



Département de Technologie Chimique Industrielle

Rapport de Soutenance

En vue de l'obtention du diplôme

De Licence Professionnelle en :

Génie de la Formulation

Thème

**Suivi d'un procédé de formulation d'un détergent type
liquide-vaisselle à mains « Nedjma »**

Réalisé par :

- KAROUI Fadoua

Encadré par :

- Mme IGGUI Kahina Enseignante / MCB / Université de Bouira

Tuteur de l'entreprise :

- Mme GARMEL Lamia Chef de laboratoire ENAD SHYMECA - Alger -

Corrigé par :

- Mr BELKACEMI Samir Examineur / M.A.A / Université de Bouira
- Mme BETTAYEB Souhila Examineur / M.A.A / Université de Bouira

Remerciements

Tout d'abord, nous remercions Dieu, notre créateur de nous avoir donné la force, la volonté et le courage afin d'accomplir ce modeste travail.

*Je tiens à remercier sincèrement Madame **IGGUI KAHINA**, en tant qu'encadreur professionnel, s'est toujours montré à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation de ce travail, j'exprime mes plus profondes gratitude pour sa gentillesse et le temps précieux qu'elle m'a accordé, sa patience et ses remarques ainsi que ses conseils enrichissants.*

Je tiens également à remercier les membres de Jury pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant d'examiner mon rapport. Je les remercie pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

*Un énorme merci à Madame **GARMEL LAMIA** chef service du laboratoire des analyses physicochimiques de l'entreprise ENAD SHYMECA pour sa gentillesse légendaire et sa grande assistance. Sans oublier de remercier chaleureusement les ingénieurs de laboratoire pour leurs aides, soutient et encouragements tous le long de la formation.*

Mes vifs remerciements s'adressent également, à l'équipe pédagogique de l'Institut de Technologie de Bouira qui nous ont encadrés durant ces trois années, ainsi que tous les enseignants et intervenants qui nous ont transmis leurs connaissances et leurs expériences. Sans oublier les employés de la résidence universitaire BANOUN YUCEF pour leur aide et encouragement.

A nos chers parents et conjoints pour leur aide, leur soutien durant notre travail et à mes chères sœurs, ma famille et mes amis. Enfin je remercie tous ceux qui ont de près ou de loin contribué à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

C'est avec respect et gratitude que je tiens à exprimer toute ma reconnaissance et ma sympathie :

A

*Ma mère et Mon père ; pour leur patience
leur amour et leur confiance en moi.*

A

*Mes bien chères sœurs Ryma et Firdaws ; pour leur aide précieuse et leur persévérance toute
au long de ce travail.*

A

Mes proches amis Maroua ; Imen ; Soumia ; Djihed ; Ahmed ; Ali et Fateh...

A

*Madame IGGUI KAHINA
Qui m'a apporté son aide et qui a contribué à l'élaboration de ce travail*

*Sans oublier mon entraîneur Mr DJEBID SOFIANE ; pour leur aide, soutien et
l'encouragement tout long de mes trois ans à Bouira.*

A

Toute la promotion et tous les étudiants de l'Institut de Technologie de Bouira.

Que Dieu nous garde toujours unis

Sommaire

Liste des abréviations	i
Liste des figures.....	ii
Liste des tableaux.....	iii

Introduction.....	1
-------------------	---

Chapitre I : Partie théorique

I.1. Présentation de l'unité cosmétique de Rouïba SHYMECA	2
I.1.1. Localisation géographique.....	2
I.1.2. Historique	3
I.1.3. Produits fabriqués par l'unité SHYMECA.....	3
I.1.4. Organigramme de l'unité SHYMECA	5
I.2. Généralités sur les tensioactifs.....	6
I.2.1. Définition.....	6
I.2.2. Propriétés de tensioactifs	7
I.2.3. Classification de tensioactifs	9
I.2.4. Pouvoirs de tensioactifs	10
I.3. Produits d'entretien et détergents.....	11
I.3.1. Définition de produits d'entretien.....	11
I.3.2. Types de produits d'entretien	11
I.3.2.1. Désinfectants	11
I.3.2.2. Détergents ou (produits nettoyants)	12
I.3.3. Produits nettoyants pour la vaisselle	17
I.4. Liquide vaisselle à mains « Nedjma »	19
I.4.1. Composition de liquide vaisselle à main « Nedjma »	19
I.4.2. Processus général de fabrication des détergents liquides	21

Chapitre II : Partie expérimentale

II.1. Présentation des produits utilisés dans la formulation de liquide vaisselle « Nedjma »	22
II.1.1. Produits principaux	22
II.1.2. Produits mineurs	23
II.2. Procédé de fabrication de liquide vaisselle « Nedjma »	24
II.2.1. Etapes de préparation de liquide vaisselle « Nedjma » à l'échelle industrielle.....	24
II.2.2. Formulation de liquide vaisselle « Nedjma » au niveau de laboratoire.....	26
II.3. Analyses physicochimiques et contrôle de qualité	28
II.3.1. Teneur en matière active.....	28
II.3.1.1. Matériel et produits utilisés	28
II.3.1.2. Modes opératoires	28
II.3.2. Indice d'acidité	31
II.3.3. Mesure de pH.....	31
II.3.4. Mesure de la densité	32
II.3.5. Mesure de la viscosité.....	33
II.4. Résultats des analyses physicochimiques et contrôle qualité	34
II.4.1. Teneur en matière active.....	34
II.4.2. Indice d'acidité	35
II.4.3. Mesure de pH.....	36
II.4.4. Mesure de la densité	36
II.4.5. Mesure de la viscosité.....	36
II.5. Discussion et interprétation des résultats obtenus	37
Conclusion	39
Références bibliographiques	40

Liste des abréviations

ABS	Alkyl benzène sulfonâtes de sodium.
CMC	Concentration micellaire critique.
cps	Centipoise.
EDTA	Acide éthylène diamino tétracétique.
ENAD	Entreprise Nationale des Détergents et Produits d'Entretien.
ERC	Entreprise De Récupération Centre.
HLB	Hydrophilic-Lipophilic Balance/Équilibre hydrophile-lipophile.
LAS	Alkyl benzène sulfonâtes linéaire.
pH	Potentiel hydrogène.
ppm	Partie par million.
qsp	Quantité suffisante pour.
RN	Route Nationale.
SCS	Cumène sulfonâte de sodium.
SHYMECA	Société d'hygiène ménagère et corporelle de l'Algérois.
SNTF	Société Nationale des Transports Ferroviaires.
STS	Toluène sulfonâte de sodium.
SXS	Xylène sulfonâte de sodium.
TAPHCO	Tassili Arab Pharmaceutical Company/Société pharmaceutique arabe du Tassili.
WC	Water-closet/cabinet d'eau.

Liste des figures

Figure I.1 : Logo de l'unité cosmétique SHYMECA.	2
Figure I.2 : Localisation géographique de l'unité SHYMECA.	2
Figure I.3 : Quelques produits fabriqués par l'unité SHYMECA.	3
Figure I.4 : Organigramme de l'unité cosmétique Rouïba (SHYMECA).	5
Figure I.5 : Représentation schématique d'un tensioactif.	6
Figure I.6 : Tensioactifs couramment utilisés dans les produits détergents.	6
Figure I.7 : Détermination de concentration micellaire critique (Micellisation).	8
Figure I.8 : Echelle de pH de détergents.	13
Figure I.9 : Tablettes pour lave-vaisselle.	17
Figure I.10 : Capsules en gel pour lave-vaisselle.	17
Figure I.11 : Poudre pour lave-vaisselle.	17
Figure I.12 : Schéma de procédé général de fabrication des détergents liquides.	21
Figure II.1 : Apparence de l'acide sulfonique.	22
Figure II.2 : Aspect de comperlan COD.	22
Figure II.3 : Aspect de Lauryl éther sulfate de sodium.	23
Figure II.4 : Schéma représentatif des étapes de fabrication de liquide vaisselle « Nedjma ».	25
Figure II.5 : Dispositif de préparation de liquide vaisselle à mains « Nedjma » au niveau de laboratoire et le produit fini préparé.	27
Figure II.6 : Préparation d'une solution par dissolution.	30
Figure II.7 : Montage de titrage (le dosage).	30
Figure II.8 : Montage de la mesure de densité.	32
Figure II.9 : Mesure de la viscosité de produit fini à l'aide de coupe de viscosité Ford.	33
Figure II.10 : Couleur de la solution titrée avant (gauche) et après (droite) le point d'équivalence.	34

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Gammes de produits fabriqués par l'unité SHYMECA.....	4
Tableau I.2 : Valeurs de HLB et leurs applications associées.....	8
Tableau I.3 : Pouvoirs de tensioactifs et leurs définitions.....	10
Tableau I.4 : Quelques types de salissures et leurs produits avec des exemples de chaque type de produit [12].	14
Tableau I.5 : Composition générale d'un produit pour lavage de vaisselle à mains [14].	18
Tableau I.6 : Tensioactifs existants dans la formule de liquide vaisselle « Nedjma ».	19
Tableau I.7 : Adjuvants existants dans la formule de liquide vaisselle « Nedjma ». .	20
Tableau II.1 : Proportions des composants de la formule de produit liquide vaisselle « Nedjma ».	26
Tableau II.2 : Exigences d'ENAD (SHYMECA) et les résultats obtenus après nos mesures et calculs.	37

Introduction

Introduction

Le nettoyage joue un rôle vital dans notre vie de tous les jours, que ce soit par l'hygiène personnelle ou par l'établissement de normes de propreté environnementale [1]. Il est considéré comme la première ligne de défense contre les maladies et les virus. Pour être efficace, l'opération de nettoyage fait intervenir quatre (04) facteurs principaux : une action mécanique (brosse manuelle ou machine) ; la température de l'eau ; la réaction chimique (utilisation des produits d'entretien et détergents) ; le temps de la réaction chimique.

A cet effet, le secteur de fabrication des produits d'entretien, en particulier les détergents, occupe une large position dans le domaine industriel à l'échelle nationale. Selon le règlement européen (648/2004/EC), les détergents sont des produits contenant des savons et/ou autre agents de surface destinés à des processus de lavage. Ils peuvent se représenter sous les formes suivantes : liquide, poudre, pâte, barre, pièce moulée, brique...etc [2].

En Algérie, il existe plus de quatre-vingt-dix-neuf (+99) entreprises spécialisées dans ce secteur. Parmi eux, le groupe industriel l'ENAD (entreprise nationale de détergents et produits d'entretien), ses activités sont : l'ingénierie, bureaux d'études, parfumerie et cosmétique, produits d'entretien, savons, détergents et lessives. Il est composé de plusieurs filiales de production, à savoir l'unité de Lakhdaria, Sodior (Saïda), SODER (Skikda), Aouinet (Tébessa), complexe de Sour El Ghozlane et SHYMECA (Alger) où j'ai effectué mon stage de fin de cycle de licence professionnelle dans le département de production et service laboratoire physico-chimique. C'est dans cette optique que s'inscrit notre stage qui a comme objectif principal "suivi du procédé de fabrication et formulation d'un liquide-vaisselle à mains « Nedjma ».

Ce travail se fera en deux (02) chapitres :

Le premier chapitre est consacré à la présentation générale de l'unité SHYMECA puis un aperçu bien détaillé sur les tensioactifs et enfin des généralités sur les détergents et produits d'entretien.

Le deuxième chapitre porte sur la présentation du matériel utilisé et les méthodes appliquées dans les analyses de contrôle de qualité et préparation du produit expérimentalement. Ensuite il abordera les résultats expérimentaux.

Chapitre I

Partie théorique

I.1. Présentation de l'unité cosmétique de Rouïba SHYMECA

I.1.1. Localisation géographique

L'unité cosmétique SHYMECA est une unité de production appartenant à la filiale SHYMECA au groupe industriel publique ENAD. Elle est située dans la zone industrielle de Rouïba à 3,5 Km du chef-lieu de la daïra de Rouïba et à 4,5 Km du chef-lieu de la daïra de Rghaïa.

Ses principales limites sont : la voie ferrée reliant Alger à Constantine au Sud, les installations TAPHCO et SNVI à l'Est, l'unité ERC à l'Ouest et à 500 mètres perpendiculairement à la RN 05 au Nord.

Le Logo et la localisation géographique de l'unité SHYMECA sont représentés dans la figure I.1 et figure I.2 :



Figure I.1 : Logo de l'unité cosmétique SHYMECA.

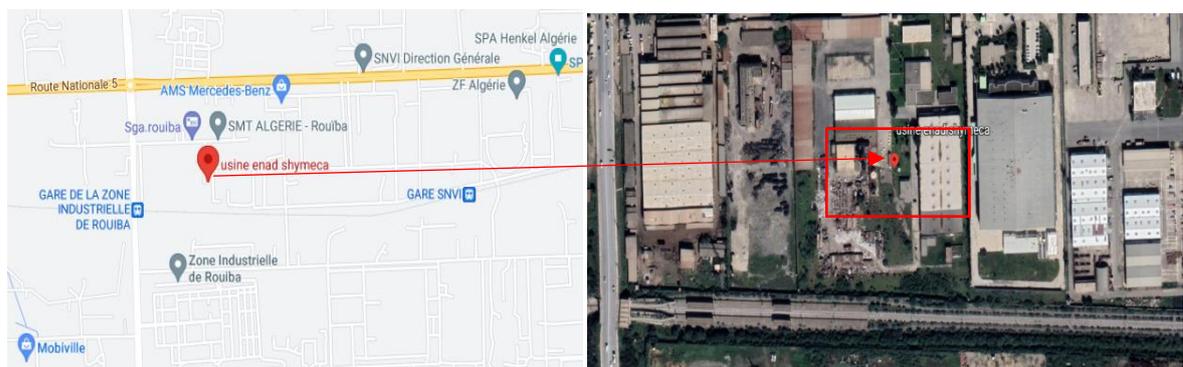


Figure I.2 : Localisation géographique de l'unité SHYMECA.

Source: Google maps; google earth.

I.1.2. Historique

L'unité cosmétique de Rouïba SHYMECA est construite en 1962 par l'association de deux firmes : anglaise (PROTECT) et américaine (GAMBLE). Sa vocation initiale est la fabrication des détergents en poudre. Elle est nationalisée en 1967 et cédée à la société des industries chimiques puis à l'entreprise nationale des détergents et produits d'entretien, suite à la restructuration de la SNIC 1982.

Elle est implantée initialement à Belcourt Alger et dénommée « société nouvelle Azur ville » réintègre le patrimoine de la SNIC en 1974, ses installations on fait l'objet d'un transfert à l'ENAD Rouïba suite à un plan d'aménagement du quartier d'El Hamma initié en 1985.

Après la restructuration de l'ENAD en 1997, l'unité de fabrication cosmétique fait partie, désormais, du patrimoine industriel de SHYMECA « société d'hygiène ménagère et corporelle de l'algérois » filiale du groupe industriel ENAD.

I.1.3. Produits fabriqués par l'unité SHYMECA

Les activités de SHYMECA résident essentiellement dans la fabrication de produits d'hygiène corporelle et cosmétique de très bonne qualité basée sur des normes internationales, dont la surveillance est assurée par ses propres structures laboratoires, que ce soit sur le plan physico-chimique ou bien microbiologique. La figure I.3 et le tableau I.1 résumant quelques produits fabriqués par l'unité SHYMECA.



Figure I.3 : Quelques produits fabriqués par l'unité SHYMECA.

Tableau I.1 : Gammes de produits fabriqués par l'unité SHYMECA.

Les gammes	Les produits
La gamme de rasage	<ul style="list-style-type: none"> - Crème en tubes souples. - Mousse en boitiers aérosols. - After-shave en solution dans des flacons de verre.
La gamme de traitement capillaire	<ul style="list-style-type: none"> - Laque capillaire HASNA 150 mL. - Laque capillaire HASNA 400 mL.
La gamme de dentifrices	<ul style="list-style-type: none"> - Dentifrice en pâte blanche au fluor au format 45 mL. - Dentifrice en gel peppermint au format 45 mL. - Dentifrice en crème blanche au Bi-fluor au format 75 mL.
La gamme de déodorant	<ul style="list-style-type: none"> - Déodorant TCHE-HI au format 100 mL en boitier aérosol.
La gamme de détergents	<ul style="list-style-type: none"> - Liquide vaisselle NEDJMA 650 mL. - Sanibon NEDJMA 1L. - Lave sol NEDJMA 1L.
La gamme de désinfectants	<ul style="list-style-type: none"> - Eau de JAVEL 1L. - Eau de JAVEL concentrée 500 mL. - Gel hydro alcoolique 125 mL. - Solution hydro alcoolique 500 mL.
La gamme automobile	<ul style="list-style-type: none"> - Lave glace 2L/ 5L. - Shampooing 5L. - Polish tableau de bord 500 mL.

I.1.4. Organigramme de l'unité SHYMECA

L'unité SHYMECA est organisée selon l'organigramme montré en figure I.4 :

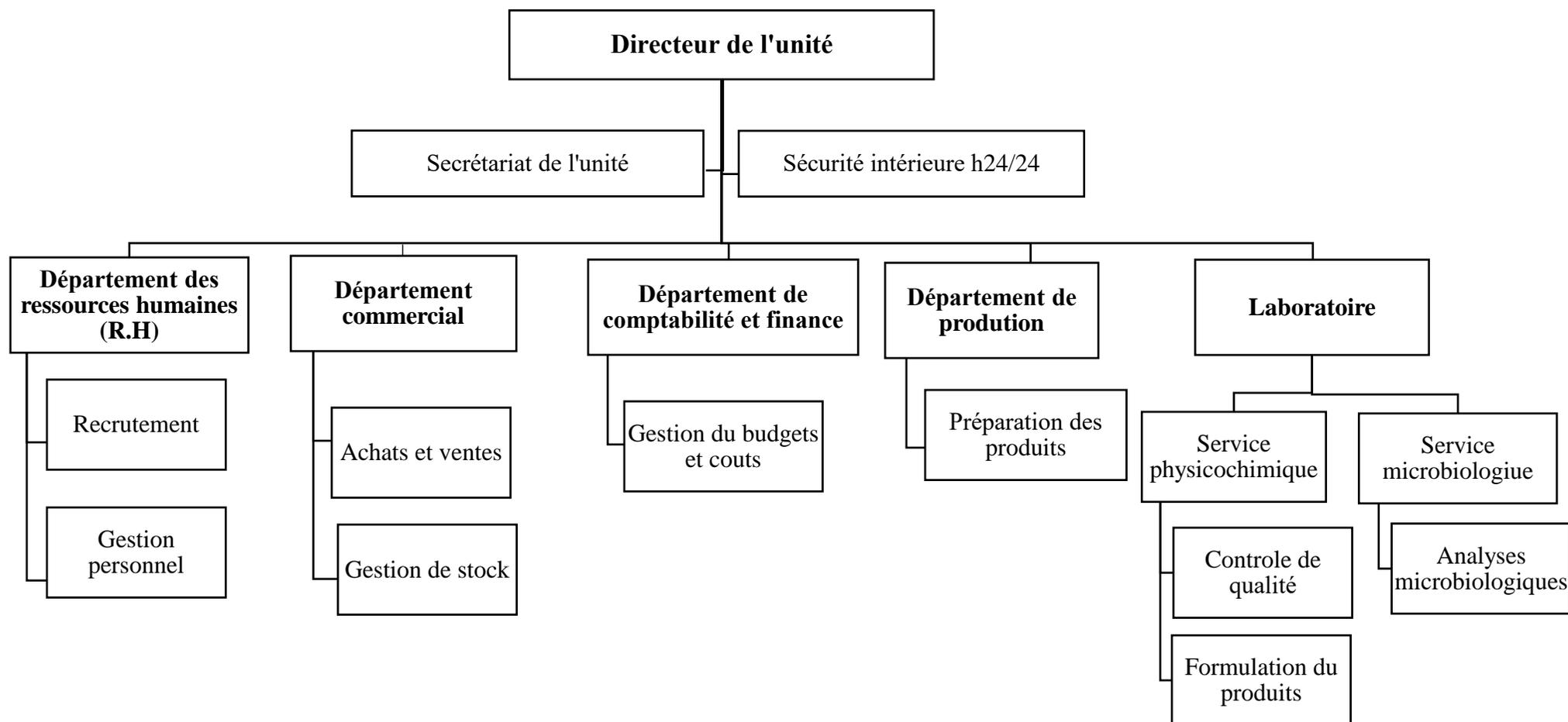


Figure I.4 : Organigramme de l'unité cosmétique Rouïba (SHYMECA).

I.2. Généralités sur les tensioactifs

I.2.1. Définition

Les tensioactifs sont des molécules amphiphiles constituées d'une partie hydrophobe ou lipophile (chaîne grasse présentant de l'affinité pour l'huile) et d'une partie hydrophile (groupement polaire ayant de l'affinité pour l'eau). Comme il est représenté en figure I.5 :

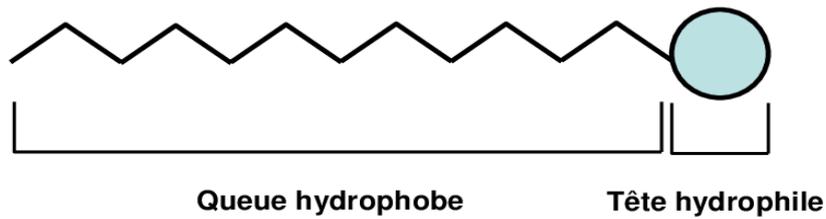


Figure I.5 : Représentation schématique d'un tensioactif.

Ce sont les composants de base dans la formulation des détergents qui leur confèrent le pouvoir nettoyant. En effet, du fait de leur structure, ils ont la propriété de s'adsorber aux interfaces et donc de diminuer les tensions interfaciales et éliminer les impuretés. C'est pourquoi, le terme de détergent est souvent employé abusivement pour désigner les composés tensioactifs [3]. La figure I.6 indique des tensioactifs couramment utilisés dans les détergents.

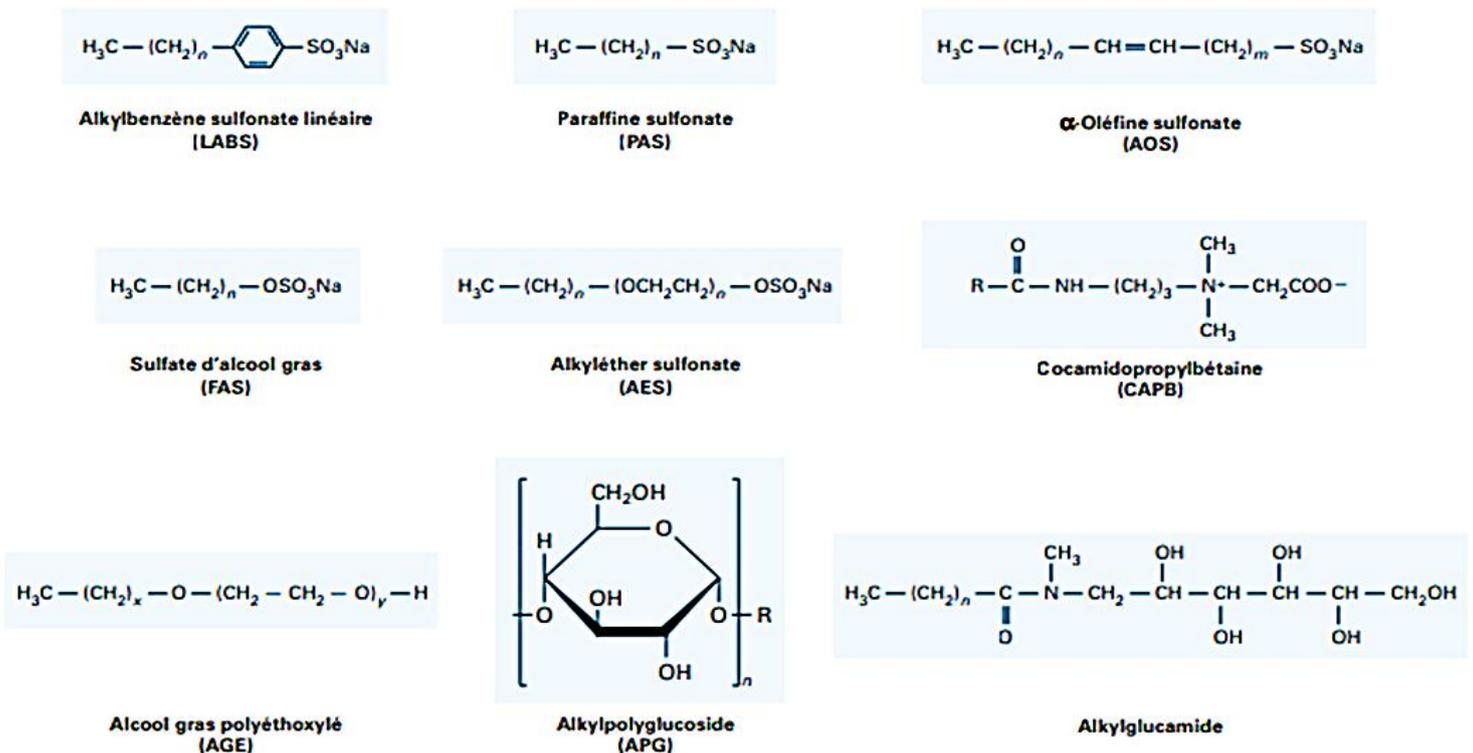


Figure I.6 : Tensioactifs couramment utilisés dans les produits détergents.

I.2.2. Propriétés de tensioactifs

De par leur structure chimique, les tensioactifs se caractérisent par :

I.2.2.1. Tension superficielle

La tension superficielle est un phénomène physico-chimique lié aux interactions moléculaires d'un fluide. Elle résulte de l'augmentation de l'énergie à l'interface entre deux fluides.

À l'échelle macroscopique, cette force agit de façon à minimiser la surface libre en contact avec l'air. Le champ de forces non équilibré à la surface peut être représenté par une quantité d'énergie libre superficielle. L'énergie libre superficielle par unité de surface est appelée tension superficielle.

Dans le cas de deux liquides non miscibles ou d'un solide et d'un liquide, la frontière qui les sépare, appelée interface, a des points communs avec la surface de séparation entre un liquide et un gaz. À chaque unité d'aire, est associée une énergie libre. Cette énergie libre par unité de surface est appelée tension interfaciale [4].

I.2.2.2. Balance hydrophile – lipophile (HLB)

La HLB est une méthode, proposée en 1949 par Griffin, qui permet de chiffrer l'équilibre existant entre la partie hydrophile et la partie lipophile de la molécule de tensioactif, équilibre lié à la solubilité dans l'eau. Plus la valeur est élevée, plus la solubilité dans l'eau est grande.

$$HLB = \sum HLB_{Groupes\ hydrophiles} - \sum HLB_{Groupes\ lipophiles} + 7$$

Avec $0 \leq HLB \leq 20$

HLB = 0 : Tensio-actif totalement lipophile.

HLB = 20 : Tensio-actif totalement hydrophile.

$0 < HLB < 10$: Tensio-actif lipophile.

$10 < HLB < 20$: Tensio-actif hydrophile.

La connaissance de valeurs de HLB permet d'indiquer le domaine d'application du tensio-actif. Le tableau I.2 ci-dessous introduit les fonctions des tensioactifs associées aux valeurs de HLB.

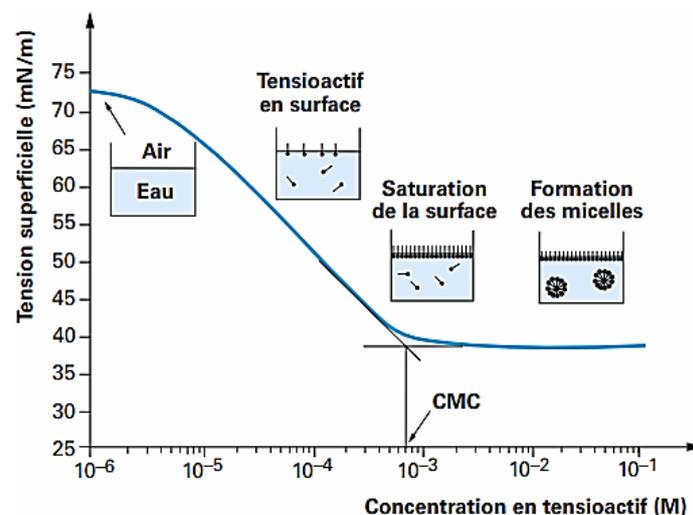
Tableau I.2 : Valeurs de HLB et leurs applications associées.

Valeurs HLB	Application (fonctions)
1,5 – 3	Anti-mousse
4 – 6	Emulsifiant pour l'eau dans l'huile
7 – 9	Agent mouillant
10 – 13	Emulsifiant pour l'huile dans l'eau
14 – 15	Détergent
16 – 18	Solubilisant

I.2.2.3. Concentration micellaire critique (CMC)

La CMC est définie comme étant la concentration au-delà de laquelle les molécules de tensioactifs s'auto associent et s'arrangent sous forme d'agrégats particuliers appelés micelles. A la CMC, de nombreuses propriétés physico-chimiques subissent une brusque discontinuité. La valeur de la CMC mesurée varie légèrement suivant la méthode retenue pour la déterminer.

Expérimentalement, la CMC est déterminée par une rupture de pente sur une courbe représentant la variation d'une propriété en fonction de la concentration en tensioactif. La connaissance de cette valeur permet donc de prévoir certains domaines d'applications pratiques de ces molécules.

**Figure I.7 :** Détermination de concentration micellaire critique (Micellisation).

I.2.2.4. Point de trouble

C'est une propriété qui caractérise les tensioactifs non-ioniques, c'est la température de l'apparition d'un déphasage (trouble), il est proportionnel à la longueur des chaînes hydrophiles et hydrophobes. Le point de trouble est très sensible aux impuretés.

I.2.3. Classification de tensioactifs

Les tensioactifs sont classés selon la nature de leur pôle hydrophile en quatre grandes familles : les tensioactifs anioniques chargés négativement, les cationiques chargés positivement, les zwitterioniques possédant à la fois une charge positive et une charge négative et les non ioniques, non chargés [5].

- **Tensioactifs anioniques** : ils comportent un groupement ionique chargé négativement en solution aqueuse. Ce sont les agents tensioactifs les plus utilisés industriellement.

- **Tensioactifs cationiques** : ils comportent un groupement ionique chargé positivement en solution aqueuse. Ce sont généralement des sels d'amine.

- **Tensioactifs non ioniques** : ce sont des groupements fonctionnels non chargés, non ionisables en solution aqueuse (alcool, éther, ester, amide) contenant des hétéroatomes tels que l'azote ou l'oxygène. La solubilité dans l'eau est assurée par la formation de liaisons hydrogène entre les molécules d'eau et certaines fonctions de la partie hydrophile : phénomène de solvation ou d'hydratation.

- **Amphotères** : ce sont des composés dont la charge dépend du pH. En milieu acide, ils se comportent comme des tensioactifs cationiques tandis qu'en milieu basique, ils sont chargés négativement. Pour des pH intermédiaires, notamment le pH isoélectrique, ils peuvent présenter une structure bipolaire et se comporter alors comme un tensioactif non ionique. Certains tensioactifs sont dits zwitterioniques, dans ce cas, ils présentent une structure bipolaire quelle que soit la valeur du pH.

I.2.4. Pouvoirs de tensioactifs

Les tensio-actifs sont dénommés selon la fonction qu'ils remplissent, c'est-à-dire les pouvoirs qu'ils ont au : mouillage, à la détertion, au moussage, à la dispersion et à l'émulsion. Le tableau I.3 ci-dessous représente ces fonctions et leurs définitions.

Tableau I.3 : Pouvoirs de tensioactifs et leurs définitions.

Pouvoirs de tensioactifs	Définitions
Pouvoir mouillant	Le mouillage c'est l'étalement d'un liquide sur un solide et la pénétration dans les substances poreuses.
Pouvoir détergent (la détertion)	La détertion est l'élimination des salissures rencontrées à la surface à l'aide d'une solution aqueuse.
Pouvoir moussant	La mousse est un film dans lequel le tensioactif est adsorbé aux deux interfaces eau/air formant une double couche. La mousse empêche la redéposition d'une salissure en l'entraînant à la surface.
Pouvoir émulsifiant	La formation d'une émulsion par dispersion d'un liquide dans un autre liquide non miscible et les maintenir en suspension.
Solubilisation	Les tensioactifs ont la propriété de dissoudre les liquides organiques insolubles dans l'eau. Cette solubilisation résulte de l'enveloppement de ces derniers par les micelles suivant l'orientation préférentielle des tensioactifs.
Pouvoir dispersant (dispersif)	La capacité de maintenir les particules solides en suspension dans un liquide pour éviter leur agrégation.

Comme les tensioactifs sont les composés de base des produits d'entretien et des détergents, nous avons jugé nécessaire d'élargir nos connaissances sur ces agents nettoyants. Dans ce qui suit une partie théorique sera destinée à la présentation des généralités sur cette classe de produits les plus utilisés industriellement. Ainsi dans notre travail pratique nous nous sommes intéressés au suivi du procédé d'élaboration d'un détergent type liquide vaisselle.

I.3. Produits d'entretien et détergents

I.3.1. Définition de produits d'entretien

Les produits d'entretien ménagers ont principalement pour fonction de nettoyer les surfaces dures. Leur composition est plus ou moins complexe. Ils contiennent toujours des agents de surface, encore appelés tensioactifs ou surfactifs, qui permettent l'élimination des salissures, associés à divers additifs variant selon l'application : des acides utilisés comme détartrants et antirouille, des bases qui exhalent l'activité des savons et dissolvent les graisses par hydrolyse, des agents complexants utilisés pour leur action anticalcaire, des adjuvants divers comme les enzymes, les agents de blanchiment, les azurants optiques, les désinfectants et antiseptiques, les conservateurs, les abrasifs, les solvants, les parfums...[6].

I.3.2. Types de produits d'entretien

Les produits d'entretien se différencient suivant leur spécificité d'utilisation, les lieux où ils sont utilisés, le matériel à nettoyer et le type de salissure. Par exemple, il y'a les produits : javelissants, dégraissants, détachants, détartrants, désinfectants, désodorisants, lustrants, etc.

L'ensemble des produits d'entretien relèvent de deux familles principales :

I.3.2.1. Désinfectants

Les produits de nettoyage désinfectants visent à réduire le nombre de micro-organismes (microbes) à un niveau acceptable pour l'être humain.

Les désinfectants appartiennent eux-mêmes à la famille des biocides. Il existe plusieurs sortes de désinfectants ayant chacun un spectre d'action [7].

- Les désinfectants bactéricides qui tuent les bactéries.
- Les désinfectants levuricides qui tuent les levures.
- Les désinfectants fongicides qui tuent les champignons (levures et moisissures).
- Les désinfectants sporicides qui tuent les spores bactériennes.
- Les désinfectants virucides qui inactivent les virus.

I.3.2.2. Détergents ou (produits nettoyants)

1. Définition de détergence-détergents

La détergence est le processus correspondant à la séparation des salissures de leur substrat, par mise en solution ou en dispersion ou en suspension. De ce fait, elle a pour effet le nettoyage des surfaces divers, et pour ceci elle fait intervenir plusieurs phénomènes physico-chimiques [8] (Il est dû à la présence de molécules amphiphiles).

La détergence, au sens large, implique plusieurs mécanismes plus ou moins interdépendants. Ces mécanismes sont basés sur des phénomènes de mouillabilité, d'adsorption aux interfaces liquide/solide, d'émulsification, de solubilisation et de dispersion dans le produit d'entretien. Elle est donc un processus complexe et la fonction particulière de chacun des ingrédients de la formulation est souvent difficile à cerner. Néanmoins, chaque ingrédient de la formule remplit soit une fonction d'usage principale (nettoyer ou laver) soit une fonction secondaire (conserver la souplesse, restaurer l'éclat des couleurs, empêcher le transfert des couleurs...) ou tertiaire (odeur de frais après le lavage, respect de l'environnement...) [9].

Les détergents (produits nettoyants) assurent une propreté visuelle et un cadre agréable pour les personnes (odeur, hygiène, sécurité, confort).

Les produits détergents sont des produits de nettoyage possédant le pouvoir de détergence. C'est le phénomène par lequel des souillures adhérentes à des surfaces sont enlevées et mises en suspension ou en solution pour éviter leur redéposition, suivant un processus impliquant une action physico-chimique [10].

2. Historique de détergents

Le détergent le plus ancien est le savon, connu par les sumériens depuis 2500 avant Jésus-Christ. Les premiers détergents synthétiques (qui composent la base des produits d'entretien du commerce) apparurent pendant la première guerre mondiale en Allemagne en raison de la pénurie de corps gras.

Dans l'entre-deux-guerres, ils sont produits industriellement à partir de cendres de hêtres et de suif de chèvre, remplacé deux siècles plus tard par l'huile d'olive. En 1823, le chimiste français Eugène Chevreul (1786-1889) découvrit que le savon résulte d'une réaction chimique entre les alcalis et les triglycérides, la saponification. De nombreuses fabriques se développèrent alors dans la région méditerranéenne et le célèbre « savon de Marseille » vit le jour. Au début du XXe siècle, les premières formules de détergents contenant à la fois du silicate de sodium pour adoucir l'eau et du perborate de sodium pour éliminer les taches colorées furent réalisées en Allemagne. Par la suite, furent élaborés des produits de synthèse tels que les sulfates d'alcools gras. Pendant la seconde guerre mondiale, la pénurie de graisses animales et végétales favorise le développement des produits dérivés du pétrole. En 1946 apparut une nouvelle matière première, l'alkyl benzène sulfonâtes de sodium (ABS), qui devint le tensioactif de synthèse le plus « célèbre » après le savon. D'autres molécules, comme les alcools gras polyéthoxylés, furent ensuite développées. Au début des années 1960, sous la pression écologique, l'ABS, peu biodégradable, fut remplacé par l'alkyl benzène sulfonâtes linéaire ou (LAS) [11].

3. Classification de détergents (produits nettoyants)

Ces produits sont classés suivant leur indice de pH (potentiel hydrogène) sur une échelle comprenant : acide, neutre, et basique (ou alcalin).

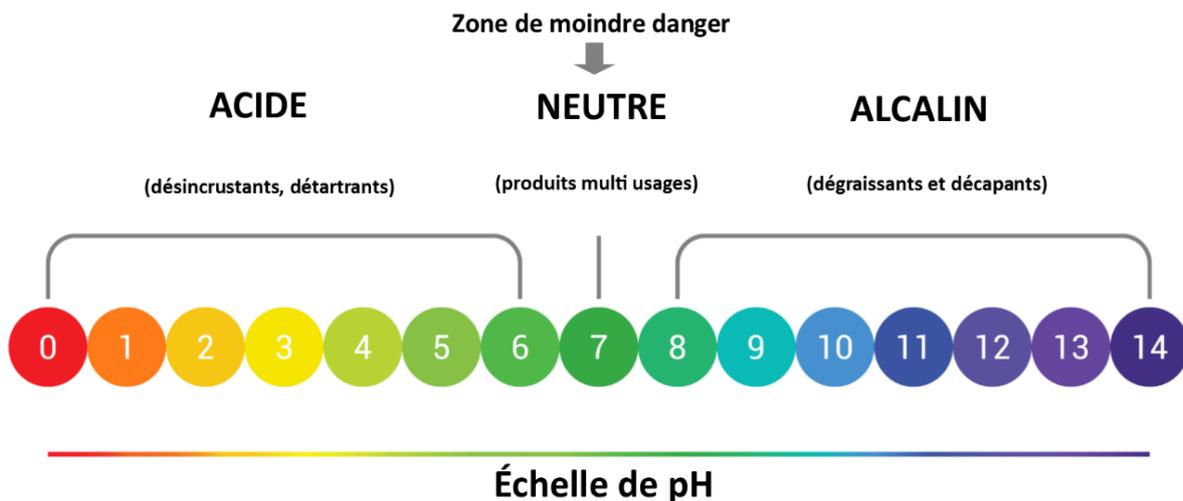


Figure I.8 : Echelle de pH de détergents.

Ce classement détermine le type d'utilisation du produit : détergents acides (désincrustants, détartrants) ; détergents neutres (produits multi usages) ; détergents alcalins (dégraissants et décapants).

Le tableau I.4 résume les types de salissures avec leurs détergents associés.

Tableau I.4 : Quelques types de salissures et leurs produits avec des exemples de chaque type de produit [12].

Type de salissure	Type de produit	Le pH de produit	Exemple
Calcaire/Tartre	Détartrant	Acide fort ($0 < \text{pH} < 2$)	Gel détartrant WC
Voiles de ciment	Désincrustant	Acide faible ($2 < \text{pH} < 5$)	Vinaigre
Salissures minérales	Produits multi usage	Neutre ($5 < \text{pH} < 7$) ou ($7 < \text{pH} < 9$)	Produits lave- vaisselle
Salissures non incrustées			Produits lave- vitres
Salissures organiques non incrustées			Produits multi surface
Salissures organiques incrustées	Dégraissant	Alcalin ($9 < \text{pH} < 12$)	Produits lave- vaisselle Lessive cristaux de soude
Ancienne couches d'émulsion	Décapant	Alcalin fort ($13 < \text{pH} < 14$)	Décapant émulsion Décapant fort

4. Composition chimique de détergents

Les détergents sont constitués principalement des agents de surface (tensioactifs) associés à divers additifs variant selon l'application tels que : les adjuvants et les additifs.

a. Adjuvants

Ils sont surtout des sels minéraux dont le rôle est d'inactiver les ions responsables de la dureté de l'eau. Ils ont aussi un effet de correction du pH. Ils améliorent ainsi les propriétés dispersantes et émulsionnantes de la solution détergente. Ils agissent peu sur ses capacités d'antiredéposition.

1) Agents oxydants : ils améliorent sensiblement les capacités de détergence d'une solution en libérant de l'oxygène ou du chlore actifs qui s'attaque aux souillures. Parmi les générateurs d'oxygène actif, l'hypochlorite de sodium (eau de javel) est le plus connu et utilisé. Son efficacité est réduite aux températures élevées. Il est conseillé d'utiliser à froid les solutions détergentes qui contiennent du NaOCl. Les autres générateurs d'oxygène actif sont des peroxydes : eau oxygénée, perborate de Na, percarbonate de Na, etc.

2) Séquestrants : ils sont des composés organiques utilisés pour adoucir l'eau et capturer les ions métalliques susceptibles de précipiter et se déposer sur les surfaces. Parmi les agents séquestrants, le plus ancien et le plus connu est l'EDTA (acide éthylène diamino tétracétique) On peut aussi citer les dérivés de l'acide gluconique et ceux de l'acide glucoheptonique et de l'acide phosphonique.

3) Enzymes : beaucoup de solutions détergentes possèdent des enzymes : protéases (subtilisine), lipases, amylases, etc. Ces enzymes agissent à basse température à la condition qu'elles ne soient pas hydrolysées du fait des conditions d'emploi de la solution détergente et des produits qui la compose.

4) Echangeurs d'ions : ils fonctionnent en échangeant les ions sodium avec les ions calcium et magnésium :

- **Zéolites :** ce sont les aluminosilicates de sodium ($\text{Al}_2\text{O}_3, \text{Na}_2\text{O}, 2\text{SiO}_2, 4,5\text{H}_2\text{O}$). Ils sont insolubles, utilisés dans les lessives, en combinaison avec les agents complexants. Ils remplacent les phosphates dans les pays qui les interdisent.

- **Silicates lamellaires :** disilicate de sodium et métasilicate de sodium.

5) Stabilisateurs : la stabilité et la viscosité des produits sont contrôlées grâce à l'introduction d'agents hydrotropes qui favorisent la solubilisation des ingrédients peu solubles : le xylène sulfonate de sodium (SXS), le toluène sulfonate de sodium (STS), le cumène sulfonate de sodium (SCS), l'urée, les alcools comme l'éthanol.

6) Acides : les acides sont utilisés pour stabiliser le taux d'acidité, pour dissoudre les dépôts calcaires et dans certains cas, pour enlever certaines tâches spécifiques. Les acides utilisés dans les détergents sont, entre autres, l'acide acétique, l'acide citrique, l'acide chlorhydrique, l'acide phosphorique, l'acide oxalique....

7) Alcalis : dans les produits d'entretien, les matières alcalines stabilisent le degré d'acidité des solutions de lavage ce qui permet entre autre d'augmenter l'efficacité de certains détergents. Les matières alcalines utilisées dans la fabrication des détergents sont principalement l'ammoniaque, la soude caustique, le silicate de sodium et le carbonate de sodium.

b. Additifs (les auxiliaires)

1) Parfums : Ils n'amènent rien au niveau performance mais ils renforcent les ventes du détergent et rendent l'utilisation agréable. Les parfums qui sont des produits volatils (Huile essentielle, extrait aromatique) ont pour rôle d'apporter une odeur fraîche et naturelle. Ils masquent les odeurs désagréables des salissures et de certains ingrédients du détergent.

2) Colorants : Des colorants sont présents dans la plupart des produits. Ils distinguent les produits entre eux et les rendent visuellement attractifs. La concentration en colorants est en général assez faible (0,005 à 0,01 %).

3) Eau : C'est le solvant utilisé dans la formulation des détergents, ajoutée pour la dissolution des ingrédients et pour obtenir le volume désiré (qsp 100%). Dans la pluparts des formulations on utilise l'eau potable, mais parfois l'eau peut être traitée : adoucie, distillée.

I.3.3. Produits nettoyants pour la vaisselle

Les détergents à vaisselle et les produits de nettoyage des surfaces dures sont des composants importants pour les surfactants. Ces produits efficaces, rapides et hygiéniques facilitent les opérations de ménage, le nettoyage économique des ustensiles de cuisine, de la table, dans les restaurants et cafétérias et le nettoyage des bureaux, écoles, hôpitaux et magasins. Le lavage des ustensiles de cuisine implique principalement l'élimination des résidus de matières alimentaires. Le degré de nettoyage est atteint par l'action conjointe des produits de nettoyage, la température, le temps et le support mécanique, réalisé soit par une personne soit par une machine [13].

Les produits pour nettoyage de la vaisselle sont classés selon la manière de lavage des ustensiles de cuisine qu'elle est réalisée soit manuellement (à mains) ou automatiquement (en machine) et chaque manière a des formes de produits différentes.

I.3.3.1. Produits pour laver la vaisselle en machine

Pour un lavage efficace il est recommandé d'utiliser à la fois :

- **Produit nettoyant vaisselle** (tablette, poudre, capsule en gel).
- **Sel régénérant** (permettant de lutter contre la dureté et le calcaire de l'eau).
- **Produit de rinçage** (éliminant les résidus susceptibles de s'incruster sur la vaisselle une fois le lavage terminé et accélérant le séchage).



Figure I.9 : Tablettes pour lave-vaisselle. **Figure I.10** : Capsules en gel pour lave-vaisselle.



Figure I.11 : Poudre pour lave-vaisselle.

I.3.3.2. Produits pour la vaisselle à mains

Dans ce type, on a seulement les liquides vaisselles grâce à ses caractéristiques : une mousse savonneuse durable, un pouvoir nettoyant suffisant, doux pour les mains et sûr pour la vaisselle et les autres articles lavables, stables en entreposage, une odeur et une apparence agréables et se présentent dans un emballage pratique permettant de les verser facilement. Leur composition générale est introduite dans le tableau I.5.

Tableau I.5 : Composition générale d'un produit pour lavage de vaisselle à mains [14].

Ingrédients	Pourcentage (% massique)	Rôles
		Détergent, mouillant et moussant
Tensioactifs anioniques	10 à 30	Emulsionnent les graisses Action antiredéposition
Tensioactifs non ioniques	2 à 5	Détergent Stabilisent la mousse et améliorent la dispersion des salissures
Tensioactifs amphotères	1 à 5	Fort pouvoir moussant Améliorent la solubilité du produit et la tolérance pour la peau
Stabilisateurs	0 à 10	Règlent la viscosité du produit et stabilisent la mousse
Acides	0 à 2	Ajusteur de pH (neutre)
Conservateurs	0 à 1	Evitent la contamination bactériologique
Parfums et colorants	0 à 2	Améliorent les propriétés organoleptiques du produit
Autres additifs	0 à 3	Apportent des propriétés spécifiques au produit
Eau	qsp 100	-

I.4. Liquide vaisselle à mains « Nedjma »

I.4.1. Composition de liquide vaisselle à main « Nedjma »

Ce produit est une préparation d'ensemble d'ingrédients dans l'eau avec des doses convenables, ça formulation est introduite dans les tableaux suivants :

Tableau I.6 : Tensioactifs existants dans la formule de liquide vaisselle « Nedjma ».

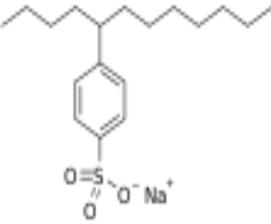
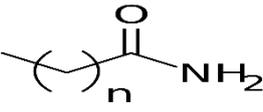
Ingrédients	Formule chimique	Autre noms	Spécifications
Acide sulfonique	$C_{12}H_{25}C_6H_4SO_3Na$ 	Dodecyl benzene sulfonate de sodium	<ul style="list-style-type: none"> - Tensioactif anionique - Aspect : liquide marron, homogène et visqueux - Teneur en matière active : 96% min - Indice d'acide : 182 ± 3 mg KOH/g - Densité à 50°C : 1,03 kg/L - Viscosité à 50°C : 300 cps
Comperlan COD	$CH_3(CH_2)_nC(=O)N(CH_2CH_2OH)_2$ 	Diethanolamide d'acide gras de coprah Cocamide DEA	<ul style="list-style-type: none"> - Tensioactif non ionique - Aspect : liquide limpide - Odeur : faible odeur intrinsèque - Couleur : jaune clair - Teneur en eau : max 0,5% - pH (en solution aqueuse à 2%) : 9 - 11 - Solubilité : parfaitement soluble dans les alcools à poids moléculaire faibles et élevés. Dans l'eau, il forme une solution opaque légèrement trouble
Texapon N70	$CH_3(CH_2)_{10}CH_2(OCH_2CH_2)_nOSO_3Na$ 	Lauryl éther sulfate de sodium	<ul style="list-style-type: none"> - Tensioactif anionique - Matière active anionique : 68 – 73% - Composés surfactant : 1,780 meq.L/g.min - Chlorure de sodium : 0.3% - pH (en solution aqueuse à 3%) à 20°C : 7 - 9 - Densité à 20°C : 1,10 g/cm³ - Viscosité à 30° : 8000 mPa.s

Tableau I.7 : Adjuvants existants dans la formule de liquide vaisselle « Nedjma ».

Ingrédients	Formule chimique	Autre noms	Spécifications
Glycérine	$C_3H_8O_3$	Glycérol Propane triol 1,2,3	<ul style="list-style-type: none"> - Aspect : liquide visqueux incolore très hygroscopique, inodore, onctueux au toucher de saveur chaude peu sucrée - Masse volumique à 20°C : 1,2627 g/mL - Indice de réfraction à 20°C : 1,4728 - Teneur en glycérol : 99% min - Teneur en eau : 1% max - Température d'ébullition : 290°C - Soluble en toutes proportions dans l'eau et l'alcool éthylique - Insoluble dans l'oxyde d'éthyle, l'éther de pétrole et le chloroforme
Soude caustique	NaOH	Hydroxyde de Sodium	<ul style="list-style-type: none"> - Aspect : perles fines, écailles ou pastilles blanches - Alcalinité totale : 99% min - Alcalinité caustique : $\geq 98.5\%$ - Métaux lourds (Ag) : 20 ppm max - NaCl : 0,1% max - Na_2SO_3 : 0,4% max
Formol	CH_2O	Formaldéhyde	<ul style="list-style-type: none"> - Aspect : liquide - Couleur : incolore - Odeur : caractéristique (piquante) - Densité à 20°C : 1,08 – 1,09 g/mL - Pureté (teneur en formaldéhyde) : 37% min - Miscibilité : à l'eau, éthanol, méthanol et acétone - Acidité en acide formique : 0,04 – 0,05%

Et les **additifs** ou les **auxiliaires** qui sont : le parfum (l'extrait aromatique de citron), le colorant jaune tartrazine et l'eau.

I.4.2. Processus général de fabrication des détergents liquides

La fabrication des détergents liquides comprend toute une série d'opérations de transformation et de conditionnement. Schéma de procédé général de fabrication des détergents liquides est représenté en figure I.12 :

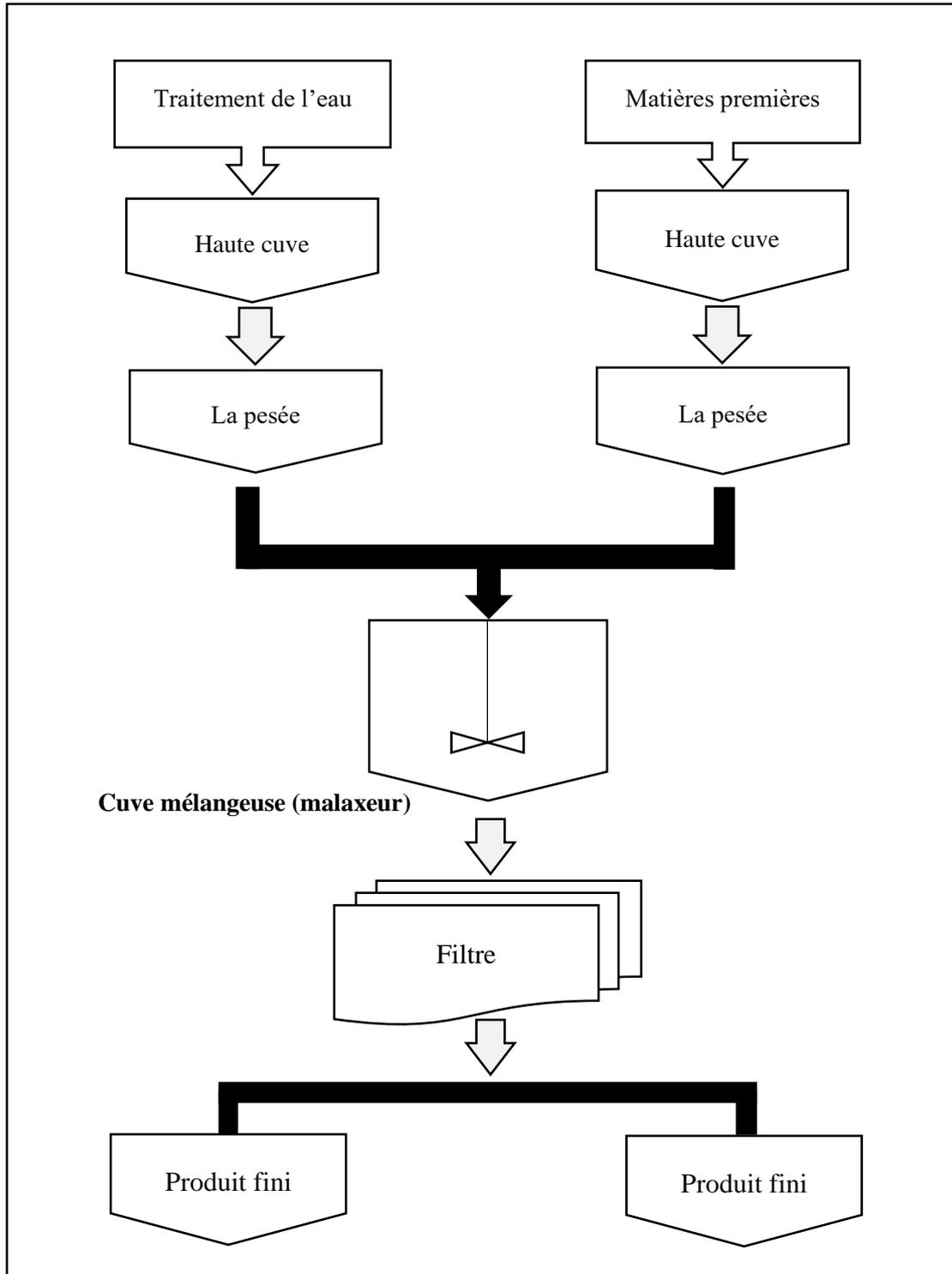


Figure I.12 : Schéma de procédé général de fabrication des détergents liquides.

Chapitre II

Partie expérimentale

II.1. Présentation des produits utilisés dans la formulation de liquide vaisselle « Nedjma »

II.1.1. Produits principaux

La formule de liquide vaisselle « Nedjma » contient les ingrédients suivants :

- **Acide sulfonique ($C_{18}H_{29}NaO_3S$)** : un tensioactif anionique qui est un ingrédient clé des détergents en poudre et liquides. Il a le pouvoir moussant et émulsifiant. L'apparence de l'acide sulfonique est illustrée en figure II.1 :



Figure II.1 : Apparence de l'acide sulfonique.

- **Comperlan COD ($CH_3(CH_2)_{10}CONH_2$)** : est un tensioactif non ionique facilement biodégradable qui possède de bonnes propriétés de mouillage, de décontamination et de dispersion et des performances antistatiques. Il a une bonne tolérance à l'eau dure. Lorsqu'il est utilisé avec des tensioactifs primaires, la capacité de moussage s'améliore considérablement et la mousse produite est beaucoup plus stable [15]. L'aspect de comperlan COD est illustré en figure II.2 :



Figure II.2 : Aspect de comperlan COD.

- **Texapon N70 ($CH_3(CH_2)_{11}(OCH_2CH_2)_nOSO_3Na$)** : c'est un tensioactif anionique très utilisé dans la fabrication des détergents liquides. Il a généralement une meilleure capacité de moussage et une stabilité de mousse plus longue dans l'eau dure par rapport aux tensioactifs anioniques [16]. La figure II.3 montre l'aspect de Lauryl éther sulfate de sodium.



Figure II.3 : Aspect de Lauryl éther sulfate de sodium.

- **Soude caustique (Hydroxyde de Sodium) :** ce composé est utilisé pour la neutralisation de l'acide sulfonique et pour la correction de pH.

II.1.2. Produits mineurs

- **Glycérine (Glycérol) :** c'est un agent protecteur et émollient (qui adoucit la peau) et un actif hydratant et humectant qui limite les pertes d'humidité pendant le lavage et améliore durablement l'élasticité de la peau.

La peau va donc être lissée, plus élastique, voire même protégée des agressions extérieures [17].

- **Formol (Formaldéhyde) :** Il est largement utilisé pour la désinfection. C'est un produit très rémanent et possédant un fort pouvoir de pénétration dans les matériaux poreux. Aussi, il est utilisé comme fixateur et conservateur dans la fabrication des produits ménagers.
- **Parfum (Extrait aromatique de citron) :** il donne une odeur fraîche et élimine les odeurs de certains ingrédients.
- **Colorant (Jaune tartrazine) :** la tartrazine est un composé azoïque. C'est une poudre orange très soluble dans l'eau. Elle donne une couleur attirante pour les consommateurs.
- **Sel alimentaire (Chlorure de sodium) :** il est utilisé pour ajuster la viscosité de produit (besoin d'un liquide visqueux).
- **Eau distillée :** c'est le composé majoritaire dans la formule des détergents liquides, sa proportion est environ (80% - 90%) de la formule.

II.2. Procédé de fabrication de liquide vaisselle « Nedjma »

II.2.1. Etapes de préparation de liquide vaisselle « Nedjma » à l'échelle industrielle

1) Etape n° 01

La première étape c'est la réaction de neutralisation entre l'acide sulfonique et la soude caustique en présence d'eau sous l'agitation.

2) Etape n° 02

La deuxième étape c'est l'ajout de la quantité suffisante de l'eau, Texapon N70 et Comperlan COD sous l'agitation jusqu'à l'homogénéisation totale.

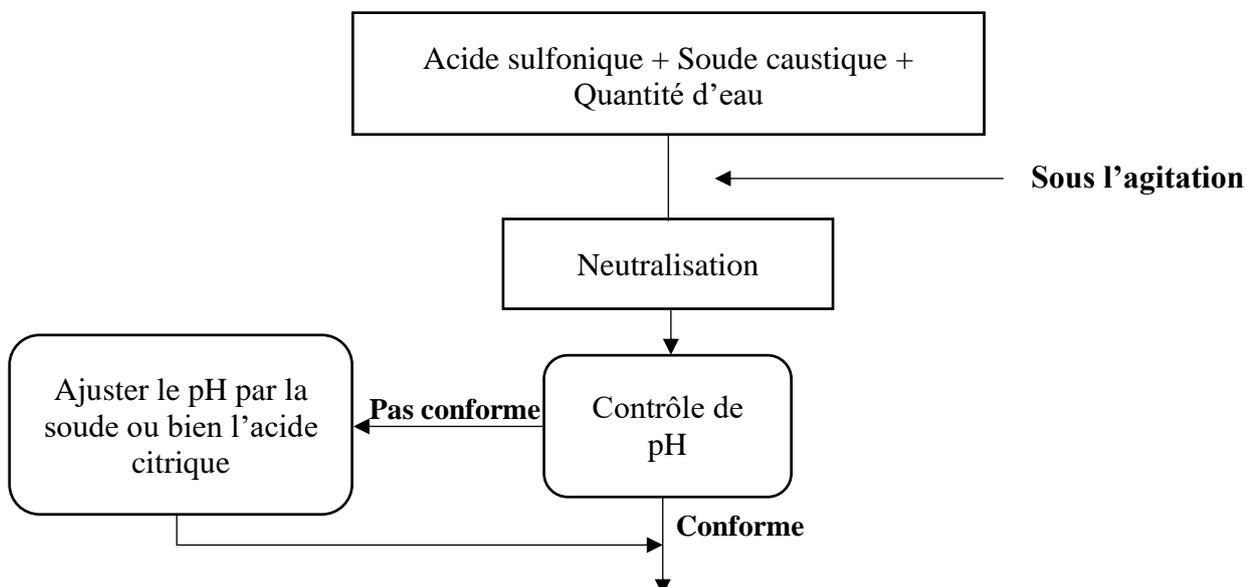
3) Etape n° 03

Cette étape consiste à ajouter la glycérine, le formol, compléter avec l'eau, le colorant jaune de tartrazine et le parfum citron, puis attendre l'homogénéisation.

4) Etape n° 04

La dernière étape c'est l'ajout d'une quantité de sel alimentaire (NaCl) pour faire augmenter la viscosité de notre détergent.

La figure II.4 montre le schéma représentatif des étapes de procédé de fabrication de notre produit à l'échelle industrielle.



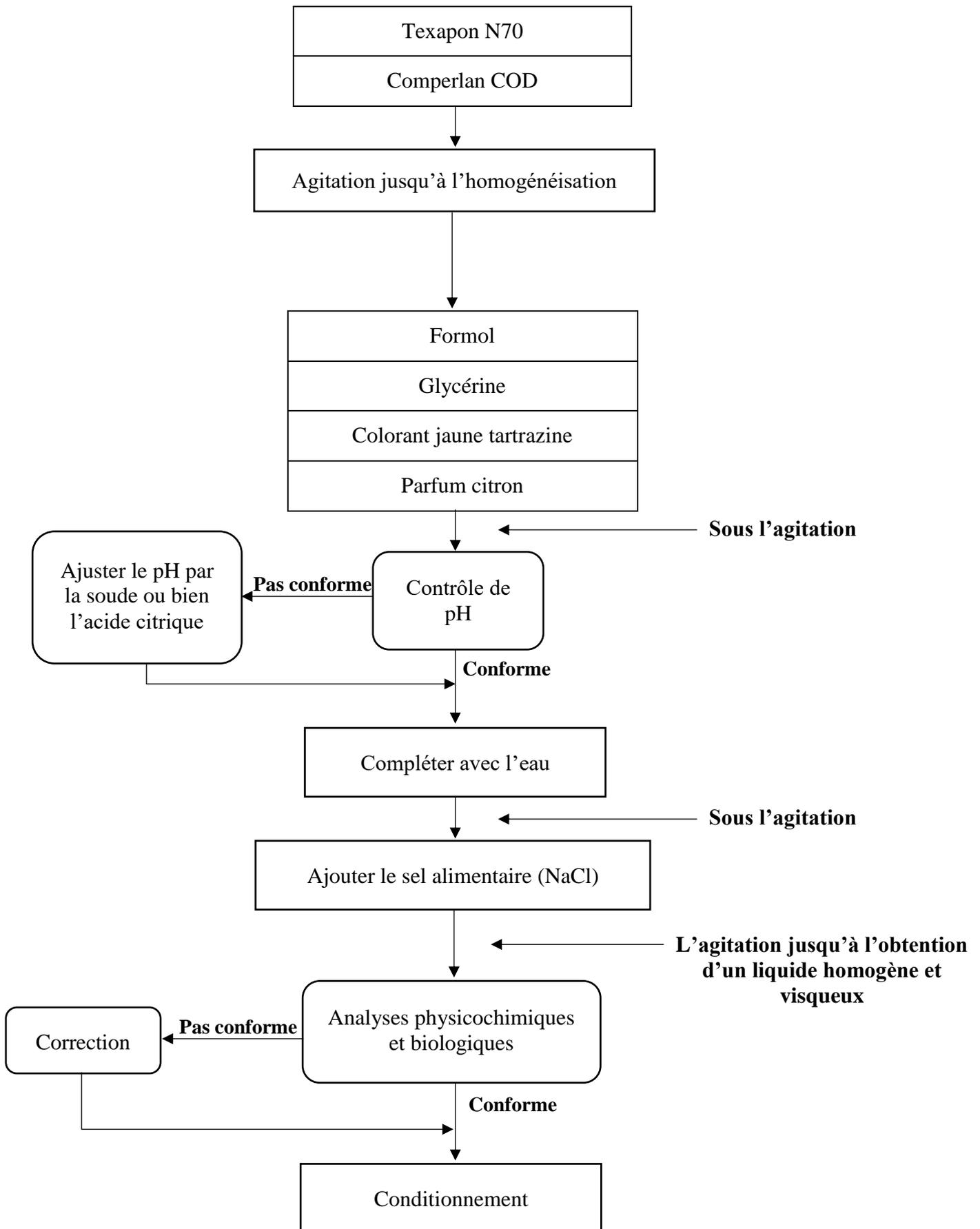


Figure II.4 : Schéma représentatif des étapes de fabrication de liquide vaisselle « Nedjma ».

II.2.2. Formulation de liquide vaisselle « Nedjma » au niveau de laboratoire

II.2.2.1. La formule de produit

Le tableau II.1 représente les proportions des composants de liquide vaisselle « Nedjma ».

Tableau II.1 : Proportions des composants de la formule de produit liquide vaisselle « Nedjma ».

Composants	Proportions (%)
Acide sulfonique	15%
Soude caustique	2%
Texapon N70	3.5%
Comperlan COD	2.5%
Glycérine	2%
Formol	0.2%
Parfum citron	0.5%
Colorant jaune tartrazine	quantité suffisante
Eau distillée	qsp 100%

II.2.2.2. Mode opératoire

Pour préparer 100 g de produit :

- Peser 15 g d'acide sulfonique et 69.83 g d'eau distillée à l'aide d'une balance électrique. Mettre les deux dans un bécher sur un agitateur électrique et attendre la solubilisation totale d'acide sulfonique dans l'eau.
- Ajouter 2 g de soude caustique sur la solution pour la neutralisation.
- Après la neutralisation, faire le test de pH et régler soit avec l'acide citrique (diminuer) ou bien par l'hydroxyde de sodium (augmenter), nous avons besoin d'une solution neutre.

- Ajouter les autres composants (formol, glycérine, le parfum et le colorant (le colorant doit être dissous dans une quantité d'eau avant de l'ajouter dans la solution préparée) et continuer l'agitation jusqu'à l'homogénéisation totale.
- Ajouter une quantité de chlorures de sodium sous l'agitation jusqu'à l'obtention d'un liquide visqueux.
- Attendre environ de 24 heures jusqu'à la disparition des bulles d'air pour faciliter les analyses physicochimiques et le contrôle de qualité spécialement la mesure de viscosité et de densité.

Le dispositif de préparation de liquide vaisselle à mains « Nedjma » au niveau de laboratoire et le produit fini sont représentés en figure II.5 :

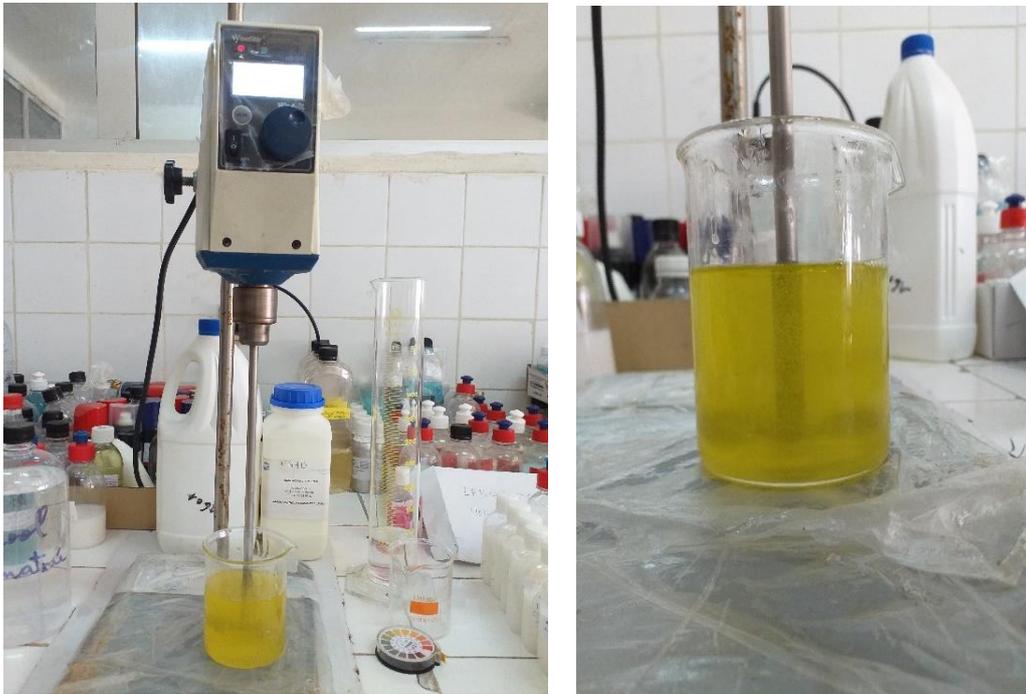


Figure II.5 : Dispositif de préparation de liquide vaisselle à mains « Nedjma » au niveau de laboratoire et le produit fini préparé.

II.3. Analyses physicochimiques et contrôle de qualité

II.3.1. Teneur en matière active

II.3.1.1. Matériel et produits utilisés

- **Le matériel**
 - ✓ Balance électrique.
 - ✓ Bécher.
 - ✓ Fiole jaugée 1000 mL.
 - ✓ Pipette graduée.
 - ✓ Eprouvette graduée.
 - ✓ Erlenmeyer.
 - ✓ Burette.
 - ✓ Spatule.
- **Les produits**
 - ✓ Eau distillée.
 - ✓ Chloroforme.
 - ✓ Indicateur mixte.
 - ✓ Hyamine.

II.3.1.2. Modes opératoires

1. Acide sulfonique

- Peser 1.4 g d'acide sulfonique et une petite quantité d'eau et faire une agitation manuelle.
- Remplir une fiole jaugée 1000 mL avec la solution et ajouter l'eau jusqu'à le trait de jauge et continuer l'agitation.
- Prendre 25 mL de la solution préparée avec 10 mL d'eau, 15 mL de chloroforme et 10 mL d'indicateur mixte dans un erlenmeyer.
- Faire le dosage avec l'hyamine et attendre le changement de couleur.

La teneur en matière active anionique est obtenue par la méthode de titrage direct dans deux phases. Cette méthode permet de déterminer le volume de titrant V_t après le virage de changement de couleur qu'il nous permet de calculer cette dernière en appliquant les relations (1) et (2) :

$$\mathbf{MA\%} = \frac{4.V_t.T.M}{m} \dots\dots\dots (1)$$

La relation (1) nous permet de calculer le pourcentage de matière active anionique des tensioactifs (Acide sulfonique et Texapon).

$$\mathbf{MA_{meq}} = \frac{40.V_t.T}{m} \dots\dots\dots (2)$$

Et la deuxième équation (2) est utilisée pour déterminer la matière active anionique exprimée par le milliéquivalent (meq), elle est appliquée dans le calcul qui concerne tous les échantillons.

Avec :

- V_T : Consommation de titrant jusqu'au premier point d'équivalence en (mL).
- T : Concentration de titrant, ici la concentration de l'hyamine est 0.00365 N.
- M : La masse molaire des matériaux (tensioactifs) (g/mol).
- m : La masse de l'échantillon en (g).

2. Lauryl éther sulfate de sodium (Texapon)

- Pour la détermination de la teneur en matière active de Texapon, refaire la même manipulation d'acide sulfonique mais la masse initiale change ($m = 2$ g).

La teneur en matière active de Texapon est déterminée par les équations (1) et (2).

3. Produit fini fabriqué à l'échelle industrielle et au niveau de laboratoire

- Pour déterminer la matière active de produit fini préparé à l'échelle industrielle et au niveau de laboratoire, refaire le même mode opératoire mais avec une autre mesure de masse des produits ($m = 5$ g). Pour le calcul on utilise également l'équation (2).

La figure II.6 représente la première étape de mode opératoire pour la détermination de la teneur de matière active de matières premières et produits finis (préparation d'une solution par dissolution) et la figure II.7 montre le montage de la deuxième étape (le titrage).

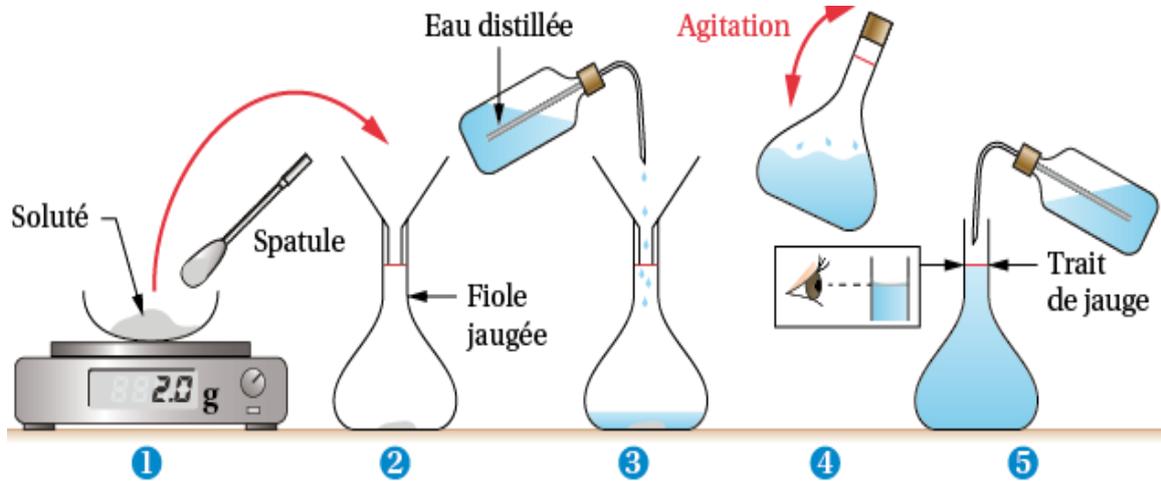


Figure II.6 : Préparation d'une solution par dissolution.

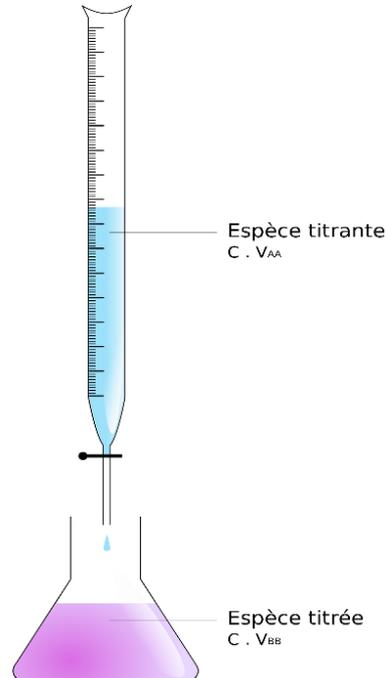


Figure II.7 : Montage de titrage (le dosage).

II.3.2. Indice d'acidité

Cette analyse se fait seulement pour l'acide sulfonique selon le mode opératoire suivant :

- Mesurer 0.1 g d'acide sulfonique à l'aide d'une balance électrique.
- Préparer 50 mL d'une solution de 25 mL de toluène et 25 mL d'éthanol. Et mélanger cette solution avec l'acide sulfonique dans un erlenmeyer.
- Titrer le mélange par le KOH (0.1 N) goutte par goutte jusqu'au virage de la couleur.

Le calcul d'indice d'acide est réalisé par l'équation (3)

$$I_a = \frac{56.1 \cdot C \cdot V}{m} \dots\dots\dots (3)$$

Avec :

- I_a : L'indice d'acide.
- **56.1** : La masse molaire de KOH en g/mol.
- **C** : La concentration d'acide sulfonique utilisée en mol/L.
- **V** : Le volume de titrant (KOH) en mL.
- **m** : La masse d'acide sulfonique utilisée en g.

II.3.3. Mesure de pH

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

Pour mesurer le pH on utilise directement le pH-mètre comme suit :

- Allumer le pH-mètre.
- Rincer l'électrode avec l'eau distillée.
- Essuyer légèrement leur extrémité avec le papier essuie-tout.
- Plonger la sonde dans la solution et agiter pendant 30 secondes et attendre jusqu'à ce que le pH-mètre indique une valeur stable.

II.3.4. Mesure de la densité

La mesure de la densité s'effectue dans l'étape de contrôle de qualité d'acide sulfonique à température de 50°C et produits finis à température de 20°C \pm 1.

Elle s'effectue à l'aide d'un densimètre par les étapes suivantes :

- Remplir une éprouvette graduée de 250 mL avec le liquide à analyser.
- Immerger le densimètre lentement dans le liquide et laisser le jusqu'à ce qu'il se stabilise.
- Une fois stabilisé on remarque la présence d'un ménisque à la surface du liquide, la mesure se fait sur la graduation au niveau de la ligne de flottaison du densimètre, sous le ménisque.

La figure II.8 illustre le montage de la mesure de densité.



Figure II.8 : Montage de la mesure de densité.

II.3.5. Mesure de la viscosité

La mesure de la viscosité est réalisée pour l'acide sulfonique à température de 50°C et les produits finis (à l'échelle industrielle / au niveau de laboratoire) à température de 20°C \pm 1.

Pour ce test on utilise la coupe de viscosité Ford qui nous permet d'indiquer le temps d'écoulement. La méthode d'utilisation de cet outil est comme suit :

- Fermer l'orifice de la coupe avec le doigt et verser le liquide dans la coupe.
- Dès que la coupe est pleine déclencher le chronomètre au même temps enlevé le doigt de l'orifice.
- Stopper le chronomètre dès que la dernière goutte de liquide s'échappe de l'orifice de la coupe.

La figure II.9 représente le mode opératoire de mesure de viscosité de produit fini à l'aide de coupe de viscosité Ford.



Figure II.9 : Mesure de la viscosité de produit fini à l'aide de coupe de viscosité Ford.

II.4. Résultats des analyses physicochimiques et contrôle qualité

II.4.1. Teneur en matière active

La figure II.10 illustre le changement de couleur des matières analysées :

- Avant le point d'équivalence on observe une solution rose claire.
- Après le point d'équivalence on remarque deux phases : la première verte claire et la deuxième verte grise.



Figure II.10 : Couleur de la solution titrée avant (gauche) et après (droite) le point d'équivalence.

II.4.1.1. Acide sulfonique

On a :

- la masse d'échantillon est 1.4 g.
- Le volume de titrant est 27.2 mL.
- La masse molaire est 348.476 g/mol.

$$MA\% = \frac{4 \times 27.2 \times 0.00365 \times 348.476}{1.4}$$

$$\Rightarrow MA\% = 98.847\%$$

II.4.1.2. Texapon

On a :

- la masse d'échantillon est 2.06 g.
- Le volume de titrant est 34.1 mL.
- La masse molaire est 288.379 g/mol.

$$MA\% = \frac{4 \times 34.1 \times 0.00365 \times 288.379}{2.06}$$
$$\Rightarrow MA\% = 69.695\%$$

II.4.1.3 Produit fini préparé à l'échelle industrielle

On a :

- la masse d'échantillon est 5 g.
- Le volume de titrant est 15.3 mL.

$$MA_{meq} = \frac{40 \times 15.3 \times 0.00365}{5}$$
$$\Rightarrow MA_{meq} = 0.447meq$$

II.4.1.4. Produit fini préparé au niveau de laboratoire

On a :

- la masse d'échantillon est 5.01 g.
- Le volume de titrant est 14.4 mL.

$$MA_{meq} = \frac{40 \times 14.4 \times 0.00365}{5.01}$$
$$\Rightarrow MA_{meq} = 0.420meq$$

II.4.2. Indice d'acidité

Cette analyse correspond au nombre de milligrammes de potasse (KOH) nécessaires pour neutraliser l'acide sulfonique. Pour déterminer ce paramètre on utilise l'équation (3).

On a :

- La concentration d'acide sulfonique utilisée est 0.1 mol/L.
- Le volume de titrant (KOH) est 3.3 mL.
- La masse d'acide sulfonique est 0.1 g.

$$I_a = \frac{56.1 \times 0.1 \times 3.3}{0.1}$$

$$\Rightarrow I_a = 185.13$$

II.4.3. Mesure de pH

On a mesuré le pH des produits finis (à l'échelle industrielle 'pH_{f(I)}' et au niveau de laboratoire 'pH_{f(L)}') avec un pH-mètre de paillasse qui nous a permis de déterminer les valeurs suivantes :

$$\Rightarrow \text{pH}_{f(I)} = 7.32$$

$$\Rightarrow \text{pH}_{f(L)} = 7.54$$

II.4.4. Mesure de la densité

Les valeurs de la densité des matériaux analysés sont :

- La densité de l'acide sulfonique : $d_a = 1.03$
- La densité de produit fini élaboré à l'échelle industrielle : $d_{f(I)} = 1.026$
- La densité de produit fini élaboré au niveau de laboratoire : $d_{f(L)} = 1.03$

II.4.5. Mesure de la viscosité

Cette mesure est réalisée pour l'acide sulfonique et les produits finis à l'aide d'une coupe de viscosité Ford qui nous permet d'obtenir le temps d'écoulement :

$$\Rightarrow t_{\text{acide sulfonique}} = 2 \text{ min } 19 \text{ s}$$

$$\Rightarrow t_f(\text{produit fini à l'échelle industrielle}) = 15 \text{ min } 17 \text{ s}$$

$$\Rightarrow t_f(\text{produit fini à l'échelle laboratoire}) = 15 \text{ min } 19 \text{ s}$$

II.5. Discussion et interprétation des résultats obtenus

Le tableau II.2 résume les exigences de l'entreprise ENAD (SHYMECA) et les résultats obtenus après la caractérisation des matériaux.

Tableau II.2 : Exigences d'ENAD (SHYMECA) et les résultats obtenus après nos mesures et calculs.

Caractérisation	Matériaux	Valeurs et résultats obtenus	Exigences de l'ENAD (SHYMECA)
Teneur en matière active anionique	Acide sulfonique	98.847%	96% minimum
	Texapon	69.695%	[68% - 73%]
	Produit fini (Industrie)	0.447meq	[0.40meq – 0.46meq]
	Produit fini (laboratoire)	0.420meq	
Indice d'acide	Acide sulfonique	185.13 mg KOH/g	182 ± 3 mg KOH/g
pH (potentiel d'hydrogène)	Produit fini (Industrie)	7.32	7 ± 1
	Produit fini (laboratoire)	7.54	
Densité	Acide sulfonique	1.03	1.03
	Produit fini (Industrie)	1.026	1.03 ± 0.01
	Produit fini (laboratoire)	1.03	
Viscosité (temps d'écoulement)	Acide sulfonique	2 min 19 s	$2 \text{ min} \pm 1$
	Produit fini (Industrie)	15 min 17 s	$15 \text{ min} \pm 1$
	Produit fini (laboratoire)	15 min 19 s	

Selon les résultats illustrés en tableau II.2 ci-dessus, les matériaux utilisés (l'acide sulfonique et le texapon) sont conformes aux exigences de l'entreprise ENAD (SHYMECA) ce qui permet leurs utilisations dans la formulation de détergent liquide vaisselle « Nedjma ». La caractérisation physico-chimique nous a révélé que la qualité de nos produits finis répond aux normes, ce qui le prédestine à être utilisé par le consommateur.

Conclusion

Conclusion

Pour conclure, j'ai effectué mon stage de fin d'études de cycle licence professionnelle, spécialité Génie de la formulation, en tant qu'une stagiaire au sein de l'entreprise ENAD (SHYMECA) à Rouiba -Alger-. Lors de ce stage de trois (3) mois, j'ai pu mettre en pratique mes connaissances théoriques acquises durant ma formation à l'Institut de Technologie de l'Université Bouira, tout en étant confronté aux difficultés réelles du monde du travail.

Au cours de ce modeste travail, on a établi les différentes étapes nécessaires pour la production d'un détergent liquide, ceci par le suivi du procédé de formulation d'un détergent type liquide-vaisselle à mains « Nedjma », de la première étape jusqu'à l'obtention de produit fini. Dans la première étape nous nous sommes intéressés à la formulation de détergent « Nedjma » à l'échelle industrielle. Ensuite on a réalisé une préparation personnelle du même produit au niveau de laboratoire.

Dans la seconde partie de notre travail, nous avons effectué une caractérisation physico-chimique des matériaux utilisés dans la formulation de notre produit, spécialement les tensioactifs anioniques (acide sulfonique/texapon), car ils sont les produits de base de notre préparation. Aussi, on a réalisé des analyses de contrôle de qualité des produits finis fabriqués à l'échelle industrielle et au laboratoire. Les résultats obtenus ont été comparés aux exigences et les normes de l'ENAD SHYMECA.

La caractérisation physico-chimique a montré que la qualité des tensioactifs est conforme aux normes de l'ENAD SHYMECA, ainsi ils peuvent être utilisés dans la formulation de détergent liquide vaisselle « Nedjma ». En ce qui concerne les produits finis préparés, les résultats de caractérisation ont révélé qu'ils sont prêts pour le conditionnement, le stockage et la commercialisation.

Enfin, ce stage a été très enrichissant pour moi, car il m'a permis de bien comprendre le monde professionnel et l'apprentissage pour la vie active.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] <http://www.avmor.com/files/news/fnews1417805159.pdf>, page 01.
- [2] https://document.environnement.brussels/opac_css/elecfile/san%2040, page 01.
- [3] Ksouri, A. (2009). Radioactivity Measurement in the Detergent Products by Gamma Spectrometry ; Mesure de la Radioactivité dans les Produits Détergents par Spectrométrie Gamma, page 03.
- [4] Nardello Rataj, V et Ho Tan Tai,L. (2008). "Techniques de l'ingénieur Élaboration des formulations" Formulation des détergents Produits d'entretien des articles textiles, page 58.
- [5] Yazid, M. (2017). Phototransformation de tensioactif anionique induite par un oxyhydroxyde de fer (iii)(goethite) en solution aqueuse, page 05.
- [6] <http://walha.e-monsite.com/pages/formulation-nettoyants.html>.
- [7] <https://www.delcourt.fr/blog/classification-produits-entretien-n8>.
- [8] Chaterbache, A. Etude et synthèse de composés tensioactifs à base de souches naturelles et obtention de détergents industriels biodégradables, page 12.
- [9] <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/elaboration-des-formulations-42335210/formulation-des-detergents-j2280/>.
- [10] Ksouri, A. (2009). Radioactivity Measurement in the Detergent Products by Gamma Spectrometry ; Mesure de la Radioactivité dans les Produits Détergents par Spectrométrie Gamma, page 08.
- [11] <https://www.universalis.fr/encyclopedie/detergents/1-histoire/>.
- [12] https://abbet.be/IMG/pdf/nettoyage_et_produits_d_entretien_v4.pdf, page 05.
- [13] Falbe, J. (Ed.). (2012). Surfactants in consumer products: Theory, Technology and Application. Springer Science & Business Media, page 308.
- [14] Véronique, N. (2008). "Techniques de l'ingénieur Élaboration des formulations" Formulation des détergents Produits pour nettoyage de la vaisselle, page 61.
- [15] https://www.vancebioenergy.com/product_surfactants.php#cpab.
- [16] Xu, C., Mandal, T., Larson, R. G., Wang, D., & Wang, H. (2019). A molecular dynamics simulation of the structure of sodium lauryl ether sulfate and poly (vinyl

alcohol) at the air/water interface. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 563, 84-94, page 04.

[17] <https://www.les-affranchis.bio/la-glycerine/>.

ملخص

الهدف من تقريرنا هو مراقبة طريقة صياغة منظف من نوع سائل الأطباق اليدوي "نجمة". يعتمد عملنا على التحليلات الفيزيوكيميائية لتوصيف المواد المستخدمة في صياغة منتجاتنا وطرق لإعداد المنتج على مستوى المختبر مع مراقبة جودة هذا الأخير والمنتج النهائي المصنوع على النطاق الصناعي.

Résumé

L'objectif de notre rapport est le suivi d'un procédé de formulation d'un détergent type liquide-vaisselle à mains « Nedjma ».

Notre travail est basé sur la caractérisation physicochimique des matériaux utilisés dans la formulation de notre détergent et la préparation de liquide vaisselle à mains au niveau de laboratoire et à l'échelle industrielle avec un contrôle de qualité des produits finis élaborés.

Abstract

The objective of our report is to follow a process for formulating a "Nedjma" hand-held dishwashing detergent.

Our work is based on the physicochemical characterization of the materials used in the formulation of our detergent and the preparation of hand dishwashing liquid at the laboratory and industrial scale with quality control of the finished products produced.