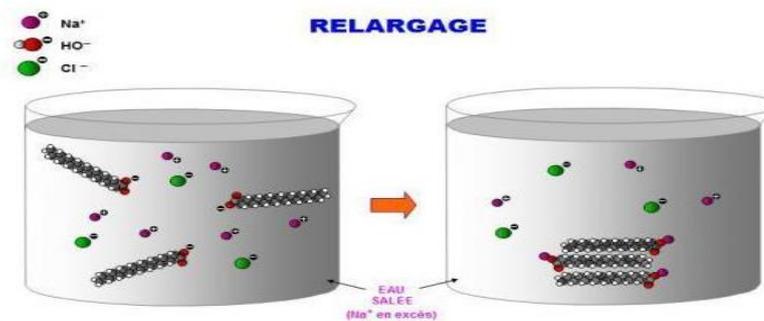


Figure 31: Le relargage [SW33]

- **L'épinage :** Qui prend son nom de l'épave, robinet du bas de la cuve, consiste à soutirer l'eau salée et le *glycérol*, appelé *glycérine*.
- **Le lavage :** Consiste à répéter l'ajout de solutions salines, pour emporter *glycérol* et lessives résiduelles.
- **Le séchage :** Permet d'obtenir des pains de savon secs et consistants. Les deux étapes médianes ont parfois disparu au cours des années 1920 pour favoriser une épuration rapide et permettre une coulée à l'état liquide dans des bassins peu profonds, appelés mises ou le savon se solidifie avant d'être débité en bandes, puis après séchage, marqué et débité en cubes.

I.2.8. Caractéristiques d'un savon:

Les caractéristiques essentielles d'un savon sont: son pouvoir moussant, son pouvoir détergent, sa consistance, son taux de dissolution dans l'eau et la stabilité de sa mousse. Ces caractéristiques dépendent principalement de la nature et de la qualité des corps gras utilisés et dans la moindre mesure du procédé de fabrication et de refroidissement ainsi que des étapes d'affinage et de finition. L'art de maître savonnier consiste à mélanger différents corps gras afin d'obtenir un savon aux propriétés désirées. (82)

I.2.9. Propriétés physico-chimiques du savon :

Les savons commerciaux sont des mélanges de sels de *sodium* ou de *potassium* et d'acides gras. La longueur de la chaîne carbonée et surtout la présence d'insaturation, c'est-à-dire d'une double liaison induisant une conformation spatiale, une rigidité ou une mobilité spécifique, affectent les propriétés. (83)

I.2.9.1. Le point de fusion:

Le point de fusion des savons, même lorsque le sel d'acide gras est unique et purifié, reste assez mal défini, variant entre 200 °C et 250 °C, par mesure sur un banc Koffler. Le liquide obtenu est transparent, non laiteux. À basses températures dans l'eau liquide, la dispersion du savon est difficile par agitation, sauf pour la *lauréate de sodium* avec sa « petite » chaîne en C₁₁. Plus la température est élevée, plus la dispersion est facile, donnant des eaux savonneuses claires et opalescentes. En milieu basique, pour un optimum de pH entre 10 à 12, est constatée une hydrolyse partielle en acides gras et en ions basiques libres. La dispersion est très faible dans le *benzène*, le *toluène* et la plupart des solvants organiques. La formation de micelles inverses est énergétiquement moins favorisée. La nature de base utilisée en saponification influe considérablement le point de fusion de savon synthétisé, environ 150°C avec une base minérale et 200°C avec une base de synthèse. (84)

Tableau 6 : Point de fusion des savons usuels selon la nature de la base utilisée (84)

Savon	Calcium	Aluminium	Lithium	Sodium	Argile
Point de fusion (°C)	95	110	180	190	Infusible

I.2.9.2. Le pouvoir mouillant:

L'eau savonneuse peut pénétrer les petits interstices de la surface en contact (donc les fibres du linge, l'assiette, la table, la peau...) plus efficacement que l'eau. (81)

I.2.9.3. Le pouvoir émulsifiant du savon dans l'eau:

En tant qu'agent tensioactif, le savon va s'immiscer entre l'huile et les fibres constituant le tissu et ainsi, petit à petit, diviser les corps gras puis former des micelles englobant de petites gouttes d'huile. On parle du pouvoir émulsifiant des détergents. (83)

I.2.9.4. Le pouvoir dispersant:

De par propriétés des ions carboxylates et la structure des micelles, celles-ci se repoussent l'une et l'autre et elles se retrouvent donc dispersées dans l'eau savonneuse. (83)

I.2.9.5. Le pouvoir moussant:

Il se forme un film d'ions carboxylate à la surface de l'eau de tension superficielle faible. Par agitation de l'eau savonneuse, des bulles d'air peuvent alors être emprisonnées. La mousse n'intervient pas en tant que telle dans le lavage mais, c'est un indicateur de la tension superficielle du liquide et donc de son pouvoir détergent. (83)

I.2.10. Action moléculaire du savon:

Au niveau moléculaire, le savon se compose de molécules dites « bipolaires » ou « tensioactifs » (Figure 32), contenant des ions carboxylates qu'on peut ranger en deux groupes:

- Celles formées par un groupe polaire hydrophile, c'est le groupe COO⁻ porteur d'une charge électrique négative.
- Celles formées par un groupe hydrophobe mais aussi lipophile c'est à dire non polaire et soluble aux substances organiques, avec une chaîne carbonée R provenant de l'acide gras et dont le nombre d'atomes de carbone est en général élevé. Dans la composition du savon, l'huile apporte la partie hydrophobe(ou non polaire) et la *soude* apporte la partie hydrophile (ou polaire). (85)

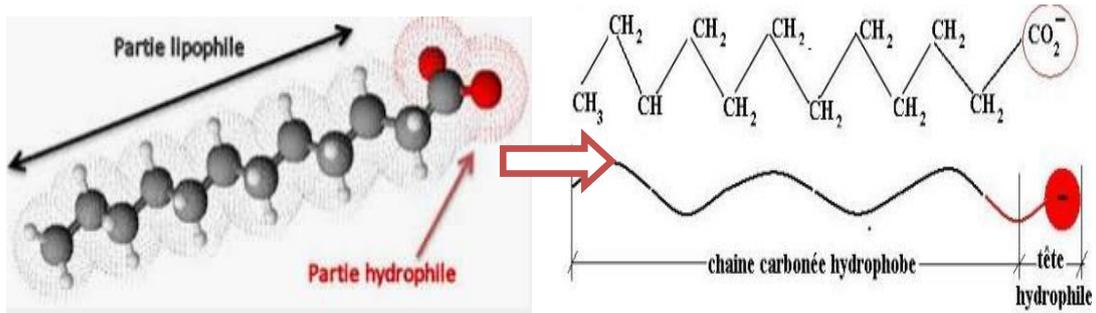


Figure 32: Structure schématique d'un tensioactif [SW34]

- **Formation des micelles:**

Dans l'eau, très peu d'ions carboxylates du savon sont isolés. Ils forment plutôt des films à la surface de l'eau. La partie polaire, hydrophile, se trouve dans l'eau et la chaîne carbonée, hydrophobe, se trouve dans l'air. Ce film peut parfois contenir de l'air ce qui explique la formation des bulles de savon (Figure 33).

Si la concentration en ions carboxylate augmente, lorsque la surface du liquide est entièrement recouverte d'un film, les autres ions carboxylate pénètrent dans l'eau et s'unissent entre eux. Les parties hydrophobes se regroupent et se resserrent entre elles de manière à s'isoler de l'eau, les parties hydrophiles étant dirigées vers l'extérieur. On obtient alors des micelles (81), (Figure 33, ci-dessus).

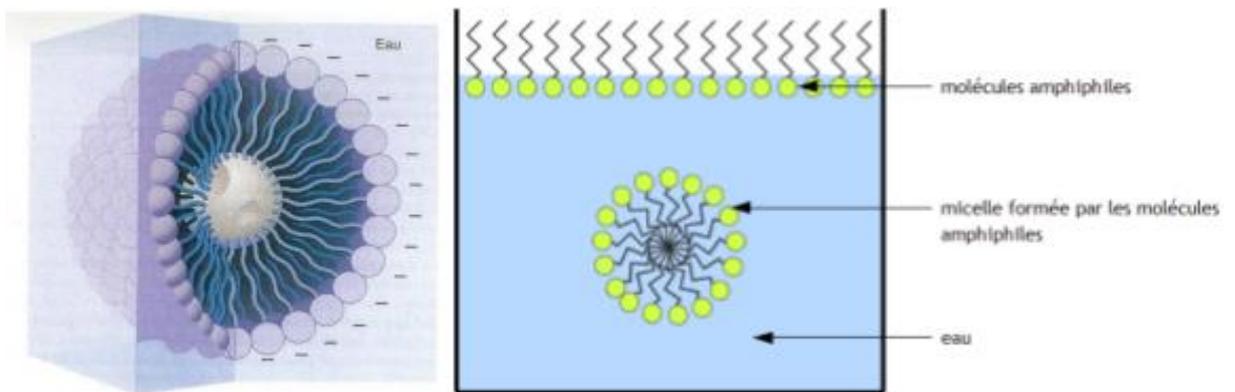


Figure 33: Disposition des molécules de savon dans l'eau et formation des micelles (86)

I.2.11. Utilisation et efficacité:

L'eau savonneuse est un milieu basique (ou alcalin), le savon est peu efficace dans une eau acide.

Il se dissout mal dans l'eau salée et est donc inutilisable dans l'eau de mer.

Une eau dure est une eau riche en minéraux: *calcium* et *magnésium*. Ils se combinent avec les ions carboxylates pour former des savons de *calcium* et *magnésium* insolubles dans l'eau. Les *poly phosphates* fixent les ions *calcium*; incorporés aux lessives, ils en améliorent l'efficacité en eau dure mais ils sont corrosifs et hautement polluants pour l'eau. Il est plus efficace dans l'eau chaude qui facilite l'action des ions carboxylates. (87)

Conclusion :

Le savon est une invention utile notamment dans le domaine de l'hygiène. Le savon tel qu'on l'entend aujourd'hui est le résultat de siècles d'évolution dans sa composition. À l'antiquité, il était fabriqué à partir des graisses animales, sa qualité est largement améliorée lorsque ces dernières sont remplacées par l'huile d'olive et les autres huiles végétales.

L'industrie de la cosmétique utilise les huiles essentielles pour aromatiser les savons. D'autre part, Les huiles essentielles ont, à toutes époques, occupé une place importante dans la vie quotidienne des hommes qui les utilisaient autant pour se parfumer, aromatiser ou même se soigner. Elles possèdent des profils de composition chimique différents permettant de les utiliser comme agents naturels pour la protection des peaux sensibles grâce à leurs Propriétés bactéricides et fongiques.

Chapitre II : Matériels et Méthodes

Ce chapitre est consacré à la description des différents matériaux et produits chimiques expérimentaux utilisés, détaillent les méthodes et techniques expérimentales employées tout au long de ce travail.

II. Objectif du travail:

Notre travail consiste initialement à collecter du zeste de citron (*Citrus limon*) afin de l'extraire et la caractérisation de l'huile essentielle ainsi que l'évaluation de leurs activités biologiques pour l'utiliser par la suite dans la synthèse des savons pâteux à base d'huile végétale produite localement essentiellement à base d'huile d'olive. En appliquant le procédé de fabrication à froid afin de conserver les différents principes actifs présents dans l'huile comme les vitamines, les antioxydants et conserver les propriétés thérapeutiques d'huile. On plus, nous avons préparé d'autre savon à semi chauds et d'autre avec reflux et enfin étudier les propriétés physico-chimiques et biologiques des savons obtenus.

La partie expérimentale a été effectuée au niveau du laboratoire pédagogique de chimie 2 et au niveau du laboratoire de pédagogie microbiologie de la faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université de Ghardaïa (Algérie).

La méthodologie du présent travail est décrite dans l'organigramme suivant (Figure 34 et 35):

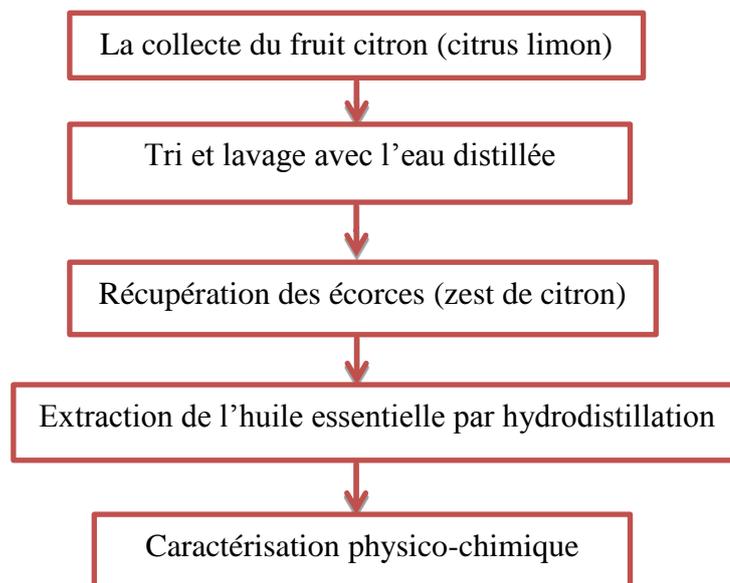


Figure 34: Organigramme descriptif de la méthodologie de l'extraction et la caractérisation de l'huile essentielle du citron

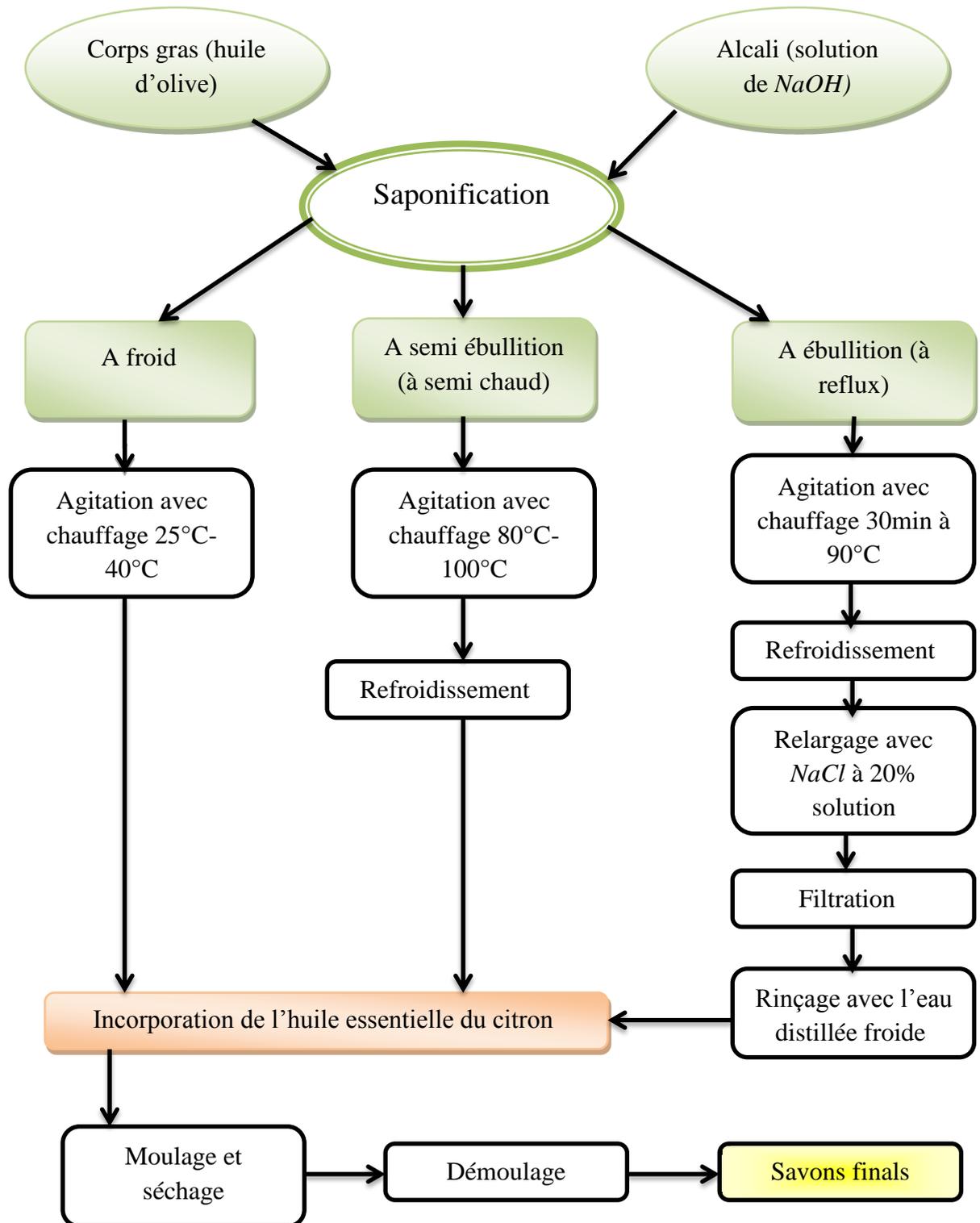


Figure 35: Organigramme descriptif de la méthodologie de la synthèse d'un savon additionné avec l'huile essentielle du citron

II.1. Matériaux et produits utilisés:

Tous les réactifs ont été utilisés comme reçu sans purification supplémentaire.

II.1.1. Partie 1: Préparation d'huile essentielle du citron (*Citrus limon*):

Le présent travail est focalisé sur la partie écorce (zeste) du *Citrus limon*, connue par sa richesse en huiles essentielles par rapport aux autres parties du fruit. (1)

II.1.1.1. Matériel végétal et échantillonnage:

Le matériel végétal utilisé dans la présente étude est le fruit de citron (*Citrus limon*), Les échantillons ont été récoltés au mois de janvier (2020) au niveau de la région de Daia Ben Dahoua, wilaya de Ghardaïa. La récolte s'est faite manuellement, au hasard, sur le même arbre, les fruits ont été sélectionnés où ils doivent être mûrs de couleur jaune, comestibles et ne présentent aucun signe de blessure ou d'infection (Figure 36 et 38).

Le fruit utilisé se caractérise par une forme ovale, de couleur jaune, l'écorce est molle, moyennement épaisse, son épaisseur est d'environ 2 mm (figure 38). Avant l'utilisation du fruit, il doit subir un lavage par l'eau pour éliminer les souillures et les tâches noires qui se trouvent à la surface du fruit, puis un essuyage par un chiffon propre. Les échantillons récupérés ont été conservés à 4°C dans des bouteilles en verre en attendant d'être analysés.



Figure36: la récolte de fruit de citron

La carte topographique suivante montre le site de prélèvement:



Figure 37: Géographie des zones de prélèvement de nos échantillons (88)



Figure 38: photographies des échantillons a) du fruit de citron b) l'écorce de citron

II.1.1.2. Extraction et caractérisation des huiles essentielles:

Extraction par hydrodistillation:

L'extraction des huiles essentielles à partir du zeste frais de citron a été effectuée par la technique d'hydrodistillation. (89)

Selon Peyron (39), les huiles essentielles des Citrus sont extraites par hydrodistillation pour leur volatilité ce procédé est classé parmi les principales opérations industrielles d'extraction.

Une quantité de 100g du zeste frais du citron est introduite dans un ballon de 2 litres rempli d'eau distillée jusqu'aux deux tiers de sa capacité. L'ensemble est porté à l'ébullition pendant 3h (d'après des essais préliminaires, c'est le temps nécessaire pour avoir un rendement maximal). Les vapeurs, entraînant avec elles des huiles essentielles, se condensent en traversant le réfrigérant et chutent dans une ampoule à décanter où s'effectue la séparation des deux phases non miscibles: phase aqueuse et phase organique, cette dernière constitue l'huile essentielle qui sera traitée avec du *sulfate de sodium anhydre* pour éliminer toutes traces d'eau et conservées à l'abri de la lumière à une température de 4°C jusqu'à ce qu'elles soient analysées et utiliser pour dans la préparation des savons.

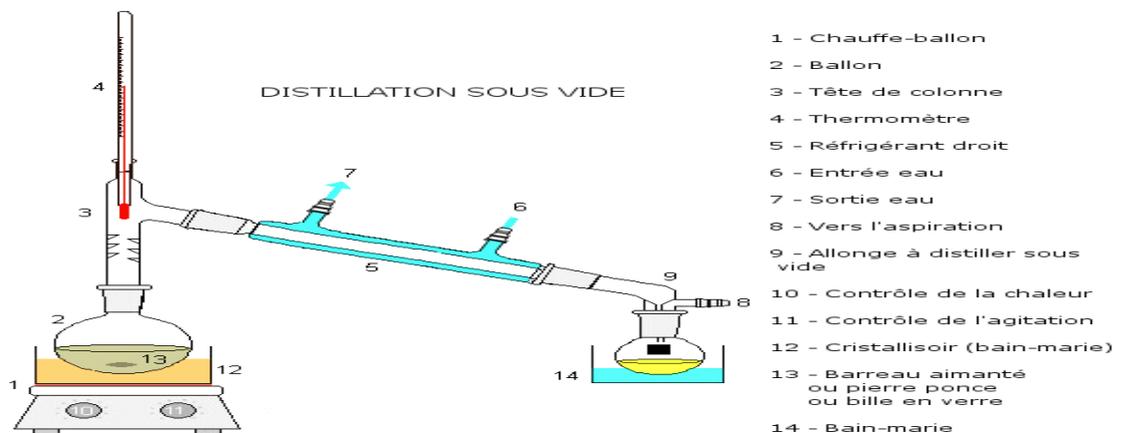


Figure 39: Dispositif utilisé pour l'extraction de l'HE du citron



Figure 40: séparation de HE de citron

II. 2. partie 2 : Synthèse du savon:

II. 2.1. Les corps gras:

Le corps gras utilisé pour l'élaboration des savons artisanaux est une huile végétale: l'huile d'olive.

L'huile d'olive utilisée a été achetée chez un arboriste, est d'origine de wilaya de Ghardaia, la récolte a été effectuée en 2019. L'huile d'olive a été choisie vue sa disponibilité localement et ses propriétés adoucissantes, hydratantes, nourrissantes et émoullientes pour la peau.

II. 2.2. Composition chimique:

La composition de l'huile d'olive caractérise sa qualité; elle varie en fonction de plusieurs facteurs, en particulier la variété, la maturité, la qualité des olives triturées et le procédé d'extraction, les conditions climatiques et l'origine géographique (90). Les composés qu'elle renferme peuvent être subdivisés en deux fractions:

Les substances saponifiables représentent les composés majeurs de l'huile environ 98% de l'huile; et lui confère la plupart de ses caractéristiques physiques, chimiques et métaboliques (91). Elle est constituée fondamentalement d'acides gras et 97 à 99% de *glycérols*. (92)

◆ Acide gras:

L'huile d'olive contient des acides gras libres dont la proportion est variable et dépend des triglycérides. Elle est caractérisée par une teneur élevée en acides gras mono insaturés,

principalement l'acide oléique (C18 :1) qui représente 77 à 78% des acides gras totaux (93). C'est la caractéristique qui définit l'huile d'olive en dehors des autres huiles végétales. (92)

- Les substances insaponifiables représentent environ 2 % de l'huile.

II. 2.3. La lessive de la soude caustique:

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

II.2.4. Préparation des savons pâteux à base d'huiles végétales:

Trois (3) types de savons ont été préparés par le procédé de saponification avec trois méthodes (à froid, semi-ébullition et ébullition complète):

La démarche méthodologique retenue comporte les étapes de préparation des savons indiquées sur l'organigramme (Figure 37).

II.2.4.1. Principe de la saponification:

Le savon est le produit de la réaction d'une saponification. Au cours de cette réaction, des corps gras (graisses ou huiles) sont hydrolysés en milieu alcalin par une base, généralement de la potasse (KOH) ou de la soude ($NaOH$), à une température comprise entre 80 et 100 °C. La température élevée sert à accélérer la réaction de saponification. La saponification des corps gras produit du glycérol et un mélange de carboxylates (de sodium ou de potassium) qui constitue le savon.

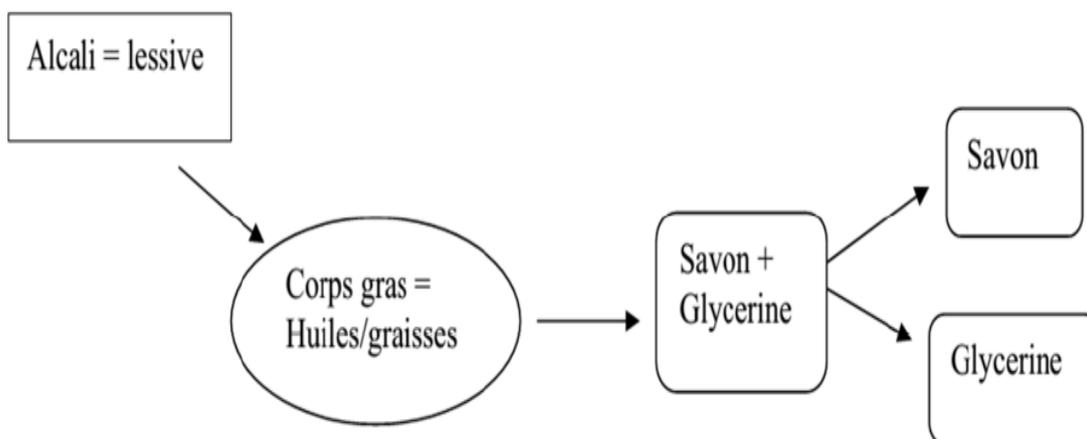


Figure 41: principe de saponification

II.2.4.2. Technique de la saponification:

En nous basant sur les indices des saponifications déterminées au préalable. Nous avons d'abord utilisé la calculatrice de savon pour calculer la quantité d'*hydroxyde de sodium* nécessaire à la saponification de 50g d'huile olive. Une fois déterminées les quantités d'*hydroxyde de sodium* nécessaires. Elles sont dissoutes dans une fiole de 100 mL (il faut faire attention presque la réaction est exothermique la Température atteint 70 à 80 °C et dégage des gaz toxique). On laisse le mélange refroidir dans un bain maré ou attendre jusqu'à ce qu'il devient tiède 35 à 45 °C.

A partir de là, nous avons procédé aux réactions de saponification par trois méthodes.

(82)

Méthode 1 : saponification à froid:

La méthode utiliser et la saponification à froid parce que c'est la plus simple et la plus économique (ne nécessite pas beaucoup de matériel ni énergie) et aussi elle nous donne un produit de qualité puisque il préserve caractéristique.

- **Modes opératoire:**

D'abord l'huile d'olive avec une température à environ 23°C est met dans un bucher sur un agitateur mécanique. Ensuite nous avons incorporé progressivement la solution de *hydroxyde de sodium* sous agitation jusqu'à ce qu'il commence à devenir lourd un peu pâteux, signe que la saponification s'est déroulée de manière totale et avant de formuler le savon dans le moule, on procède alors à l'ajoute d'huile essentielles du citron. Laisse sécher pendant 24 h et démouler.

Méthode 2: saponification à semi-ébullition (à semi-chaud):

Le procédé semi-ébullition se distingue du procédé a froid par le chauffage, par un système de tubulures, du mélange a saponifier a 70-90 % pour accélérer et complété la réaction de saponification.

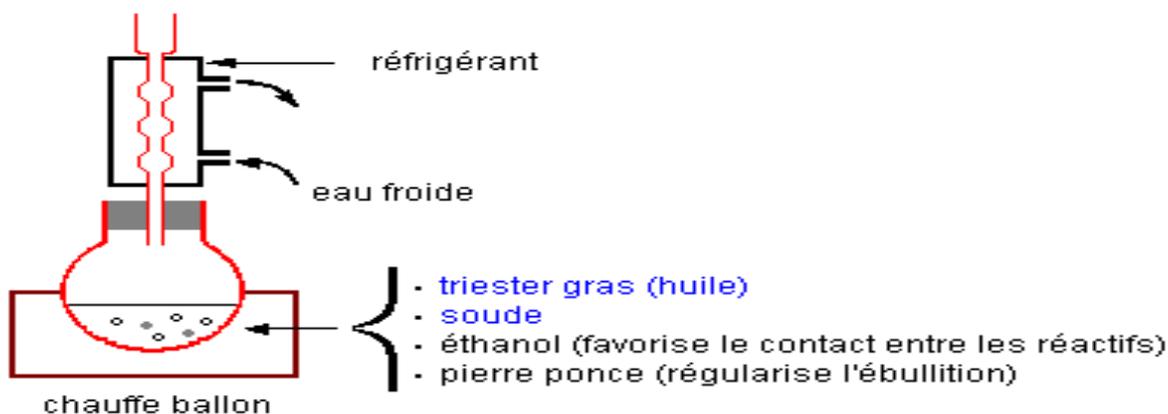
D'abord l'huile d'olive est chauffée à une température comprise entre 80 et 100°C. Ensuite nous avons ajouté lentement et en petite portion au départ la solution de *hydroxyde de sodium* sous agitation (la chaleur dégagée lors de la réaction peut provoquer un auto-échauffement du mélange au-delà de 90°C) et en suivant la même procédure jusqu'à l'obtention d'une pate savon crémeux claires et très visqueuses, signe que la

saponification s'est déroulée de manière totale. On laisse reposer et refroidir pendant 5 à 10 min à environ 40°C et y incorporer ensuite l'huile essentielle du citron et couler le savon dans des moules pour refroidissement définitif (24 à 36 heures).

Méthode3: saponification par ébullition complète (chauffage à reflux):

Dans un ballon de 250 ml, on place un barreau aimanté, puis on verse 22 ml d'huile d'olive, 20 ml de $NaOH$ à (7 mol/l), 15 ml d'une solution d'éthanol et Ajouter 2 à 3 grains de pierre ponce (L'éthanol favorisera le contact entre les différents réactifs et la pierre ponce régularisera l'ébullition). On met en place le réfrigérant à eau et on chauffe à reflux le mélange réactionnel durant 30 min à 90° (Figure 42).

PREPARATION D'UN SAVON



Afin de favoriser le contact entre l'huile et la soude, ces deux réactifs sont mis en solution dans l'éthanol.



Figure 42: Dispositif de chauffage à reflux utilisé pour la synthèse d'un savon.

◆ Le relargage:

Au bout de 30 min, on arrête le chauffage et on laisse refroidir. On verse alors le mélange dans un bécher contenant environ 100 ml de solution froide saturée en *chlorure de sodium* à 20%.

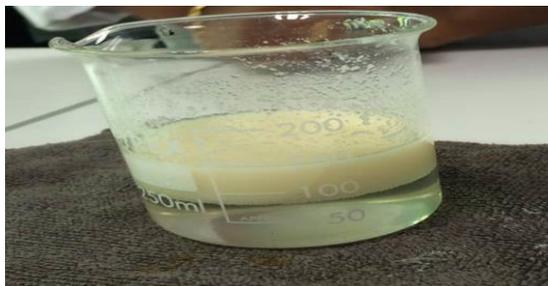


Figure 43: Le relargage

◆ Filtration sur Büchner:

On filtre le mélange obtenu sous vide à l'aide de la méthode de Büchner (Figure 44), on rince le savon à l'eau distillée froide plusieurs fois afin d'éliminer l'excès de *NaOH* et laisser sécher sous aspiration pendant quelques minutes.

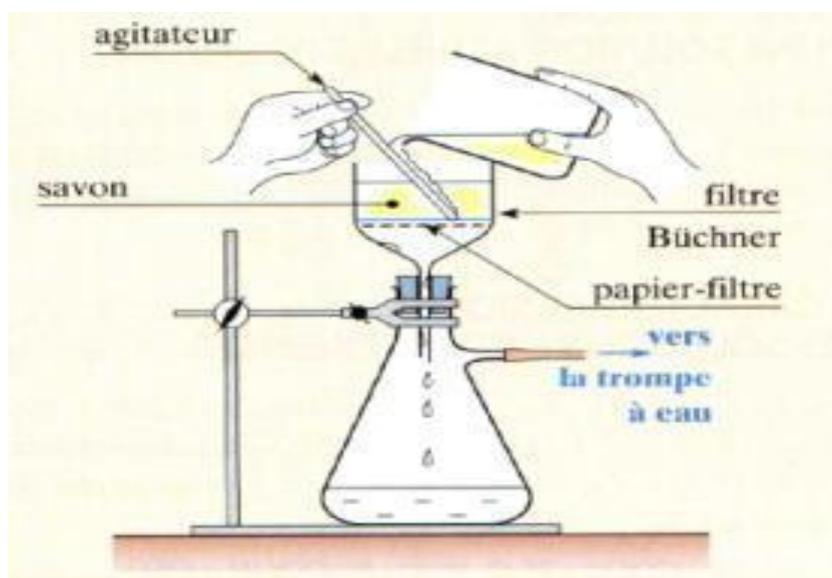


Figure 44: Dispositif de filtration du savon

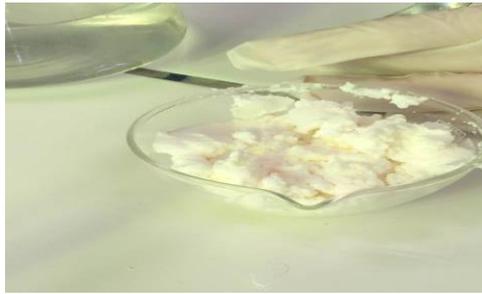


Figure 45: La pâte du savon obtenue

◆ **Incorporation de l'HE du citron:**

L'essence de citron est incorporée dans le savon obtenu à raison de 2 % (v/p). L'HE est ajouté au besoin à la pâte du savon obtenue.

◆ **Moulage et séchage:**

La pâte du savon est versée dans des moules, puis mise à sécher pour la durcir pendant plusieurs jours.



Figure 46: Moulage de la pâte des savons

Remarque : Les savons sont enfin prêts, cependant il ne faut pas avoir l'idée de se laver les mains avec encore car la soude est encore omniprésente et le risque serait de se décapier les mains.

II.2.5. caractérisation des huiles et des savons:**II.2.5. 1. Les analyses physico-chimiques sur l'huile essentielle et l'huile d'olive:****a/ Détermination du rendement en huiles essentielles:**

Le rendement en huiles essentielles (R%), est défini comme étant le rapport entre la masse des huiles essentielles obtenues après extraction (M') et la masse de la matière végétale utilisée (M) (94). Il est donné par la formule suivante :

$$R\% = (M' / M) \times 100$$

Où :

R%: est le rendement des huiles essentielles en pourcentage;

M': est la masse des huiles essentielles obtenues en g;

M: est la masse de zeste du citron en g.

b/. La densité relative d'huile essentielle (NF ISO 6883) :

La densité d'huile essentielle est mesurée en utilisant un pycnomètre. Elle correspond au rapport entre la masse d'un certain volume de l'essence et la masse du même volume d'eau pris à la même température.

$$D = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

Dans laquelle : m_0 : la masse en gramme de pycnomètre vide; m_1 : la masse en gramme de pycnomètre rempli d'eau distillée; m_2 : la masse en gramme de pycnomètre rempli d'huile.

c/. Indice de saponification:

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

◆ Principe:

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

◆ **Mode opératoire:**

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

◆ **Expression des résultats:**

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

V₀: Volume de *HCl* en ml utilisé pour l'essai à blanc;

V₁: Volume de *HCl* pour l'échantillon;

PE: Prise d'essai;

N_{HCl}: Normalité d'*HCl* (0,5N);

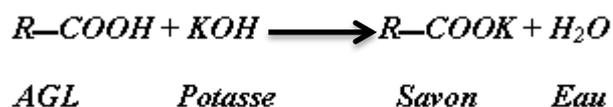
Eq: Equivalent gramme de *NaOH*.

d/. Détermination de l'acidité libre (Indice d'acide):

L'acidité libre est la teneur en acides gras libres contenue dans une huile d'olive, ces AGL résultent de l'*hydrolyse des triglycérides*. Conventionnellement elle est exprimée en pourcentage d'*acide oléique*. Il s'agit d'un paramètre important dans l'évaluation de sa qualité. (95)

Par définition l'indice d'acide correspond au nombre de milligrammes d'*hydroxyde de potassium* nécessaires pour neutraliser les acides gras libres (AGL) présents dans **1 g** de corps gras. (96)

Le principe de la détermination de l'acidité d'une huile consiste à un dosage acido-basique correspondant à la neutralisation selon la réaction ci-contre :



➤ **Mode opératoire:**

- Peser 10g de matière grasse, ajouter 75ml d'*alcool* neutralisé;

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

➤ **Expression des résultats:**

$$\text{Acidité \%} = \frac{V \times C \times M}{10 \times m} \times 100$$

V: est le volume en ml de la solution titrée de *NaOH* utilisé;

C: est la concentration exacte, en moles /litre, de la solution titrée de *NaOH* utilisé;

M: est le poids molaire, en g/mole, de l'*acide oléique* adopté pour l'expression du résultat (M= 282);

m: est la prise d'essai en grammes.

e/. L'indice de peroxyde:

L'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre de milli équivalents d'*oxygène* actif contenu dans 1 kilogramme de produit, qui oxydent l'*iodure de potassium* dans les conditions spécifiées dans la présente méthode (96). L'*oxygène* actif est l'*oxygène* existant sous forme de *peroxyde*, d'*hydro peroxyde* ou d'*époxyde* dans une matière grasse. Ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles. (95)

- **Principe :** C'est une méthode volumétrique qui vise à déterminer par dissolution d'une masse d'huile d'olive dans un mélange d'*acide acétique* et de *chloroforme* traité ensuite par une solution saturée d'*iodure de potassium*. On titre l'*iode* libéré par une solution de *thiosulfate de sodium* en présence d'empois d'*amidon* comme indicateur coloré. (95)

- **Mode opératoire:**

L'indice de peroxyde de chaque l'huile a été déterminée selon (l'organisation internationale de normalisation (ISO 3966,2007)):

- ✓ 1g d'huile d'olive est dissoute dans 12.2 ml du mélange d'*acide acétique/chloroforme*;
- ✓ 15ml d'une solution d'*iodure de potassium* saturée sont additionnées au mélange;
- ✓ On place dans l'obscurité pendant 5 minutes;
- ✓ On rajoute 60ml d'eau distillé et 1ml d'une solution d'empois d'*amidon* (une couleur violette apparaît);

- ✓ Le mélange obtenu a été titré par une solution de *thiosulfate de sodium* a0.01N;
- ✓ On poursuit notre titrage jusqu'au changement de couleur (passage de la couleur violette a une couleur transparente);
- ✓ On effectue un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires.

L'indice de peroxyde est donné par l'équation suivante :

$$\text{Indice de Peroxyde m.équ O}_2/\text{Kg} = \frac{(V-V_0) \times 1000 \times T}{PE}$$

Avec :

T: titre ou normalité de la solution de *thiosulfate de sodium* ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$);

V₀: volume de *thiosulfate de sodium* utilisé pour l'essai à blanc (en ml);

V: volume de *thiosulfate de sodium* utilisé pour la prise d'essai (en ml) ;

PE: prise d'essai en gramme

II.2.5.2. Étude des propriétés des savons obtenus:

II.2.5.2.1. Analyse physico-chimique:

a/. Détermination du Potentiel Hydrogéné (pH):

La mesure du pH joue un rôle important pour l'identification et le contrôle des taux d'acidité et l'alcalinité dans l'industrie. La principale préoccupation à propos du savon à l'heure actuelle est celle du pH, ce dernier sert à mesurer la concentration d'une solution aqueuse en ions H^+ . Il permet de mesurer le degré d'acidité ou de basicité d'une solution et varie de 0 à 14. Si le pH est :

- ◆ Supérieur à 7 la solution est dite basique;
- ◆ Egal à 7 la solution est dite neutre;
- ◆ Inférieur à 7 la solution est dite acide.

Généralement, la peau humaine à un pH de 5,5 en moyenne, donc le pH de savon devrait être voisin de celui de la peau (la majorité des savons sont basique >7) (Anonyme 12).

Pour la mesure du pH, on prépare une solution aqueuse par le mouille de 0,5 g de savon synthétise et 150 ml d'eau distillée neutre pH=7. L'ensemble est soumis à une agitation constante pendant 2 minutes. Le pH est ensuite déterminé à l'aide d'un pH-mètre. Ou bien, on Prend un peu du papier pH et on le place sur l'endroit frotté par le pinceau. Après la

coloration de papier, on regarde sur la boîte papier pH la couleur qui correspond à celle du papier pour déterminer sa valeur.

b/. Détermination de la teneur en alcali libre (ISO 684,1974):

L'alcalinité se définit comme la capacité à neutraliser un acide. L'alcalinité des savons naturels est principalement associée aux *hydroxydes*, elle représente l'*hydroxyde* alcalin *NaOH* ou *KOH* non combiné aux acides gras exprimés en grammes pour 100 g de savon (% , P/P) et l'alcalinité totale varie généralement de 0,02 à 0,08 mg/L. La méthode utilisée est celle de l'*éthanol* de la Norme Algérienne n° 284 publiée en 1990 (selon la Norme ISO n° 456 du 1973). L'alcalinité d'un échantillon de savon est déterminée par un titrage avec une solution d'*acide sulfurique* d'un savon dissout dans l'*éthanol* neutralisé en présence d'un indicateur colorée (*phénolphtaléine*). Au fur et à mesure du titrage, le pH diminue légèrement. Un premier point d'équivalence peut être observé aux environ de pH= 8,3.

c/. Détermination du point de fusion:

Le point de fusion est la température à laquelle la substance est complètement fondue ainsi qu'en témoigne la disparition de la phase solide et la transparence totale du liquide obtenu.

Le principe repose sur le chauffage d'un tube capillaire contenant une prise d'essai du savon synthétisé sur une plaque chauffante et la notation de la température de fusion. Le point de fusion de savon synthétisé est déterminé automatiquement à l'aide d'un Appareil de mesure de point de fusion M5000 (figure 47).



Figure 47: Appareil de mesure de point de fusion M5000

d/. Détermination la teneur en eau (humidité) (ISO 672: 1978):

L'eau dans une mixture de savon possède la fonction de diluer l'alcali (*hydroxyde de sodium ou de potassium*) et d'en disperser les molécules qui peuvent ainsi se déplacer et réagir plus aisément avec les molécules d'acides gras. Donc la teneur en eau et un caractère important a déterminé dans les savons.

❖ Mode opératoire:

- Une coupelle été pesé à vide dans une balance de précision;
- Un échantillon de savon d'environ 10g a 0.01 près été ajouter (on a râpé pour que ce soit rapide à sécher);
- La coupelle été mis dans l'étuve a 104°C, ensuite après 3h ressortie et laisse dans un dessiccateur pour refroidir
- La coupelle été pesé ensuite remis dans l'étuve pour 1h et si la différence entre les 2 peser dépasse 0.01g l'opération est répéter jusqu'à ce que la différence serra inferieure a 0.01g. (ISO 672: 1978) Les résultats d'humidité sont calculés en utilisant l'équation suivante

$$H (\%) = 100 - \left(\frac{PF - P_0}{PI - P_0} \right) \times 100$$

H (%): Taux d'humidité en pourcentage;

P₀: poids en gramme, de la coupelle vide;

P_I: poids en gramme, de la coupelle et de la prise d'essai avant chauffage;

P_F: poids en gramme, de la coupelle et de la prise d'essai après chauffage.

e/. Détermination du pouvoir moussant du savon (volume de mousse):

Les bulles de savon sont des choses tout à fait fascinantes et mystérieuses. Elles ont su éveillé la curiosité de nombreux scientifiques depuis plusieurs siècles déjà. Le pouvoir moussant des savons et une caractéristique importante qui nous renseigne sur l'efficacité de ce dernier et nous donne aussi une idée sur sa solubilité.

Le pouvoir moussant de chaque savon est estimé par la mesure de taux de mousse formée après l'agitation d'un échantillon de savon (0.25g) dans un volume d'eau distillée (25 ml) jusqu'à dissolution complète par rapport à un témoin (eau distillée) selon la formule suivante:

$$\text{Taux de mousse (TM\%)} = \frac{\text{hauteur de mousse de l'échantillon(cm)}}{\text{hauteur de mousse de témoin(cm)}} \times 100$$

II.2.5.2.2. Evaluation de l'efficacité antiseptique des savons élaborés après lavage des mains :

Les objectifs de cette étude ont été de tester l'efficacité bactéricide et fongicide du savon obtenu. Un protocole expérimental est élaboré en s'inspirant d'autres études réalisées dans le but d'apprécier l'efficacité de différents désinfectants. (97,100)

Objectifs de ce test est de vérifier l'efficacité des savons obtenu de point de vue pouvoir antimicrobien et d'étudier la rémanence du savon sur les mains d'un opérateur. Les résultats des expérimentations permettront de calculer la capacité de réduction bactérienne et fongique du savon après lavage des mains. (101)

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

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

❖ Protocole expérimental :

Le protocole expérimental s'est déroulé en plusieurs étapes : des prélèvements bactériologiques ont été effectués sur les mains de l'opérateur avant et après lavage avec le savon synthétisé.

Etape 1 : préparation de milieu solide :

- ◆ Un milieu de culture (PCA) a été préparé (voir annexe2).

◆ On verse dans des boîtes de pétrie qui se trouvent au milieu de 2 bec benzène et attendre jusqu'à ce qu'il refroidisse.

Étape 2 : Prélèvements bactériologiques avant lavage :

◆ Un premier prélèvement bactériologique réalisé sur mains non lavées a été effectué afin de connaître la flore cutanée de départ de l'opérateur. Ce prélèvement a servi de valeur de base pour évaluer la capacité d'élimination des bactéries sur la peau par le savon.

◆ Le prélèvement s'effectue pour chaque main qui a été apposées 5 secondes sur la surface de *géluse* de 2 boîtes de pétrie de prélèvements (une boîte pour la main gauche et une autre pour la main droite pour chaque opérateur), en appuyant légèrement. Ces manipulations se sont déroulées sur une seule journée.

Étape 3 : Prélèvement bactériologique après lavage :

La désinfection des mains est la même que pour une désinfection chirurgicale préopératoire :

L'opérateur a frotté vigoureusement avec du savon chaque zone des 2 mains, qui ont été lavé soigneusement une première fois à l'eau courante, pendant une minute. Ensuite, Un prélèvement a été réalisé après le rinçage et le séchage des mains à l'eau courante de la même manière, pendant une minute.

Étape 4 : Dénombrement des bactéries :

A la fin des différentes manipulations, les boîtes de *géluse* contenant les prélèvements ont été incubés pendant 24 heures à 30°C. A l'issue de cette période, les colonies bactériennes présentes dans chaque boîte ont été dénombrées.

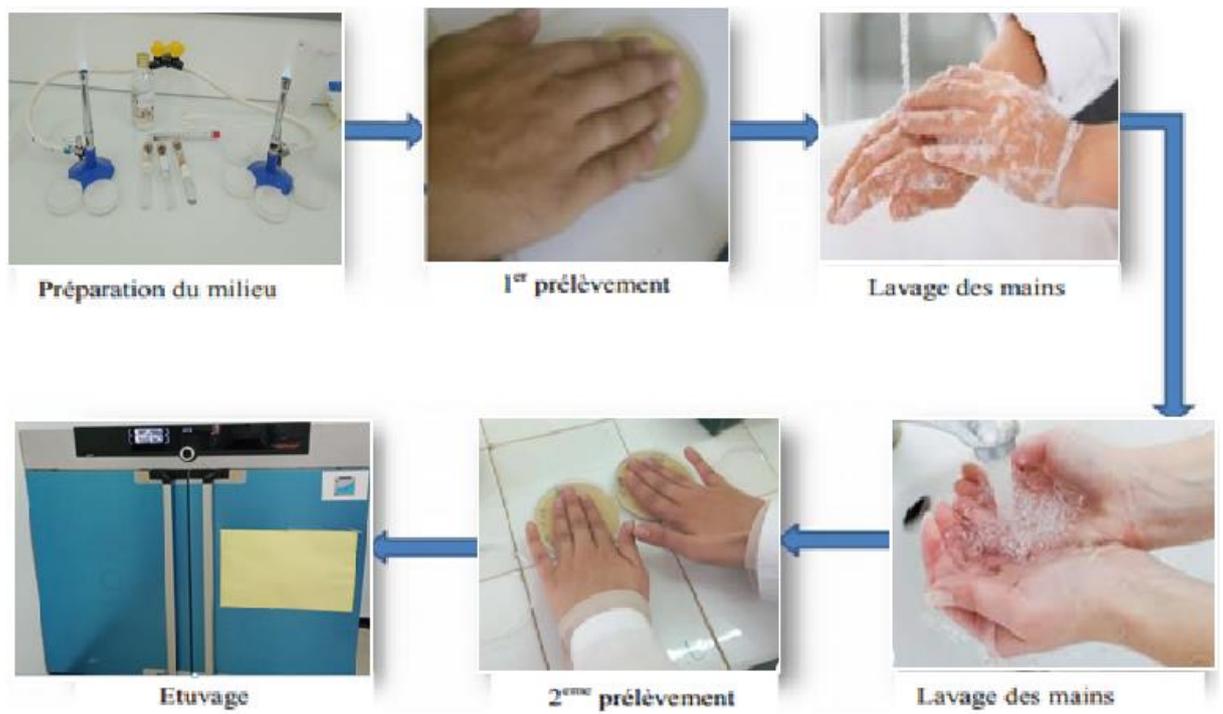


Figure 48 : les étapes de l'analyse bactéricide

Chapitre III:
Résultats et Discussions

III.1. Les analyses physico-chimiques sur l'huile essentielle de citron (*Citrus limon*) et l'huile d'olive:

III.1. Rendement en huiles essentielles:

Selon la littérature consultée, le mode d'extraction peut influencer sur les caractéristiques quantitative et qualitative des huiles essentielles extraites à partir d'un même fruit. (102) Signalent que le choix du mode d'extraction des huiles essentielles des *Citrus* dépend essentiellement de leur domaine d'application. Dans les domaines alimentaire et pharmaceutique, il est intéressant de procéder à l'extraction par pression à froid et par hydrodistillation.

L'extraction par hydrodistillation (entraînement à la vapeur d'eau) du zeste frais de citron étudiée a fourni des huiles essentielles ayant des colorations du jaune claire, limpide avec de fortes et persistantes odeurs de fraîche de citron (Figure 49).



Figure 49: Echantillon d'huiles essentielles de zeste de Citrus limon obtenue par hydrodistillation.

Le rendement d'extraction calculé est de l'ordre de 0,61 %, en fonction de la matière végétale fraîche (Figure 38).

Le rendement obtenu est entre les valeurs obtenues par BLANCO TIRADO (103) et HELLAL (33) qui valent respectivement 0,19% et 0,7%. Cette différence de teneur en HES peut être liée à plusieurs facteurs tels que la zone géographique de collecte, le climat, le stade de développement et la saison. Le degré de maturation du fruit influe remarquablement le rendement de l'huile essentielle. (104) ont constaté que le rendement en HE du citron augmente au début puis diminue vers la fin de la maturation.

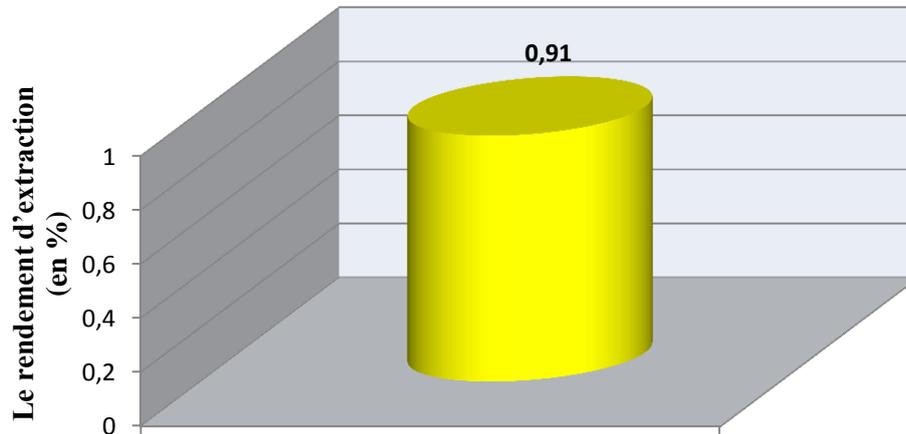


Figure 50: Le rendement d'extraction d'huiles essentielles de zeste de Citrus limon

III.2. La densité relative d'huile essentielle :

La densité déterminée de l'HE extraite est de 0,82 on peut dire que l'huile essentielle de citron est conforme aux normes internationales. Selon l'association Française de Normalisation, les HE appartenant aux espèces *Citrus* doivent avoir une densité maximale de 0.876. (105)

III.3. Les caractéristiques d'huile d'olive utilisé:

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

L'ensemble des résultats des analyses effectuées sur l'huile d'olive sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 7: Tableau récapitulatif des analyses réalisées sur l'huile d'olive

Paramètres	Huile d'olive
La densité relative à T=22°C	0.91
Indice d'acide (mg/g)	7.2±0.03
L'indice de peroxyde (en meq d'O ₂ / Kg)	11±0.04
Indice de saponification (mg/g)	187,41 ±0.06

III.3.1. La densité relative d'huile d'olive:

Lorsque nous augmentons la température, la densité diminue à mesure que l'huile d'olive se dilate.

III.3.2. L'indice d'acidité:

L'acidité d'une huile étant un indice de son degré d'altération et renseigne sur son taux d'acide gras libres. Elle évolue selon la durée et le mode de conservation de l'huile. La donnée par l'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides).

Le résultat du tableau 7, nous indique que l'acidité de l'huile d'olive dépasse souvent les limites établies par les normes **CODEX STAN 210-1999** qui de 0,6 et 4,0 mg KOH/g d'huile respectivement pour les huiles raffinées et les huiles obtenues par pression à froid. Ce qui les rendent impropres à la consommation, lui donnant ainsi un autre intérêt qui est leur désignation à la fabrication du savon du moment où elles sont conforme à la norme interne de l'unité COGB La Belle pour les huiles destinées à la fabrication des savons, l'acidité doit être 5 à 10%.

III.3.3. L'indice de peroxyde(IP):

L'indice de peroxyde estime l'état d'autoxydation de l'huile; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux *Cu*, *Fe*...). Cette autoxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydro peroxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydro cétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...). (106)

La détermination de l'indice de peroxyde est la méthode la plus appropriée pour la mesure de ces composés peroxydes. Pour notre échantillon d'huile d'olive analysé on a trouvé une valeur de peroxyde inférieure à 20 méq O₂/kg (**tableau 08**), ces valeurs restent basses et dans les normes fixées par le C.O.I pour l'huile d'olive. Ces basses valeurs de l'IP montrent que l'huile a été extraite rapidement après la récolte des olives et qu'elle a été stockée dans de bonnes conditions. Il permet de penser que l'huile ne s'oxydera pas prématurément et se conservera au cours du temps. Il faut noter que l'IP augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, consécutivement à un gel (**Association Française Interprofessionnelle de l'Olive (AFIDOL), 2014**) ou à un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté ou prolongé, est également une des causes d'augmentation de ce paramètre IP. (106, 107)

III.3.4. 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 Is obtenue pour l'huile d'olive est situées dans l'intervalle de la norme CODEX STAN 33-1981 qui les a 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 187,41 ±0.06 proche de la valeur trouvé par Karleskind (108), qui est comprise entre 184 à 196 mg/g.

III.4. Étude des propriétés des savons pâteux préparés:

La couleur de ces savons est jaune suite à la couleur de l'huile majoritaire qui est l'huile d'olive.

Pour vous faciliter la préparation des savons, nous vous proposons un **calculateur** (<https://www.aroma-zone.com/info/calculateur-de-saponification>) pour calculer la quantité de *soude* permet de déterminer la quantité de *soude* théoriquement nécessaire pour saponifier les huiles de votre mélange.

III.4. 1. Les méthodes de synthèse des savons pâteux:

Au cours de ce travail, trois types de savon ont été préparés essentiellement à base de l'huile d'olive selon la température de conduite de la réaction de saponification :

La saponification à froid, le procédé semi-chaud de saponification et le procédé à chaud. Pour chaque type de savons qui ont été préparés en ajoutant 3% d'huile essentielle du citron (*Citrus limon*) avant le moulage.

1. Le procédé à froid:

Le savon saponification à froid présente plusieurs avantages car est un procédé simple qui demande peu de temps et d'énergie. En outre le savon produit conserve toute la *glycérine* qui a été produite naturellement et apporte un effet hydratant. Celui-ci a un effet bénéfique sur la peau et peut contribuer à une bonne conservation de tels savons pendant le stockage (prévention de la déshydratation). L'absence de cuisson permet de ne pas dégrader les huiles et beurres végétaux et de conserver leurs propriétés.

Comme le procédé ne prévoit pas l'élimination des impuretés, l'utilisation des matières premières de bonne qualité s'impose. Si un autre prétraitement n'est pas appliqué, la filtration des corps gras et de la lessive est à conseiller. Le calcul précis des quantités de la lessive est également important car le procédé ne permet pas non plus l'ajustage des quantités de *soude* en cours de la préparation. De plus, le risque est réel que la saponification soit incomplète et par conséquent que ce savon contienne une partie d'alcali libre et de la graisse insaponifiée. Pour toutes ces raisons, le procédé froid est plutôt destiné à la fabrication du savon de ménage, c.-à-d. de moindre qualité. Cependant, a beaucoup d'endroits le savon fabriqué avec ce procédé est également utilisé pour l'hygiène corporelle. Pour cela, une bonne maîtrise du processus est tout à fait indispensable. (109)

2. Le procédé semi-chaud:

La saponification est aussi simple à réaliser ; Il demande un apport en énergie plus important parce que pendant la préparation la température est maintenue à 70 à 90 °C. Ceci facilite la réaction chimique et par conséquent un plus grand choix de matières grasses est possible ; c.-à-d. l'utilisation des huiles et des graisses qui ne se saponifient moins facilement. En général, la réaction de saponification sera plus complète avec le procédé par semi-ébullition et elle garantit une meilleure incorporation des additifs. La *glycérine* formée reste incorporée dans le savon. (109)

3. Le procédé à reflux (à chaud) :

Étant donné que la réaction de saponification est une réaction lente à température ambiante, on augmente la température du mélange réactionnel pour accélérer la réaction.

Le chauffage à reflux a permis de condenser les vapeurs des réactifs grâce au réfrigérant à bulles et de les faire retourner à l'état liquide dans le ballon. Le chauffage à reflux permet d'éviter le risque de projection, de perte de matière, les pierres ponce permettent de réguler l'ébullition et la soude en excès et la haute température permettent d'augmenter la vitesse de cette transformation.

Dans la réaction de saponification l'utilisation de l'*éthanol* favorise le contact entre les réactifs et rend le mélange réactionnel plus homogène. Il joue un rôle d'émulsifiant: il permet le mélange de l'huile d'olive et la *glycérine* hydrophobe et de la solution aqueuse de *NaOH* hydrophile.

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.



Figure 51: Le savon synthétisé après séchage

➤ **L'addition de l'huile essentielle dans les savons préparés:**

Les colorants, parfums et additifs sont incorporés en fin de procédé pour éviter leur éventuelle évaporation. (109)

Généralement, les huiles essentielles ne résistent pas à la saponification, il doit ajouter à la fin de réaction avant le moulage et avec une faible quantité pour éviter leurs inconvénients.

III.4.2. Étude des propriétés des savons obtenus:

Les résultats obtenus pour les tests effectués sur nos échantillons sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 8 : Résultats des analyses effectuées sur les savons pâteux

Les paramètres	les savons		
	à froid	à semi-chaud	à reflux (à chaud)
Potentiel Hydrogéné (pH)	7.5	9.5	9.7
L'indice de peroxyde (en meq d'O₂/ Kg)	4	5	5.5
la teneur en alcali libre (en %)	0.30	0.28	0.25
point de fusion (en °C)	150	180	200
la teneur en eau (humidité)(en %)	11	11	13
pouvoir moussant(en % par apport le témoin)	25	15	20

1. Détermination du Potentiel Hydrogéné (pH):

L'une des grandes préoccupations de l'heure à propos des savons est celle du pH. Le pH est vérifié une fois que le savon a vieilli de deux semaines à deux mois suivant la méthode de fabrication. (110)

D'après les résultats obtenus dans la figure 52, on remarque que la valeur de pH de nos échantillons de savon est de 7.5, 9.5 et 9.7 pour le savon préparé à froid, à semi-chaud et à reflux respectivement. Ces valeurs sont conformes à la norme des savons qui est fixée dans un intervalle de 7 à 10. Donc notre produit est bon. Un $\text{pH} > 7.8$, parce que le savon produit à froid conserve toute la *glycérine* qui a été produite aux cours de la saponification mais avec cette valeur le savon donne des émulsions huile dans l'eau de grandes stabilités.

Le pH de la peau humaine est relativement acide et se situe entre 5.2 et 7.0. Les savons préparés sont basiques. Théoriquement, il apparait logique de croire que nous savons soit irritante pour la peau, il perturbe donc l'acidité de l'épiderme. (110)

Le pH est liée aussi à la l'addition de l'HE de citron qui a un pH acide. Si pour ça, on peut préparer des savons avec une teneur en huiles neutre à 5% de surgras et l'incorporation de la *glycérine* dans notre savon synthétisé, permet un savonnage en douceur respectant le film hydrolipidique de la peau, ce qui va permettre la récupération du filme protecteur de la peau et va la protéger d'avantage des irritations.

Le niveau du pH obtenu est en concordance avec celui obtenue par BARANDA et al, (111) pour le savon « Zest citrus sport ».

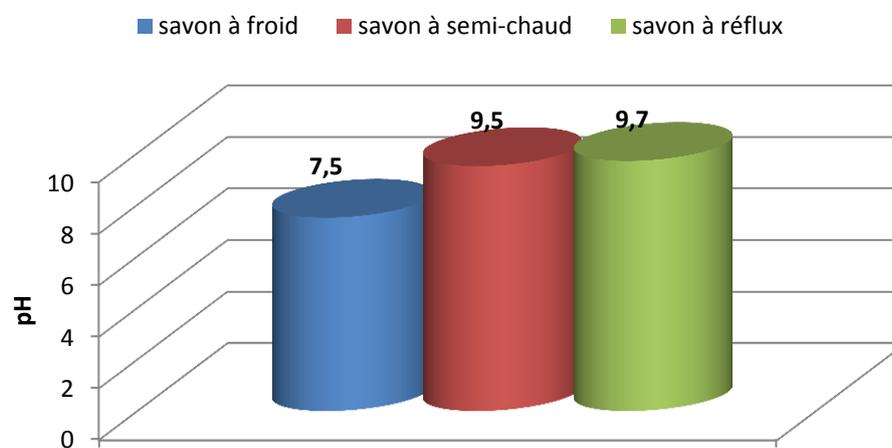


Figure 52: le potentiel hydrogéné (pH) pour les trois savons

2. Indice de peroxyde:

L'indice de peroxyde du savon représente l'altération physique ou chimique (oxydation). Les résultats obtenus pour nos savons sont plus au mois faible comprise entre 4 à 5.5 meq d'O₂/ Kg donc l'altération oxydative des savons est très faible.

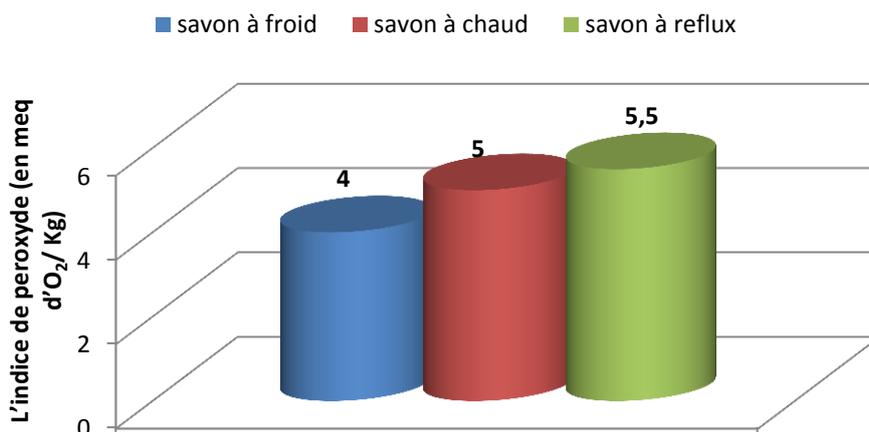


Figure 53: l'indice de peroxyde pour les trois savons

3. Détermination de la teneur en alcali libre:

L'excès d'alcali doit être évité non seulement dans les savons de toilette et de ménage, mais aussi dans les savons servant au lavage de la laine et de la soie, car l'alcali libre rend rêches les fibres animales, et diminue leur solidité et leur éclat. Les teintureries sur soie ne tolèrent par exemple pas plus de 0,03 % de soude libre, tandis que pour le lavage et le foulage des draps de laine, on permet de 1 à 1 1/2 %. (112)

L'alcali libre caustique déterminé pour nos savons est de 0.30%, 0.28% et 0,25% pour le savon préparé à froid, à semi-chaud et à reflux respectivement. Ces valeurs indiquent la quantité minimale de *soude* caustique présente dans le produit fini. L'élimination de la soude est atteinte, dans notre protocole, par plusieurs rinçages consécutifs à l'eau distillée (environ 5 rinçages).

De façon générale, lorsqu'on se réfère aux normes ISO 684-1974, notre savon peut être classé dans la 2^{ème} gamme des savons de ménage (leur teneur en alcali libre caustique étant inférieure ou égale à 0,3%).

De cette faible teneur en alcali libre caustiques décelée dans le savon parfumée à l'HE de citron, on peut prévoir son incapacité à produire des irritations sur une peau normale.

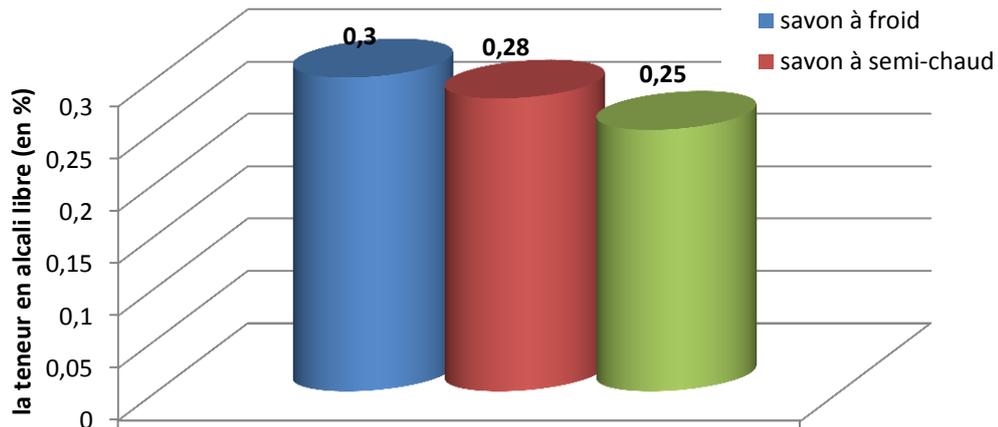


Figure 54: la teneur en alcali libre des trois savons

4. Le point de fusion:

D'après les résultats présentés dans le tableau 8 et figure 55, le point de fusion déterminé pour nos savons synthétisés est de 150°C pour le savon préparé à froid et 180 °C pour le savon à semi-chaud et le point de fusion des savons synthétisés à reflux, même lorsque le sel d'acide gras est unique et purifié, reste assez mal défini de 200°C. Donc le savon à froid sera toujours moins dur qu'un savon de toilette parce que la *glycérine* formée pendant le processus de la saponification n'est pas éliminée.

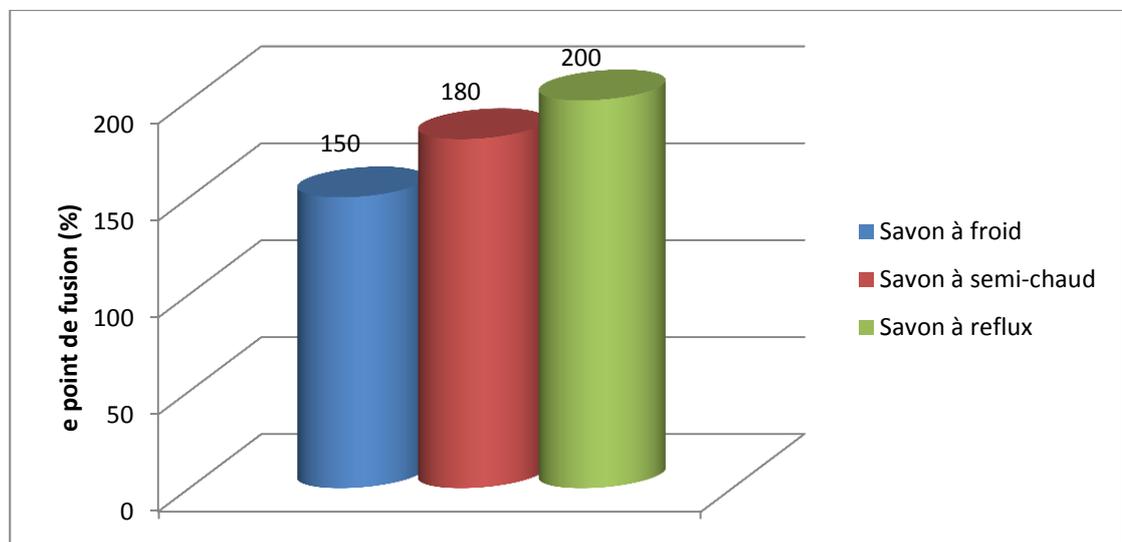


Figure 55: le point de fusion des savons élaborés

La nature de base utilisée en saponification influence considérablement le point de fusion de savon synthétisé, environ 150°C avec une base minérale et 200°C avec une base de synthèse.

(84)

Le tableau 9 ci-après représente les points de fusion des savons usuels selon la nature de la base utilisée.

Tableau 9: Point de fusion des savons usuels (84)

Savon	Calcium	Aluminium	Lithium	Sodium	Argile
Point de fusion (°C)	95	110	180	190	Infusible

5. La teneur en eau (humidité):

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

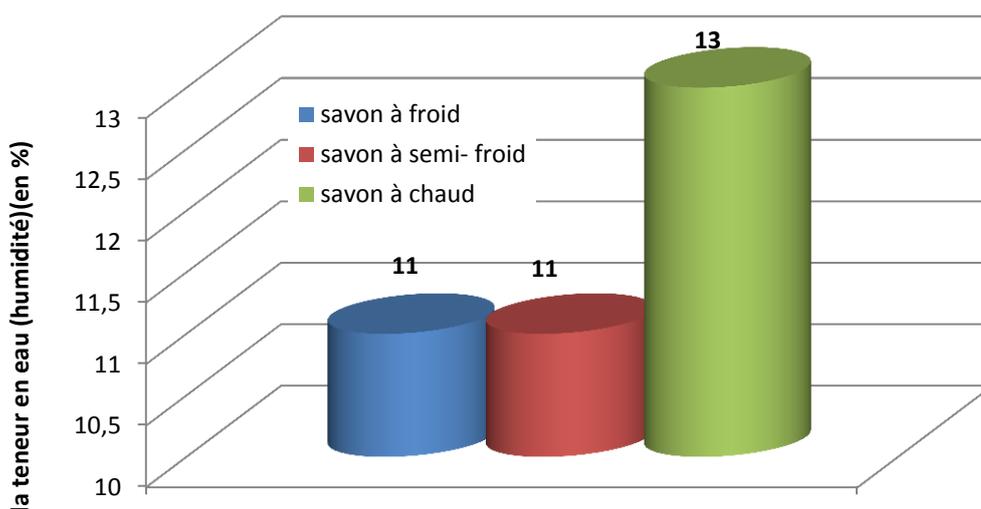


Figure 56: le taux de l'humidité des trois savons

6. Détermination du pouvoir moussant du savon (volume de mousse):

Selon la nature du corps gras de départ, moussent abondamment. (80)

Le pouvoir moussant de nos savons dans l'eau de robinet montre que les savons produits à froid sont bien solubles et le taux de mousse calculé (TM) est de 25% par rapport au témoin avec un taux très élevé par rapport les autres savons (Figure 57).

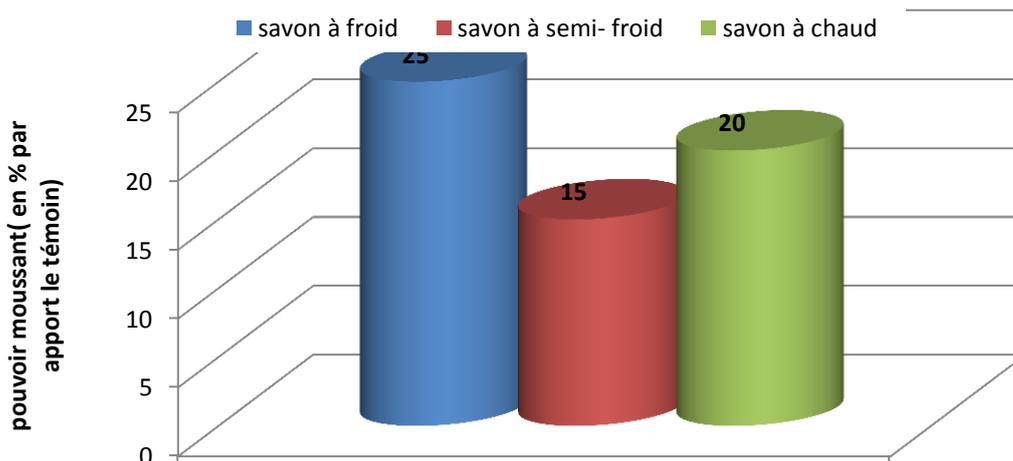


Figure 57: le volume de mousse des trois savons



Figure 58: pouvoir moussant des savons obtenus

III.4.3. L'évaluation de l'efficacité microbiologique des savons préparés:

- ✓ L'évaluation de l'efficacité antiseptique de savon préparé après lavage des mains:

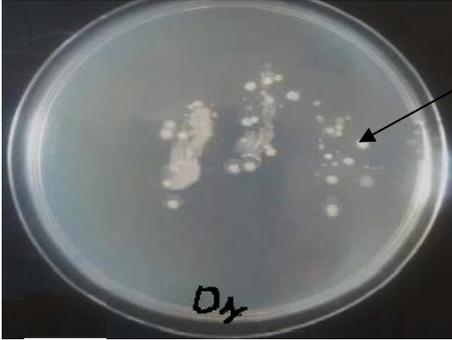
Rq : Ce test est effectué afin d'évaluer l'activité antimicrobienne des savons, sachant que nous n'avons pas ajouté de composés antiseptiques, donc cette activité est liée à celle d'huiles essentielle utilisée pour la préparation des savons.

L'objectif de cette étude était de tester l'efficacité ainsi que la rémanence du savon obtenu après le lavage des mains. Le protocole expérimental a été élaboré en s'inspirant une étude

testant l'efficacité d'un savon chirurgical (101). Contrairement à cette étude, nos expérimentations ont été effectuées sur 3 opérateurs.

Les résultats obtenus des tests microbiologiques nous ont permis d'avoir une première idée sur l'efficacité du savon.

A la fin de l'incubation des boîtes de gélose contenant les différents prélèvements microbiologiques des mains après 15 min de lavage avec les savons pendant 24 heures à 30°C. Les résultats obtenues de chaque boîte de Pétri et pour chaque opérateur et à différents temps sont résumées dans les figures suivants :

Les tests	Les mains
Témoin négatif (boîte de gélose sans prélèvement)	
Témoin positif après lavage avec un savon simple (sans huile essentielle)	<div style="display: flex; align-items: center;">  <div style="margin-left: 20px;"> <p>Colonies bactériennes et des moisissures</p> </div> </div>
Témoin positif avant lavage	<div style="display: flex; align-items: center;">  <div style="margin-left: 20px;"> <p>Empreinte digitale</p> </div> </div>

Les savons obtenus après l'addition de l'huile essentielle du citron

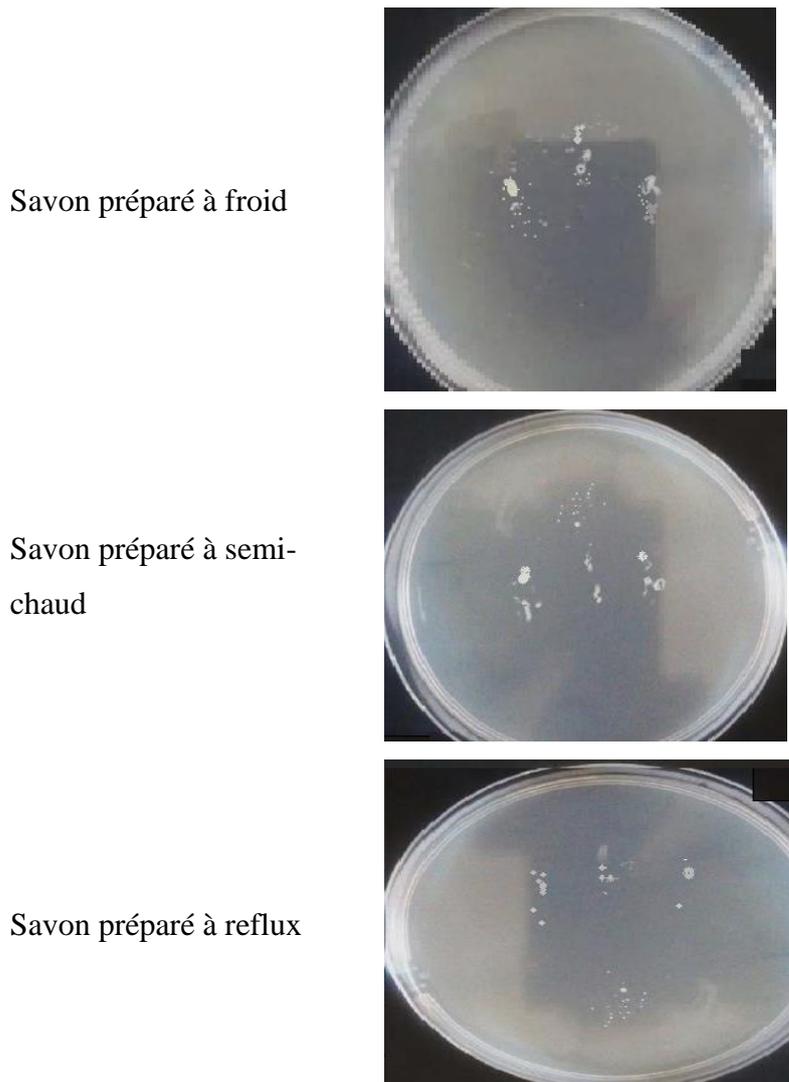


Figure 59: L'évaluation de l'efficacité antiseptique de savon préparé après lavage des mains

Après l'incubation, les colonies bactériennes et des moisissures sont visibles sur les deux boîtes et la comparaison entre les images des différents tests avant et après lavage avec les savons additionnés avec l'huile essentielle du citron et les boîtes de témoin négatif (sans prélèvement), le témoin positif (lavage avec savon simple), montrent bien que le nombre des colonies bactériennes et des moisissures dénombrées avant lavage des mains avec le savon synthétisé est largement réduit après lavage, donc la peau des mains ne s'est pas recontaminée, malgré que la chaleur et l'humidité des mains génèrent un milieu confiné très favorable au développement des bactéries et les mains sans lavage ou bien laver avec le savon simple semblaient plus contaminés.

Les résultats des prélèvements bactériologiques réalisés pendant les manipulations ont été très satisfaisantes. Ils ont montré clairement que les trois savons obtenus ont des capacités de réduction bactérienne élevées, ils semblent avoir une excellente rémanence.

Ces résultats étaient concordants avec les données de la littérature concernant l'efficacité antibactériennes de l'huile d'olive et l'HE de citron (113) utilisée comme adjuvant dans notre savon amélioré.

L'activité antimicrobienne des huiles essentielles du citron a été étudiée par plusieurs chercheurs. Ferdeş et Ungureanu (114) ont confirmé que l'HE du citron possède une activité antimicrobienne. De même, Deb Roy et al. (115) ont trouvé un diamètre de zone d'inhibition, de la croissance d'*E. coli* par l'HE extraite à partir l'écorce du citron, de l'ordre de 8 mm.

PIACENTINI (116) était le premier qui montre que les essences d'agrumes en solution aqueuse ont des propriétés de désinfectants plus puissants que le phénol. SUBBA et al. (117) ont signalé que les HE de *Citrus limon* inhibent le développement de spores des *bacillus subtilis*, *Enterococcus faecalis* et *lactobacillus plantarum*.

Il est bien connu que l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle de *Citrus limon* est attribuée généralement aux mono terpènes (47, 118) qui sont présents dans notre huile testée avec un taux majoritaire.

L'étude de FICHER et PHILLIPS (119) a montré que le linalol et le citral (composants des huiles essentielles de *citrus limon*) ont des propriétés antimicrobiennes sous forme de vapeur contre *campylobacterjejuni*, *E.coli O157*, *Lesteria monocytogenes*, *bacillus cereus* et *Staphylococcus aureus*.

Caccioni et al. (120) ont indiqué que l'huile essentielle de *Citrus limon* possède une activité antifongique contre *Penicillium digitatum*. De même, Belletti et al. (121) ont démontré que les huiles essentielles à des fortes concentrations de terpènes comme le citral, sont plus efficaces contre *Saccharomyces cerevisiae*.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Dans le domaine de la savonnerie, il existe de nombreuses variétés de savon très différentes les unes des autres. La formation du savon est une réaction simple sur le plan chimique. Cependant la démarche technologique à adopter pour obtenir un produit de qualité acceptable est quelque peu complexe. Nous pouvons affirmer que la fabrication du savon demande beaucoup d'attention et de précision si non, le savon ne comportera pas toutes ses propriétés spécifiques telles que la mousse et sa fameuse propriété nettoyante. Ces propriétés influencent sur l'efficacité du savon. Pour obtenir un savon de bonne qualité, il faut attacher une attention particulière à la qualité des matières premières.

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

Dans le cadre de notre travail, nous nous sommes intéressées de mettre au point un savon antimicrobien à base d'huile végétale (huile d'olive) additionné avec l'huile essentielle de citron (*Citrus limon*) pour tester son efficacité bactéricide ainsi que sa rémanence.

L'huile d'olive est préconisée par de nombreux diététiciens, elle a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. Elle est largement utilisée comme excipient dans les produits cosmétiques. On la retrouve dans nombreuses formulations du savon, où elle joue un rôle d'inducteur de pénétration.

Toutes les études démontrent que l'huile d'olive hydrate naturellement la peau. Ces bienfaits ont été liés l'un ou l'autre à sa composition en acides gras, où l'acide oléique est le composant principal et/ou à la présence des biomolécules mineures, telles que les vitamines et les antioxydants naturels. (125)

Notre étude est sur l'espèce *Citrus limon* qui appartient à la famille des *Rutacées*, l'une des familles les plus importantes dans la flore algérienne, Elle est aromatique médicinale et le plus utilisé dans la médecine traditionnelle comme Anti inflammatoire, Stimulant, Antimicrobien. L'huile essentielle de citron (*Citrus limon*) dont l'odeur très agréable est vivifiante, est un antibactérien puissant qui permet entre autres, de désinfecter et cicatriser la peau, et de tonifier l'organisme.

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

Les résultats des prélèvements bactériologiques après 15min, montre une réduction de taux des bactéries, des levures et des moisissures sur la peau après lavage. L'efficacité et la rémanence des savons auxquels nous avons ajouté l'huile essentielles du citron paraissent être excellentes. Tout cela revient à la composition du savon, notamment leur composition en huile essentielle du citron qui porte un pouvoir propriété antiseptique. Plusieurs études ont démontré que les huiles essentielles de *citrus limon* ont des propriétés antimicrobiennes contre les bactéries, les levures et les moisissures. Ce résultat concorde avec notre constat.

Donc, les savons fabriqués par l'incorporation d'huile essentielle du *Citrus limon* après la formulation des savons présenteraient une activité inhibitrice effective sur la croissance de la flore totale. La peau des mains semble protégée de la recontamination bactérienne par l'action rémanente du savon.

Au regard de l'efficacité des savons élaborés, sa production à l'échelle industrielle constituera un réel espoir dans la lutte contre les maladies de la peau qui sont très répandues.

Suite à cette étude, nos perspectives d'études sont nombreuses, il est souhaitable:

- Il serait judicieux de faire des études expérimentales pour déterminer le temps au bout duquel la rémanence du savon s'atténue et pour trouver le temps de lavage minimum pour un effet optimum du savon ;
- il est également envisageable de réaliser d'autres études pour comparer l'efficacité et la rémanence du savon obtenu avec d'autres savons, pouvant servir de témoins ;
- Les résultats de cette étude sur le pouvoir désinfectant du savon sont très encourageants, mais celle-ci mériterait d'être améliorée et poursuivie. Il serait intéressant d'identifier les colonies dénombrées dans chaque boîte de *gélose* et pour chaque opérateur.

Références Bibliographiques

Les références:

1. Robert A. et Lobstein A. (2005). Plantes aromatiques : épices, aromates, condiments et huiles essentielles. Ed : Tec & Doc, Lavoisier, Paris, 522 p.
2. Pingot A. (1998). Les huiles essentielles. Ed : Tec & Doc. Lavoisier, Paris. pp. 230- 236.
3. Bruneton J. (1999). Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Ed. Lavoisier, 2ème Ed. Tec & Doc. Lavoisier, Paris. 623p.
4. Mau, J.L., Ko, P.T., Chyau, C.C., 2003. Aroma characterization and antioxidant activity of supercritical carbon dioxide extracts from Terminalia catappa leaves. Food Res. Int. 36, 97–104.
5. Springer-verlag France. 2014. Citrus limon(L) Burm. F(Rutacées) citronniers. Enseignement de phytothérapie. Paris-9017 Bobigny ce de x : 01.
6. BARDEAU F. (2009). Les huiles essentielles: Découvrir les bienfaits et les vertus d'une médecine ancestrale. Editions Lenore, 315.
7. Marchand L., 2002: Cancer preventive effects of flavonoids – a review. Biomed.Pharmacother. Vol. 56, pp: 296–301.COTTIN, R, 2002. Citrus of the World. A Citrus Directory. SRA INRA-CIRAD (éd), France.
8. Halliwell B., 1996: Antioxidants in human health and disease. Ann. Rev. Nutr., Vol. 16, pp: 33–50.
9. Rao A.V. et Rao L.G., 2007: Carotenoids and human health. Pharmacol. Res. Vol. 55, pp: 207 – 216.
10. Faites cadeau de ce mini-guide à qui vous voulez. Il vous est offert par: www.mes-remedes.com (bienfaits du citron).
11. Minh Tu N.T., Thanh L.X., Une A., Ukeda H. et Sawamura M., 2002 : Volatile constituents of Vietnamese pummelo, orange, tangerine and lime peel oils. Flavour Fragrance J. Vol. 17, pp : 169 – 174.
12. Chutia M., Bhuyan D.P., Pathak M.G., Sarma T.C. et Boruah P., 2009 : Antifungal activity and chemical composition of Citrus reticulata Blanco essential oil against phytopathogens from North East India. LWT Vol. 42, pp: 777–780.
13. Sacchetti G., Maietti S., Muzzoli M., Scaglianti M., Manfredini S. et Radice M., 2005. Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. Food Chem. 91, 621–632.

14. PADRINI, P et LUCHERONI, M.T., 1996. Le grand livre des huiles essentielles- guide pratique pour retrouver vitalité, bien-être et beauté avec les essences. Ed : De Vecchi, Paris.
15. Débuigine G. et Couplan F., 2008. Petit Larousse des plantes qui guérissent. Ed : Larousse, Paris. p 895.
16. Gollouin F., Tonelli N. 2013. De fruits et de graines comestibles du monde entier. Edition Brigitte Peyrot Poos, Paris, La voisier SAS.PP. 186-195.
17. Bachés B.M. 2011.Agrumes comment les choisir et le cultiver facilement. Editions Eugen Ulmer, 8 Rue Blanche, 75009 Paris. PP. 6-8-9-11-63.
18. BLANCKE, R., 2001. Guide des fruits et légumes tropicaux. Ed: Eugen Ulmer, Paris. 288 p.
19. Nabil BOUSBIA: Extraction des huiles essentielles riches en antioxydants à partir de produits naturels et de coproduits agroalimentaires, Autre. Université d'Avignon, 2011. Français. NNT: 2011AVIG0243.
20. Dubois C., 2006. Les arbres fruitiers. Ed : Rustica, Paris. P 127.
21. FAO. (2015).Food Agriculture Organization. Data base results; FAO ST: (<http://www.faostatfao.org>).
22. OMS, Organisation mondiale de la Santé, 2006.
23. VALNET, J. 2001. La santé par les fruits, légumes et les céréales. Ed Vigot. France, 411.
24. LECLERC, H, 1984. Le citron : Les fruits de France. 9ème Ed. Masson. France. P.274
25. Santé Canada. Fichier canadien sur les éléments nutritifs, 2010.
26. BOUKABACHE Merièm, BOUDJEFDJOUF Fatima Zohra, 2016: Extraction, identification de l'huile essentielle par CPG-SM de l'espèce citrus limon et mise en évidence de son activité antibactérienne. Fabrication de parfum, mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de master II, université des frères MENTOURI, Constantine, Algérie. P23, 36.
27. ANSM, Agence nationale de sécurité du médicament, Rapport de biovigilance, 2008.
28. AFNOR, 2000. Association Française de Normalisation. Normes françaises : huiles essentielles. AFNOR, Paris.
29. Guenther E., 1948. The Essential Oils -: D. Van Nostrand Co., New York, N.Y., 456p.

30. Goris A. (1967). Manuel de botanique. Ed. Clin. pp. 265-268.
31. Ferhat M.A., Meklati B.Y., Chemat F. (2010). Citrus d'Algérie : les huiles essentielles et leurs procédés d'extractions .Ed. Office des publications universitaires, Alger. p157.
32. Mengal P. et B. Mompon, 1994. Procédé et installation d'extraction sans solvant de produits naturels par micro-ondes. Brevet international, WO 94/26853.
33. Hellal Z. (2011). Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. : Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Mémoire de magistère, Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. 78 p.
34. Lesley B. (1996). Plantes médicinales et aromatiques. Ed. Lavoisier. Paris. pp. 58-61.
35. Roux D. (2008). Conseil en aromathérapie. 2ème Ed. Pro-Officina., 187 p.
36. Fillatre Y. (2011). Produits phytosanitaires : Développement d'une méthode d'analyse multi-résidus dans les huiles essentielles par couplage de la chromatographie liquide avec la spectrométrie de masse en mode tandem. Thèse de doctorat (volume 1), université d'Angers, France. 266 p.
37. Lucchesi M. (2005). Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse de doctorat en Sciences, discipline: Chimie. Université de la Réunion, Faculté des Sciences et Technologies.143p.
38. Bruneton J. (1993). Pharmacognosie : phytochimie, plantes médicinales. Tec & Doc, Lavoisier, Paris, pp 91.
39. Peyron L. et Richard H., 1992. Extraction des épices et herbes aromatiques et différents types d'extraits. Epices et aromates. Tec et Doc – Lavoisier, APRIA., Paris. 108p.
40. Crouzet J., 1996, Arômes alimentaires. Techniques de l'ingénieur, F 4 100, Paris.
41. BELAICHE, P., 1979. Traité de phytothérapie et l'aromatérapie. Tome I: L'aromatogramme. Ed : maloine S.A., Paris, 204 p.
42. Kaufmann B., et Christen P. (2002). Recent extraction techniques for natural products: Microwaveassisted extraction and pressurised solvent extraction.

Phytochem. Anal., 13, pp.105-113. l'arganier. These de doctorat. Universite de Rabat, 67.

43. Hemwimon S., Pavasant P., Shotiprux A. (2007). Microwave-assisted extraction of antioxidative anthraquinones from roots of *Morinda Citrifolia*. *Separation and Purification Technology*, 54, pp. 44-50.
44. Piochon M. (2008). Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore aurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémisynthèse. Thèse de doctorat. Université du Quebec, pp: 5-9.
45. Dupuy A. (2010). Stabilisation de l'interface liquide-liquide dans un contacteur membranaire : Application à l'extraction sélective de terpènes oxygénés d'huiles essentielles d'agrumes. Thèse de doctorat. L'Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (AgroParisTech).France. 305 p.
46. Delaquis PJ, Stanich K, Girard B, Mazza G: Antimicrobial activity of individual and mixed fractions of dill, cilantro, coriander and eucalyptus essential oils. *Inter J Food Microbiol.* 2002, 74: 10-109.
47. Burt S., 2004. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods – a review. *International Journal of Food and Microbiology.* 94: 223-253.
48. Boti J.B., Muselli A., Tomi F., Koukoua G., N'Guessan T.Y., Costa J., Casanova J. 2006. Combined analysis of *Cymbopogon giganteus* Chiov. leaf oil from Ivory Coast by GC/RI, GC/MS and ¹³C-NMR. *C. R. Chimie* 9:164–168.
49. Oussou K.R., Youlou S., Kanko C., Tue Bi B., Kanko C., Boti J.B., Ahibo C. & Casanova J., 2010. Etude chimique bio-guidée de l'huile essentielle de *Ocimumgratissimum*(Lamiaceae). *European Journal of Scientific Reaserch.* 1:50-59.
50. Nébié RHC, Yaméogo RT, Bélanger A, Sib FS: Salicylate de méthyle, constituant unique de l'huile essentielle de l'écorce des racines de *Securidaca longepedunculata* du Burkina Faso. *C R Chimie.* 2004, 7: 1003-1006.
51. Avlessi, F., Dangou, J., Wotto, V.D., Alitonou, G.A., Sohounhloue, D.K., and Menut, C. 2004. Propriétés antioxydantes de l'huile essentielle des feuilles de *Clausena anisata* (Wild) Hook. *Comptes Rendus Chimie* 1057-1061.
52. Svoboda K.P. et Hampson J.B. (1999) Bioactivity of essential oils of selected temperate aromatic plants: antibacterial, antioxidant, anti-inflammatory and other related pharmacological activities. Plant Biology Department, SAC Auchincruive, Ayr, Scotland, UK., KA6 5HW.

53. Kalembe D. et Kunicka A., 2003.- Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Current Medicinal Chemistry*. 10: 813-829.
54. Saint Laumer D.J.Y., Frérot E. & Herrmann A., 2003. Controlled release of perfumery alcohols by neighboring-group participation. Comparison of the rate constants for the alkaline hydrolysis of 2-acyl-, 2-(hydroxymethyl)-, and 2- carbamoyl benzoates; *Helvetica Chimica Acta*86: 2871-2899.
55. Oussou K.R., 2009. Etude chimique et activité biologiques des huiles essentielles de sept plantes aromatiques de la pharmacopée Ivoirienne. Doctorat de l'Université de Cocody-Abidjan, 241p.
56. RICHARD F., 1992. Manuel des corps gras. Paris, Ed : Lavoisier, Tec. et Doc., p: 1228- 1241.
57. CHATHAPHON, S., CHATHACHUM, S et HONGPATTARAKERE, T, 2008. Antimicrobial activities of essential oils and crude extracts from tropical Citrus spp. against food-related microorganisms. *J. Sci. Technol.* 30, 125-131.
58. LIS-BALCHIN, M, 2002. Lavender: the genus *Lavandula*. Taylor and Francis, London.p: 37, 40, 50, 155-200.
59. Jazet Dongmo Pierre Michel, Kuate Jean, Fekam Boyom Fabrice, Ducelier Daniel, Damesse François, Amvam Zollo Paul Henri, Menut Chantal, Bessière Jean-Marie. 2002. Composition chimique et activité antifongique in vitro des huiles essentielles de Citrus sur la croissance mycélienne de *Phaeoramularia angolensis*. *Fruits*, 57 (2) : 95-104.
60. Cheng, S. S., Liu, J. Y., Tsai, K. H., Chen, W. J., & Chang, S. T. (2004). Chemical composition and mosquito larvicidal activity of essential oils from leaves of different *Cinnamomum osmophloeum* provenances. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52, 4395–4400.
61. Burt, S. A., & Reinders, R. D. (2003). Antibacterial activity of selected plant essential oils against *Escherichia coli* O157:H7. *Letters in Applied Microbiology* 36(3), 162- 167.
62. Ngassapa, O., Runyoro, D. K. B., Harvala, E., & Chinou, I. B. (2003). Composition and antimicrobial activity of essential oils of two populations of Tanzanian *Lippia javanica* (Burm.F.) Spreng (Verbenaceae). *Flavour and Fragrance Journal* 18, 221- 224.
63. Milijaona, R., Rasidimanana, V., Rabarison, H., Cheplogoi, P. K., Ratsimbason, M., Mulholland, D. A., & Maucière, P. (2003). Plant traditionally prescribed to treat tazo (malaria) region of Madagascar *Malaria journal*, 2, 25.

64. Skold M, Karlberg AT, Matura M, Borje A., 2006. The fragrance chemical beta-caryophyllene-air oxidation and skin sensitization. *Food Chem Toxicol* 44: 538–545.
65. COUDERC, V.L., 2001. Toxicité des huiles essentielles. Thèse de grade Docteur Vétérinaire. Université Paul Sabatier de Toulouse, 61 p.
66. Libbey J. (2004). Progrès en dermato-allergologie. 4eme Edition à Lille. P206.
67. NICOLAS, H., DANINA, L., OMAR, E., 2011. Service de chimie et physicochimie organiques. "Printemps des Sciences", Bruxelles.
68. WATERVAL, G, 2011. Savon Artisanal. GNU Free Documentation. p. 1-20.
69. Boulkras N. (2010). Chimie organique expérimentale. OP4. 2013.
70. SPITZ, L., 2000. Soaps and Detergents. AOCS Press, San Diego.
71. MOYEN, M et VAN PUYVELDE, L. 2009. Le savon. Elocution. p. 1-8.
72. CAUBERGS, L, 2006. La fabrication du savon : Aspects techniques, économiques et sociaux. Ed ATOL, Leuvenestraat 5/1, 3010 Leuven, Belgique.
73. Martini M. (2011). Introduction à la dermatopharmacie et à la cosmotologie. N°3eme Edition lavoisier. P: 205-206.
74. VIRBEL-ALONSO, C, 2013. Savon de Marseille et autres savons naturels : Un concentré de bienfaits pour votre maison et votre bien-être. France, Eyrolles, ISBN: 978-2- 212-55510-3.
75. Françoise Cloarec 2013, L'ÂME DU SAVON D'ALEP, Éd. Noir sur blanc – DL.
76. Patrick Boulanger, 1999, Le Savon de Marseille, Saint-Rémy-de-Provence : Équinoxe.
77. Puyvelde. (2009). Le savon.
78. Hassi Ahlem , 2017, Etude de la rémanence d'un savon additionné à l'huile essentielle de citron (citrus limon), mémoire master, Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem.
79. DONNEZ, M, 1993. La production du savon. Centre du développement industriel, Bruxelles, Belgique. p. 1-50.
80. KONE, S, 2000. Fabrication de savons améliorés. Technical Information, Eschborn, Allemand. P. 1-14.
81. SPITZ, L, 2009. Soap manufacturing technology, AOCS Press, Urbana (Ill.), 474 p.
82. Marc Donner. (1993). La production de savon. Guide du CDI centre pour le développement industriel (convention de Lomé ACP/CEE). p43.
83. PORE, J, 1992, Émulsions, microémulsions, émulsions multiples, Éditions techniques des industries des corps gras, Neuilly, 270 p.
84. JOHO, P., 2007. Les graisses. Ed : Paul Emile Victor : maintenance et environnement.
85. BESSON, S., 2007. Propriétés adhésives Entre deux bulles de savon. Thèse de doctorat de l'université pierre et marie curie. Paris, France. p. 1-144.
86. TOGBE, F., Alexis, C., YETE, P., AZANDEGBE ENI, C., WOTTO, D-V, 2014. Évaluation du comportement de quelques savons traditionnels en solution

aqueuse : Détermination de la concentration micellaire critique et de la température de Krafft. *J. Appl. Biosci.* p. 7493-7498.

87. Magai M., Okahata Y., Tammamachi S et Kunitake T. 1981, *Colloid interface, Sci* 82.P: 401-405.

88. Google map, 2020.

89. HIMED Louiza, 2018. Évaluation des activités biologiques des huiles essentielles du citron (*Citrus limon*): encapsulation et application comme agent conservateur à la margarine allégée, thèse de doctorat, Université Frères Mentouri Constantine 1.

90. Purcaro G., Codony R., Pizzale L., Mariani C., Conte L. 2014. Evaluation of total hydroxyl tyrosol and tyrosol in extra virgin olive oils. *Eur J Lipid Sci Technol.* 116(7): 805–811.

91. Rayan D., Roberdo K. 1998. Critical review: phenolic compounds in olives. *Analyst.* 31, 123-130.

92. Benlemlih M., Ghanam J. 2012. Polyphénols d'huile d'olive. Trésor sante ! Etude scientifique. Marco pietteur. France. 128 p.

93. Ruiz –Gutiérrez V., Morgado N., Parada J. 1998. Composition of human VLDL triacylglycerol after ingestion of olive oil and high oleic sunflower oil. *The Journal of Nutrition.* 128, 570-576.

94. AFNOR (NF), 1982. Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. Ed. AFNOR.

95. Bouhadjra K. (2011), étude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la Stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge, thèse pour l'obtention du diplôme de magister, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

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

97. HERRUZO-CABRERA R., VIZCAINO-ALCAIDE M-J., FDEZ-ACINORO M-J., 2000, Usefulness of an alcohol solution of N-Duopropenide for the surgical antiseptis of hands compared with handwashing with iodine-povidone and chlorhexidine: clinical essay. *Journal of Surgery Research.* 94: 6-12.

98. MULBERY, G., SNYDER, AT., HEILMAN, J., PYRECK, J., 2001. Evaluation of a waterless scrubless chlorhexidine gluconate / ethanol surgical scrub for antimicrobial efficacy. *American Journal of Infection Control.* 29. p. 377-382.

99. GIROU E., LOYEAU S., 2002. Efficacy of handrubbing with alcohol based solution versus standard handwashing with antiseptic soap: randomized clinical trial. *British Medical Journal.* 325-362.

100. MARCHETTI, M.G., KAMPF G., FINZI G., SALVATORELLI G., 2003. Evaluation of the bactericidal effect of five products for surgical hand disinfection according to prEN 12054 and prEN 1279. *Journal of Hospital Infection.* 55(33):238.

101. Tanneur J. Michèle M. L. (2006). Etude de l'efficacité in vivo d'un savon chirurgical à base de chlorhexidine : Méthodes d'évaluation de l'efficacité d'un désinfectant. Thèse de doctorat de vétérinaire. Université Paul-Sabatier de Toulouse, l'Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse. p 1-53.

102. Bakkali F., Averbeck S., Averbeck D., Idaomar M. Biological effects of essential oils- A review. *Food Chem Toxicol.* 2008; 46: 446-475.

103. Blanco Tirado, C., Stashenko, E. E., Combariza, M. Y., Martinez, J. R. 1995. Comparative study of Colombian citrus oils by high-resolution gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry. *J. Chromatogr.A* 697, pp. 501–513.
104. BOURGOU, S., RAHALI, F, Z., OURGHEMMI, I., SAIDANI TOUNSI, M., 2012. Changes of Peel Essential Oil Composition of Four Tunisian Citrus during Fruit Maturation. *The Scientific World Journal*, 10 p.
105. AFNOR, NF T.75-2002. Association Française de Normalisation. Les huiles essentielles. Paris, France.
106. TANOUTI K., SERGHINI CAID H., ABID M., MIHAMOU A., KHIAR M., HACHEM M., BAHETTA Y., ELAMRANI A. (2011). *Les Technologies de laboratoire*. 6 (23) : PP 58.
107. MEFTAH H., LATRACHE H., HAMADI F., HANINE H., ZAHIR H., EL LOUALI I M. (2014). Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc). *Journal of Materials and Environmental Science*. 5 (2): 641-646.
108. Karleskind A. 1992. *Manuel des Corps Gras*. Paris: Tech & Doc, Tome 1 ET Tome 2.
109. Lisette Caubergs, 1999. *LA FABRICATION DU SAVON Aspects techniques, économiques et sociaux, réalisée avec l'appui de la DGCI et de la Fondation Gillès*, ATCL, Belgique.
110. HOTANTAI, L., 1999. *Détergents et produits de soins corporels*, Paris, Dunod, 479 p.
111. BARANDA, L, GONZALEZ-AMARO, R, TORRES-ALVAREZ, B, ALVAREZ, C et RAMIREZ, V., 2002. Correlation between PH and irritant effect of cleansers marketed for dry skin. *International Journal of Dermatology*, 41, 494-499.
112. MARCUSSON, J., 1929. *Manuel de Laboratoire pour l'industrie des Huiles et Graisses*. Librairie Polytechnique CH. BERANGER. Paris.
113. Ferdeş M., Ungureanu C., 2012. Antimicrobial activity of essential oils against four food-borne fungal strains. *U.P.B. Sci. Bull., Series B*, 74 (2), pp. 87-98.
114. Deb Roy S., Bania1 R., Chakraborty J., Goswami1 R., Laila R., Ahmed S. A., 2012. Pharmacognostic, phytochemical, physicochemical property and antimicrobial activity studies of lemon peel oil *J. Nat. Prod. Plant Resour.*, 2 (3) pp. 431-435.
115. Piacentini Dott. Luigi (1949), *Della Diagnosi Citologica Dei Tumori Metodi – Risultati*, *Tumori Journal*, Volume: 35 issue: 5-6, page(s): 211-228.
116. Subba M. S., Southmithri T. C., Suryanarayana, R. 1967. Antimicrobial action of citrus oils. *Journal of Food Science*, 32, pp. 225-227.
117. Tajkarimi, M. M., Ibrahim, S. A., et Cliver, D. O. Antimicrobial herb and spice compounds in food. *Food Control*, 21 (2010) 1199–1218.
118. Fisher, K. and C.A. Phillips, 2006. The effect of lemon, orange and bergamot essential oils and their components on the survival of *Campylobacter jejuni*, *Escherichia coli* O157, *Listeria monocytogenes*, *Bacillus cereus* and *Staphylococcus aureus* in vitro and in food systems. *J. Appl. Microbiol.*, 101, pp. 1232–1240.
119. Caccioni D. R. L., Guizzardi M., Biondi D. M., Agatino R., Ruberto, G. 1998. Relationship between volatile components of citrus fruit essential oils and

antimicrobial action on *Penicillium digitatum* and *Penicillium italicum*. *International Journal of Food Microbiology*, 43(1e2), pp. 73-79.

120. Belletti N., Nadagijimana M., Sisto C., Guerzoni M. E., Lanciotti, R., Gardini, F. 2004. Evaluation of the antimicrobial activity of citrus essences on *Saccharomyces cerevisiae*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(23), pp. 6932-6938.

121. De Faveri D., Aliakbarian B., Avogadro M., Perego P. et Converti A. 2008. Amélioration d'huile d'olive composés phénoliques contenus par le biais de formulations enzymatiques: *Biochemical Engineering Journal*, 41: pp149-156.

Références par sites web:

- 1) https://encryptedtbn0.gstatic.com/images?q=tbn%3AANd9GcRH_KVWonkvSmzGqZ_fkJxVHNQq88mSpniH9w&usqp=CAU.
- 2) <https://fr.wikipedia.org/wiki/Citronnier>.
- 3) <https://www.wikiwand.com/fr/Citron>.
- 4) <https://rosedragee.wordpress.com/tag/bienfaits/>.
- 5) <https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fsante.journaldesfemmes.fr%2Ffiches-sante-du-quotidien%2F2639995-huile-essentielle-essence-citron-peau-foie-grossesse-cheveu-utilisation-bienfait-posologie-comment-faire>.
- 6) <https://www.google.com/url?sa=i&url=http%3A%2F%2Ftpe-huile-essentielle.e-monsite.com%2Fpages%2Fi-les-differents-procedes-d-extraction-d-une-huile-essentielle%2F6-extraction-par-expression-a-froid-ou-par-pression-a-froid>.
- 7) <https://www.google.com/url?sa=i&url=http%3A%2F%2Ftpe-parfum-2009-2010.e-monsite.com%2Fpages%2Ffabrication-du-parfum%2Fpar-hydrodistillation>.
- 8) <https://www.google.com/url?sa=i&url=http%3A%2F%2Ftpe-huile-essentielle.e-monsite.com%2Fpages%2Fi-les-differents-procedes-d-extraction-d-une-huile-essentielle%2F1-extraction-par-micro-ondes>.
- 9) <https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.hielscher.com%2Ffr%2Fultrasonic-extraction-of-cellular-matter>.
- 10) https://static.comment-economiser.fr/images/photos_astuces/recette-savon-citron-fait-maison-7482.jpg.
- 11) <https://www.lesechoirabulles.com/histoire-de-savon/>.
- 12) <https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.gaiia-shop.com%2Fblog%2Fsavons-naturels%2Fhistoire-du-savon->.
- 13) <https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.toutvert.fr%2Fcomment-fabriquer-du-savon%2F&psig=AOvVaw11LLr3xtEoY0HL1ElJa383&ust=1598983073044000&source=images&cd=vfe&ved=0CAIQjRxxqFwoTCNjc5aeCxusCFQAAAAAdAAAAAAAJ>.
- 14) <https://www.google.com/url?sa>.
- 15) <http://www.savons.org>.
- 16) <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/>.
- 17) https://www.sapone-marsiglia.it/36-home_default/savon-argile-blanche.jpg.
- 18) <http://www.savon-noir.fr>.

- 19) https://cdn.bioalaune.com/img/article/thumb/900x500/28643-le_savon_noir_allie_naturel_pour_tout_nettoyer_dans_la_maison.jpg.
- 20) https://www.maison-du-savon-de-marseille.fr/158-large_default/savon-125gr-au-beurre-de-karite-bio-musc-blanc.jpg.
- 21) <https://i0.wp.com/blog.manomano.fr/wp-content/uploads/2019/04/savon-au-lait-de-ch%C3%A8vre..>
- 22) https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Ffr.wikipedia.org%2Fwiki%2FSavon_Azul_e_Branco.
- 23) <https://www.google.com/url?sa=i&url=http%3A%2F%2Fbrindemelisse.canalblog.com>.
- 24) <https://www.flow-savonnerie.com/img/cms/savon-saponifie-a-froid-marbre.jpg>.
- 25) <https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fmadameparfum.wordpress.com>.
- 26) <https://encryptedtbn0.gstatic.com/images>.
- 27) <https://www.google.com/url?sa=i>.
- 28) <https://www.google.com/imgres>.
- 29) <https://www.delcourt.fr/landing/Savons-d-atelier-pour-mecaniciens>.
- 30) https://catalogue.cellande.fr/240-thickbox_default/meca-beige-savon-atelier-amande.jpg.
- 31) <https://www.girodmedical.com/media/catalog/product/cache/1/image/536x/9df78eab33525d08d6e5fb8d27136e95/s/a/savon-doux-aniosafe-manuclear.jpg>.
- 32) <http://hygiene-et-savon2.e-monsite.com/pages/ii-la-composition-et-le-fonctionnement-du-savon/la-saponification-et-fabrication.html>.
- 33) <https://www.google.com/imgres>.

Annexes

Les annexes

Annexes N° 1: Image de calculateur de saponification en ligne:

CALCULATEUR DE SAPONIFICATION

1 / Choisissez vos huiles et beurres Aroma-Zone en double-cliquant dans la liste déroulante ci-dessous. Vous pouvez également ajouter d'autres huiles et beurres dont vous connaissez l'indice de saponification en les rentrant directement dans les cellules.

2 / Choisissez avec le sélecteur le mode de saisie des huiles : en grammes ou en pourcentage (% total des huiles). Si vous choisissez la saisie en pourcentage, entrez la quantité totale d'huiles et beurres de votre recette en grammes, en bas du tableau.

3 / Indiquez la quantité de chaque huile en pourcentage (du total des huiles) ou en grammes dans la colonne approprié (en blanc).

4 / Entrez la concentration (indiquée sur la bouteille) de votre solution de soude si vous utilisez une préparation de soude liquide.

5 / Si vous souhaitez ajouter une huile ou un beurre en surgraissage additionnel au moment de la trace, vous avez la possibilité d'entrer le pourcentage désiré. Le calculateur vous indiquera la quantité correspondante à ajouter en grammes.

6 / Cliquez sur « Voir les résultats ».

Saisie des huiles en g ▼

Huiles & Beurres Aroma-zone (double clic)	Huiles & beurres	Indice de saponification (KOH moyen)	Indice de saponification (NaOH moyen)	Quantité (g)	% du total des huiles
Agent de texture Acide stéarique					
Beurre végétal Amande BIO					
Beurre végétal Avocat					
Beurre végétal Cacao blanc pastilles BIO					
Beurre végétal Cupuaçu brut					
Beurre végétal Karité					
Beurre végétal Karité brut BIO					
Beurre végétal Karité Nilotica BIO					
Beurre végétal Kokum					
Beurre végétal Kombo					
Beurre végétal Kpangnan brut BIO					
Beurre végétal Mangue BIO					
Beurre végétal Murumuru brut					
Beurre végétal Olive					
Beurre végétal Sal BIO					
Beurre végétal Tucuma					
Cire Abeille (blanche)					
Cire Abeille BIO (jaune)					
Huile végétale Abricot					
Huile végétale Abricot BIO					
Huile végétale Abyssinie					
Huile végétale Açaï d'Amazonie					
Huile végétale Amande douce BIO					
Huile végétale Andiroba BIO					
Huile végétale Argan BIO					
Huile végétale Argousier BIO					
Huile végétale Avocat BIO					
Huile végétale Avoine					
Huile végétale Babassu					

Image de calculateur de saponification en ligne (<https://www.aroma-zone.com/info/calculateur-de-saponification>)

Annexes N° 2. La composition de la Gélose Nutritive

- Extrait de viande 1,0g
- Extrait de levure 2,5g
- Peptone 5,0g
- Chlorure de sodium 5,0g
- Agar 16,5g
- pH = 7,0

Annexe N°3. Les normes adoptées pour classer les savons et détergents (ISO 684-1974).

Type de produit	Savon de ménage			Savon de toilette		Pate de savon
Pourcentage pondéral	Parfumé 1 ^{ère} Hamme	2 ^{ème}	3 ^{ème}	1 ^{ère}	2 ^{ème}	/
Matières grasses animales ou végétales (Min)	62	58	60	78	70	18
Alcali libre (Max)	0.08	0.3	0.3	0.002	0.02	0.02
Humidité (Max)	28	30	28	14	20	55