

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère d'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université Mouhamed El Bachir El Ibrahimi de Bordj Bou Arréridj**



**Faculté des sciences et des technologies**

**Domaine des sciences de la matière**

**Filière : Chimie**

**Spécialité : Chimie analytique**

**Mémoire de master**

**Thème**

**Savon à base d'huile de friture  
usagée**

**Présenté par :**  
**Saadoudi Hadjer**  
**Allou Rokaya**

**Encadré par :**  
**Bouabdallah Mounira**

**Promotion : Juin 2022**

**Jury de soutenance :**

Président	Bouzid Abderrazak	Professeur	B.B.A
Encadreur	Bouabdallah Mounira	MCB	B.B.A
Examineur	Saiad Amira	MCA	B.B.A

**2021-2022**

## *Remerciements*

Nous tenons tout d'abord à remercier ALLAH le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude et notre sincères remerciements notre promotrice **Madame Bouabdallah Mounira**, pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant de nous encadrer, pour nous avoir suivi avec patience et intérêt et pour la confiance qu'il a placée en nous tout au long de ce travail. Ces conseils précieux et ses encouragements ont permis une bonne orientation et en mobilisant tous les moyens possible pour la réalisation de ce projet.

Nos remerciements vont également à Professeur A.Bouzid, pour l'honneur et le plaisir qu'il nous a fait en acceptant de présider ce jury.

Nous exprimons nos sincères remerciements à A.Saiad, qui a bien voulu examiner ce mémoire et participer au jury.

Nous tenons aussi à remercier les deux ingénieurs des laboratoires 09 et 10 de nous avoir.

Nous tenons à exprimer toute notre gratitude à tous les enseignants de la spécialité Chimie analytique qui ont contribué à notre formation ainsi qu'à toute l'équipe administrative. Enfin, nous tenons à rendre hommage à toutes nos familles et nos amis pour le soutien qu'ils nous ont apportés durant toutes ces années d'études.

## *Dédicace*

Tout d'abord, je tiens à remercier Dieu pour la force et la patience qu'il m'a données durant mes années d'études pour arriver à ce jour malgré toutes les difficultés que je rencontre.

Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut... Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, le respect, la reconnaissance, je dédie ce travail

### **A ma très chère mère : Faid Nadia.**

Autant de phrases aussi expressives soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour toi. Tu m'as comblé avec ta tendresse et affection tout au long de mon parcours. Tu n'as cessé de me soutenir et de m'encourager durant toutes les années de mes études, tu as toujours été présente à mes côtés pour me consoler quand il fallait. En ce jour mémorable, pour moi ainsi que pour toi, reçoit ce travail en signe de ma vive reconnaissance et ma profonde estime. Puisse le tout puissant te donner santé, bonheur et longue vie afin que je puisse te combler à mon tour.

### **A mon très cher père : Saadoudi Kamel.**

Autant de phrases et d'expressions aussi éloquentes soit-elles ne sauraient exprimer ma gratitude et ma reconnaissance. Tu as su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. Tes conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Ta patience sans fin, ta compréhension et ton encouragement sont pour moi le soutien indispensable que tu as toujours su m'apporter. Je te dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester ta fierté et ne jamais te décevoir que Dieu le tout puissant te préserve, t'accorde santé, bonheur, quiétude de l'esprit et te protège de tout mal.

A mes chères sœurs **Hafsa**, **Meriem** et **Imene** pour leurs encouragements permanents, et leurs soutiens moraux.

A mes chers frères **Yassine** et **Abd Erraouf** pour leurs appuis et leurs encouragements.

A mes amis : **Saadoudi Warda** et **Ben Abbas Hanifa** qui ont su être là pour moi sans rien demander en retour.

A mon binôme **Allou Rokaya** qui connaît la valeur du travail d'équipe.

**Saadoudi Hadjer**

## *Dédicace*

**Tout d'abord** je tiens à remercier Dieu, le tout puissant, qui m'a donné la force, la volonté et la patience d'accomplir ce modeste travail que je tiens chaleureusement à le dédier : **A mes chers parents**, aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagnera pour toujours. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez. Puisse Dieu, le très haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

**A mes très chères sœurs Amina, Dalila, wafa et Hadil et frères Said, Belkassim, Idris, Zaid et Abdelhamid**, les mots ne suffisent guère pour exprimer l'attachement, l'amour et l'affection que je porte pour vous. Merci pour l'aide que vous m'avez apporté, vous m'avez soutenu, réconforté et encouragé, je ne vous remercierai jamais assez. En témoignage de mon affection fraternelle, je vous dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur de santé et de réussite.

**A mes chers amies Amina, Afaf, Hadjer, Ilham, Imane, Khawla, Wanissa et Noura** vous avez toujours cru en moi et je tenais à vous en remercier, vous êtes ma force qui me pousse à avancer.

Un grand merci à mon **binôme Hadjer**, ma partenaire de mémoire d'avoir eu le courage d'achever ce travail malgré tout ce qu'on a enduré, avec laquelle j'ai pris beaucoup de plaisir à travailler, cette année fut riche en émotions et je tiens à te remercier pour ton soutien et ce lien tout particulier qui s'est créé entre nous.

**A toutes les personnes qui ont permis la réalisation de ce projet.**

**Allou Rokaya**

## Table des matières

Remerciements	
Dédicaces	
Résumé.....	I
Liste des abréviations.....	III
Liste des symboles.....	IV
Liste des figures.....	V
Liste des tableaux.....	IX
Introduction générale.....	1

### Chapitre I

#### Étude bibliographique

I.1 Généralités sur les huiles végétales.....	3
I.1.1 Définition et généralité.....	3
I.1.2 Compositions chimiques des huiles végétales.....	3
I.1.2.1 La fraction saponifiable (les constituants majeurs).....	3
I.1.2.2 La fraction insaponifiable (les constituants mineurs).....	7
I.1.3 Caractéristiques physico-chimiques des huiles végétales.....	11
I.1.3.1 Propriétés physiques.....	11
I.1.3.2 Propriétés chimiques.....	14
I.1.4 Procédé de production des huiles végétales.....	15
I.1.5 Les huiles végétales dans la cosmétique et la friture.....	16
I.2 Procédé de friture.....	17
I.2.1 Définition.....	17
I.2.2 Rôle des huiles ou des graisses pour la friture.....	17
I.2.3 Influence de divers facteurs sur les principaux paramètres du procédé de friture.....	18
I.2.3.1 Les facteurs liés au produit à traiter.....	18
I.2.3.2 Les facteurs liés au bain de friture.....	19
I.2.3.3 Les facteurs liés à l'environnement technique.....	20
I.2.4 Types de friture.....	20
I.2.4.1 Friture plate.....	21

I.2.4.2 Friture profonde.....	21
I.2.5 Les différents types de réactions de dégradation des huiles de friture.....	21
I.2.5.1 Réactions d'oxydation.....	22
I.2.5.2 Polymérisation.....	24
I.2.5.3 L'hydrolyse.....	25
I.2.6 Les produits formés au cours du vieillissement de l'huile.....	26
I.2.7 Les changements nutritionnels pendant la friture.....	26
I.2.8 Les mécanismes de gain en huile.....	27
I.2.9 Le moment dans la quels remplacer l'huile de friture.....	28
I.2.10 Huile usagée : ce qu'il ne faut pas faire.....	28
I.2.11 Pourquoi ne faut-il pas réutiliser de l'huile de friture usagée ?.....	29
I.2.12 Endroit pour jeter l'huile de friture usagée.....	29
I.2.13 Les risques des huiles de friture.....	29
I.2.14 Le recyclage d'huile de friture.....	29
I.3 Savon.....	30
I.3.1 Histoire.....	30
I.3.2 Définition.....	30
I.3.3 Propriété de savon.....	30
I.3.4 Classification des savons.....	31
I.3.4.1 Savons durs.....	31
I.3.4.2 Savons mous.....	32
I.3.5 L'hydrolyse de savon.....	32
I.3.6 Processus de la saponification.....	33
I.3.7 Fabrication de savon.....	33
I.3.7.1 Matières premières pour la fabrication de savon.....	33
I.3.7.1.1 Corps gras.....	33
I.3.7.1.2 Traitements préliminaires des corps gras.....	34
I.3.7.1.3 Alcalis.....	34
I.3.7.1.4 Autres matières premières.....	35
I.3.7.2 Choix des corps gras.....	35
I.3.7.3 Equipement pour la fabrication de savon.....	37

I.3.7.4 Les procédés de fabrication du savon.....	38
---	----

## **Chapitre II**

### **Matériels et méthodes**

II.1 Les analyses physico-chimiques des huiles.....	40
II.1.1 La densité.....	40
II.1.1.1 Pycnomètre.....	40
II.1.2 La viscosité.....	41
II.1.2.1 Viscosimètre à chute de bille.....	41
II.1.3 Teneur en eau.....	42
II.1.3.1 Détermination de la teneur en eau par séchage en étuve.....	42
II.1.3.2 Dessiccateur.....	43
II.1.4 L'indice d'acide.....	44
II.1.5 L'indice de saponification.....	45
II.2 Les méthodes de fabrication du savon.....	45
II.2.1 Le procédé à froid.....	46
II.2.2 Le procédé à chaud.....	46
II.2.2.1 Montage à reflux.....	46
II.2.2.2 Relargage.....	47
II.3 Analyses physico-chimiques du savon.....	47
II.3.1.1Appareil de Banc Kofler.....	48
II.3.2 Détermination de la densité par une éprouvette.....	48
II.3.3 L'humidité.....	49
II.3.4 Acide gras dans les savons.....	50
II.3.5 Détermination de la teneur en alcalin libre.....	50
II.3.6 Pouvoir moussant.....	50
II.3.7 Tension superficielle.....	51
II.3.7.1 Méthode d'arrachement d'anneau.....	51

## **Chapitre III**

### **Résultats et discussions**

III.1 Objectif de l'étude.....	53
--------------------------------	----

III.1.1 Choix de l'huile.....	53
III.1.2 Procédure de friture.....	53
III.1.3 Echantillonnage.....	53
III.2 Analyses physico-chimiques des huiles.....	54
III.2.1 Détermination de point d'ébullition.....	54
III.2.2 Détermination de la densité.....	56
III.2.3 Détermination de la viscosité.....	58
III.2.4 Détermination de l'humidité.....	60
III.2.5 L'indice d'acide.....	62
III.2.6 L'indice de saponification.....	64
III.3 Fabrication du savon.....	68
III.3.1 Saponification à chaud (savons solides).....	68
III.3.2 Saponification à froid (savons solides et mous).....	70
III.4 Analyses physico-chimiques des savons.....	72
III.4.1 Point de fusion.....	72
III.4.2 Détermination de densité.....	75
III.4.3 Détermination de taux d'humidité.....	78
III.4.3.1 Pour les savons solides.....	78
III.4.3.2 Pour les savons mous.....	81
III.4.4 Détermination de la quantité d'acide gras dans les savons.....	83
III.4.5 Détermination de la teneur en alcalin libre.....	86
III.4.6 Détermination de la teneur de NaCl.....	89
III.4.7 Le pouvoir moussant.....	90
III.4.8 Détermination de la tension superficielle.....	95
Conclusion générale.....	103
Références bibliographiques.	
Résumé.	

## **Résumé :**

Les huiles végétales occupent une place essentielle dans la vie humaine, alors qu'il est consommé de manière excessive et irrationnelle à notre époque actuelle notamment en cuisine pour la friture des aliments, on a donc bien pensé à le recycler et non à le jeter afin de préserver l'environnement en le réutilisant dans la fabrication de savon de différentes types parce qu'il se compose principalement de la graisse.

Donc, dans notre travail, nous avons fabriqué quinze savons de deux types différents solide et mou, de deux manières différentes à chaud et à froid.

Ensuite, nous avons étudié les propriétés physico-chimiques des savons obtenus et à travers les résultats, nous avons constaté que la fabrication du savon dans les deux sens donnait de bons résultats et qu'il n'y avait pas de différence significative entre eux, mais la méthode à chaud donnait de meilleurs résultats et un savon satisfaisant et souhaitable, en particulier le savon préparé avec l'huile de friture de 3<sup>ème</sup> usage car sa mousse était dense et avec une épaisseur élevée et a une longue durée et il nous a également montré la stabilité de sa tension superficielle qui signifie à la saturation, par conséquent il est recommandé de faire du savon avec de l'huile de friture de 3<sup>ème</sup> usage avec NaOH par la méthode à chaud parce qu'elle est efficace. Quant au procédé de saponification à froid quel que soit avec le NaOH ou le KOH, il donne un bon savon mais pas avec le même avantage que le savon à chaud car il lui donne une mousse moyenne et ne dure pas longtemps, il suffit de rajouter des agents (des additifs) qui améliorent sa mousse.

Donc, à travers nos études, nous avons pu savoir que nous pouvons réutiliser les huiles de friture même du troisième degré dans le processus de saponification grâce à les résultats obtenus.

**Mots clés :** huile de friture usagée, savon solide, savon mou, tension superficielle.

## ملخص :

تحتل الزيوت النباتية مكانا أساسيا في حياة الإنسان بحيث أنها تستهلك بشكل كبير و غير عقلاني في زمننا الحالي خصوصا في المطبخ من أجل قلي الأطعمة لذلك فكرنا جيدا في إعادة تدويرها وعدم رميها من أجل الحفاظ على البيئة وذلك بإعادة استعمالها في صناعة الصابون بأنواع مختلفة لأنه يتكون في الأساس من مادة دهنية.

إذن في عملنا هذا قمنا بصناعة خمسة عشر صابون بنوعين مختلفين صلب و لين بطريقتين مختلفتين ساخن و بارد.

بعدها قمنا بدراسة الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للصابون المتحصل عليه ومن خلال النتائج وجدنا أن صناعة الصابون بكلتا الطريقتين أعطت نتائج جيدة ومقاربة و لا يوجد فرق كبير بينهما لكن طريقة التسخين أعطت نتائج أفضل و صابون مرضي ومرغوب فيه خاصة الصابون المحضر بزيت القلي المستعمل للمرة الثالثة لأن رغوته كانت كثيفة و ذات سمك عالي و دامت لفترة طويلة و كذلك أوضحت لنا ثبات و استقرار توتره السطحي قبل البقية بعد تشبعه لذلك فمن المستحسن صناعة الصابون بزيت القلي المستعمل للمرة الثالثة بهيدروكسيد الصوديوم بالطريقة الساخنة لأنها فعالة أما بالنسبة لعملية التصبن الباردة بهيدروكسيد الصوديوم أو بهيدروكسيد البوتاسيوم فإنها تعطي صابون جيد لكن ليس بنفس ميزة الصابون بالطريقة الساخنة لأنها تمنحه رغوّة متوسطة و لا تدوم طويلا لذلك قم بمساعدته و أضف إليه مواد تحسن رغوته.

إذن من خلال دراستنا تمكنا من معرفة أنه يمكننا إعادة استعمال زيوت القلي حتى ذات الدرجة الثالثة في عملية التصبن من خلال النتائج المحصل عليها

**كلمات مفتاحيه :** زيت القلي المستخدم، صابون صلب، صابون لين، التوتر السطحي.

## Liste des abréviations

**AG** : Acides gras.

**AGS** : Acide gras saturé.

**AGI** : Acides gras insaturé.

**AGPI** : Acide gras polyinsaturé.

**CG** : Corps gras.

**PL** : Phospholipide.

**BHA** : Butyl hydroxyanisol.

**PG**: Propyl galate.

**TBHQ**: Tertio butyl hydroquinone.

**AGT** : Acide gras trans.

**AGL** : Acide gras libre.

**E.C.N** : Espèces chimiques nouvelles.

**PCB** : Polychlorobiphényle.

**PCT** : Polychloroterphényle.

**F** : Fluor.

**Cl** : chlore.

## Liste des symboles

**T<sub>f</sub>** : Point de fusion.

**T<sub>s</sub>** : Point de solidification.

**INS** : Coefficient insaponifiable.

**AN** : Acid Number.

**d** : La densité.

**η** : Viscosité.

**G** : Conductance.

**σ** : Conductivité.

**I<sub>A</sub>** : Indice d'acide.

**I<sub>s</sub>** : Indice de saponification.

**ρ** : La masse volumique.

**γ** : La force de tension superficielle.

## Liste des figures

N°	Titre	Pages
I-1	Structure de triglycérides.	04
I-2	Structure globale d'une matière grasse.	04
I-3	La réaction d'estérification.	04
I-4	Structure générale d'un acide gras.	05
I-5	Acide stéarique.	06
I-6	Structure des principaux acides gras saturé et insaturé ; (a) acides saturé, (b) acides insaturée.	06
I-7	La structure générale d'un phospholipide.	07
I-8	Structure générale d'un caroténoïde.	08
I-9	Structure chimique de tocophérol.	08
I-10	Structure de stérol.	09
I-11	La cire d'abeille (b) est de composition variable selon l'environnement végétal et la race des abeilles. Elle contient majoritairement (a) du palmitate de myricyle, un monoester correspondant à la formule brute $C_{15}H_{31}COOC_{30}H_{61}$ .	10
I-12	Structure d'hydrocarbure.	10
I-13	Référence à l'ensemble des constituants des corps gras.	11
I-14	I 'indice d'iode de diverses huiles et graisses.	14
I-15	Schéma de raffinage.	16
I-16	Représentation schématique des flux. Zone 1 : riche en eau (cœur) ; zone 2 : partiellement déshydratée ; zone 3 : très déshydratée (croûte).	18
I-17	Différentes réactions de dégradation des huiles végétales.	22
I-18	Les changements physiques et chimiques de l'huile pendant friture.	23
I-19	Schéma générale des réactions d'auto-oxydation des AGI.	24
I-20	Formation de polymère acyclique à partir d'acide oléique lors de la friture.	25

<b>I-21</b>	Mécanisme d'hydrolyse des huiles par l'effet de la vapeur des aliments pendant la friture.	25
<b>I-22</b>	Hydrolyse.	31
<b>I-23</b>	Le détachement des impuretés grasses.	31
<b>I-24</b>	Savon solide.	32
<b>I-25</b>	Savon mou.	32
<b>I-26</b>	Accessoires pour la fabrication de savon.	37
<b>II-1</b>	Pycnomètre.	40
<b>II-2</b>	Viscosimètre.	42
<b>II-3</b>	L'étuve.	43
<b>II-4</b>	Dessiccateur.	43
<b>II-5</b>	Montage à reflux.	48
<b>II-6</b>	Banc Kofler.	49
<b>II-7</b>	L'analyseur d'humidité Sartorius.	51
<b>II-8</b>	Structure d'une mousse liquide.	52
<b>II-9</b>	Tensiomètre LAUDA.	53
<b>III-1</b>	Les échantillons d'huile à analyser.	54
<b>III-2</b>	Détermination de température d'ébullition.	54
<b>III-3</b>	Évolution de la température d'ébullition en fonction d'huile.	55
<b>III-4</b>	Pycnomètre + les huiles.	56
<b>III-5</b>	Mesure de pycnomètre vide.	56
<b>III-6</b>	Mesure de pycnomètre rempli avec l'huile.	56
<b>III-7</b>	Mesure de pycnomètre rempli avec l'eau.	57
<b>III-8</b>	Évolution de la densité en fonction d'huile.	58
<b>III-9</b>	Viscosimètre à chute bille	59
<b>III-10</b>	Évolution de la viscosité des huiles.	59

<b>III-11</b>	Les huiles dans l'étuve.	60
<b>III-12</b>	Les huiles refroidies dans le dessiccateur.	61
<b>III-13</b>	Évolution de l'humidité des huiles.	62
<b>III-14</b>	Montage de dosage.	63
<b>III-15</b>	Évolution de l'indice d'acide en fonction d'huile.	64
<b>III-16</b>	Les produits de l'indice de saponification.	64
<b>III-17</b>	Montage à reflux de l'indice de saponification.	65
<b>III-18</b>	Dosage de mélange avant le point d'équivalence.	66
<b>III-19</b>	Dosage de mélange après le point d'équivalence.	66
<b>III-20</b>	Variation de l'indice de saponification en fonction d'huiles.	67
<b>III-21</b>	Montage à reflux de saponification à chaud.	69
<b>III-22</b>	Relargage de savon.	69
<b>III-23</b>	Filtration sous vide du savon.	70
<b>III-24</b>	Savons solides à chaud dans les moules.	70
<b>III-25</b>	Les produits de fabrication du savon solide à froid.	71
<b>III-26</b>	Saponification à froid.	71
<b>III-27</b>	Savons solides à froid dans les moules.	72
<b>III-28</b>	Savons mous à froid dans les moules.	72
<b>III-29</b>	La mesure du point de fusion des savons solides à chaud et à froid.	73
<b>III-30</b>	Température de fusion des savons solides à chaud.	74
<b>III-31</b>	Température de fusion des savons solides à froid.	74
<b>III-32</b>	Température de fusion des savons mous.	75
<b>III-33</b>	Variation de la densité des savons solides à chaud.	76
<b>III-34</b>	Variation de la densité des savons solides à froid.	77
<b>III-35</b>	Variation de la densité des savons mous.	78
<b>III-36</b>	Dessiccateur humidité.	79

<b>III-37</b>	Variation du taux d'humidité des savons solides à chaud.	80
<b>III-38</b>	Variation du taux d'humidité des savons solides à froid.	81
<b>III-39</b>	Détermination de taux d'humidité des savons mous.	82
<b>III-40</b>	Variation du taux d'humidité des savons mous.	82
<b>III-41</b>	Avant le point d'équivalence par HCl (0.1N).	84
<b>III-42</b>	Avant et après le point d'équivalence par HCl (1N).	84
<b>III-43</b>	Dosage des alcalins libres.	87
<b>III-44</b>	Avant et après l'agitation.	90
<b>III-45</b>	Évolution de la hauteur de la mousse des savons solides à chaud par NaOH en fonction de temps.	91
<b>III-46</b>	Évolution de la hauteur de la mousse des savons solides à froid en fonction de temps.	93
<b>III-47</b>	Évolution de la hauteur de la mousse des savons mous à froid par KOH en fonction de temps.	94
<b>III-48</b>	Préparation de la solution mère.	96
<b>III-49</b>	Préparation de la solution filles.	96
<b>III-50</b>	Mesure de la tension superficielle des savons.	97
<b>III-51</b>	Évolution de tension superficielle des savons solides à chaud en fonction de la concentration.	98
<b>III-52</b>	Évolution de la tension superficielle des savons solides à froid en fonction de la concentration.	99
<b>III-53</b>	Évolution de la tension superficielle des savons mous en fonction de la concentration.	101

## Liste des tableaux

N°	Titre	Pages
<b>I-1</b>	La composition en acides gras de quelques huiles végétales.	06
<b>I-2</b>	Point de fusion de quelques acides gras.	12
<b>I-3</b>	Caractéristiques physiques de quelques huiles.	13
<b>I-4</b>	Caractéristiques des différents types de friture.	21
<b>I-5</b>	Illustration des types d'altération.	26
<b>I-6</b>	Aperçu de caractéristiques d'huiles.	36
<b>III-1</b>	Température d'ébullition des huiles.	55
<b>III-2</b>	Évolution de la densité en fonction d'huile.	57
<b>III-3</b>	Détermination de la viscosité d'huile.	59
<b>III-4</b>	Taux humidité des huiles.	61
<b>III-5</b>	Évolution de l' $I_A$ en fonction d'huile.	63
<b>III-6</b>	L'indice de saponification des huiles de friture.	67
<b>III-7</b>	Grammage de NaOH et KOH pour fabriquer le savon.	68
<b>III-8</b>	Point de fusion des savons.	73
<b>III-9</b>	La densité des savons solides à chaud.	76
<b>III-10</b>	La densité des savons solides à froid.	77
<b>III-11</b>	La densité des savons mous.	78
<b>III-12</b>	Taux d'humidité des savons solides à chaud et à froid.	79
<b>III-13</b>	Taux d'humidité des savons mous.	82
<b>III-14</b>	La quantité d'acide gras contenue dans les savons solides à chaud.	85

<b>III-15</b>	La quantité d'acide gras contenue dans les savons solides à froid.	85
<b>III-16</b>	La quantité d'acide gras contenue dans les savons mous.	86
<b>III-17</b>	La teneur en alcalin libre contenue dans les savons solides à chaud.	88
<b>III-18</b>	La teneur en alcalin libre contenue dans les savons solides à froid.	88
<b>III-19</b>	La teneur en alcalin libre contenue dans les savons mous.	89
<b>III-20</b>	La variation de pouvoir moussant des savons solides à chaud.	91
<b>III-21</b>	La variation de la pouvoir moussant des savons à froid.	92
<b>III-22</b>	La variation de la pouvoir moussant des savons mous.	94
<b>III-23</b>	La variation de tension superficielle des savons solides à chaud.	97
<b>III-24</b>	La variation de la tension superficielle des savons solides à froid.	99
<b>III-25</b>	La variation de la tension superficielle des savons mous.	100

*Introduction*

*générale*

## **Introduction générale :**

Les huiles végétales représentent un vaste ensemble très varié de corps gras d'origine, de composition, de qualité et de goûts différents. Celles-ci sont présentées selon leurs caractéristiques physico-chimiques, leurs compositions en acides gras, en composés mineurs, et leurs usages. Toutes ont un intérêt différent.

Elles jouent un rôle majeur dans notre alimentation, qu'elles soient utilisées en complément alimentaire, en cosmétique, en certaines médecines douces ou dans la cuisine pour frire les aliments (huile de friture), les huiles végétales font partie de notre quotidien.

Leur devenir au cours des opérations de friture dépend des conditions de mise en œuvre en particulier la température au bain de friture qui est en moyenne de 180°C, la durée de chauffage, le nombre de cycles et le type d'aliment.

Donc, l'huile de friture n'est plus propre à la consommation. Elle peut fortement altérer le goût des fritures et même devenir toxique. Elle représente également un facteur d'incendie important ainsi, elle doit être jetée de façon responsable afin de ne pas détériorer l'environnement.

Cependant, l'huile de friture usagée reste un déchet d'aliment grasse. Elle peut donc être réutilisée de façon éco responsable comme la fabrication des bougies et des savons.

Le savon est un agent de nettoyage et un produit composé de molécules amphiphiles obtenues par une combinaison de graisses, d'une base forte, spécifiquement l'hydroxyde de sodium ou l'hydroxyde de potassium et de l'eau. Il se présente sous différentes formes, telles que des poudres (ex : détergents), des liquides et des solides, cette réaction est effectuée à chaud ou à froid. Son caractère amphiphile lui donne ses propriétés caractéristiques, notamment la formation de mousse et d'émulsions utiles pour le lavage.

L'objectif de notre étude consiste à étudier la fabrication des savons à partir d'une huile végétale de friture utilisée plusieurs fois.

Pour cela notre travail, a été scindé en plusieurs parties, comme suit :

- Une introduction.
- Une synthèse bibliographique englobant les différentes notions clés de ce sujet, elle est consacrée à des généralités sur les huiles végétales (leurs définitions, compositions et caractéristiques,...etc), au procédé de friture (leurs objectifs, l'influence des facteurs sur les principaux paramètres de la friture, leurs types et dispositifs, les réactions de

dégradation des huiles de friture et le recyclage d'huile de friture,...etc) et basée surtout sur les savons (leurs histoires, leurs propriétés, choix des corps gras et le procédé de fabrication du savon mou et solide).

- Le deuxième chapitre intitulé « matériels et méthodes » dans lequel sont présentés :
  - Les principes des propriétés physico-chimiques des huiles.
  - Les procédés de fabrication du savon, on utilise deux méthodes tel que : la méthode à froid est la plus simple et facile et la méthode à chaud est similaire au procédé à froid, mais ici, la saponification est réalisée à l'aide d'une chaleur.
  - Les principes des analyses physico-chimiques effectuées sur le savon.
  - Les principes et le fonctionnement des appareils qui sont utilisé pour détecter et effectuer les analyses précédant.
- Le dernier chapitre intitulé « résultats et discussions » dans lequel :
  - Nous avons expliquée en détaille tous les manipulations qui nous avons fait (les analyses physico-chimiques des huiles, la fabrication des savons et les traitements des savons) avec des images.
  - Nous avons calculée et marquée tous les résultats obtenus.
  - Nous avons schématisée les résultats par des tableaux et des courbes pour interpréter.
  - Nous avons écrit nos remarques et observations.
  - Nous avons interpréter tous les résultats obtenus et comparait entre eux.
- Une conclusion générale.

# *Chapitre I :*

## *Étude bibliographique*

## **I.1 Généralités sur les huiles végétales**

### **I.1.1 Définition et généralité**

Les huiles sont des produits métaboliques que l'on trouve principalement dans les noix, les graines et les semis. Ils utilisent la plante comme réserve d'énergie et attirent les animaux. Les graines contiennent tout ce dont la nouvelle plante a besoin pour un départ parfait dans la vie la force de la nature ! Et c'est exactement cette énergie qui est bonne pour nous aussi. Nous pouvons utiliser la force vitale des plantes pour soutenir notre santé et notre bien-être [1].

Une huile végétale est composée à 100 % de lipides : elle est tirée des corps gras de certains fruits oléagineux, de noyaux (huile de noyaux d'abricots ...), de pépins (huile de pépins de raisin...), de graines (huile de sésame...). On les utilisent en cuisine, évidemment, mais aussi en cosmétique. Riches en acides gras et en vitamines, elles nourrissent la peau et les cheveux, préviennent le dessèchement cutané, luttent contre les signes de vieillissement [2].

Les huiles végétales peuvent être valorisées comme carburant soit brut dans des moteurs ou des brûleurs adaptés, soit modifiées chimiquement par estérification leur confiant des caractéristiques physico-chimiques très proches de celles du gasoil [3].

### **I.1.2 Compositions chimiques des huiles végétales**

La construction des huiles végétales natives est très simple, elles sont constituées de triglycérides, c'est-à-dire de trois acides gras principalement différents, qui sont liés à une molécule de glycérine. Ces acides gras attachés peuvent être saturés, monoinsaturés ou sont cette polyinsaturés. Selon la composition [1].

#### **I.1.2.1 La fraction saponifiable (les constituants majeurs)**

##### **I.1.2.1.1 Triglycéride (ou triesters d'acides gras)**

Les triglycérides (ou triacylglycérols) sont des triesters (leur structure générale dans (la fig. I-1) formés par une réaction entre le propane-1,2,3-triol (glycérol) et des acides gras, c-à-dire liaison esters d'acides gras et de glycérol [4]. Ils sont constitués près de 98 % de la matière grasse (fig. I-2).

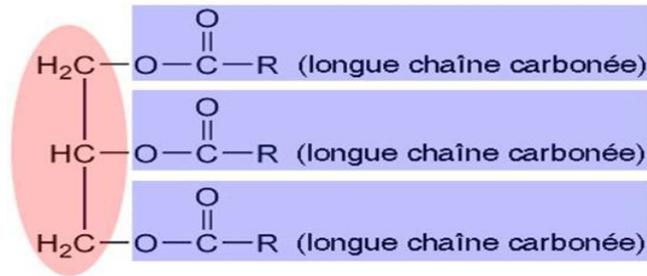


Figure I-1 : Structure de triglycéride.

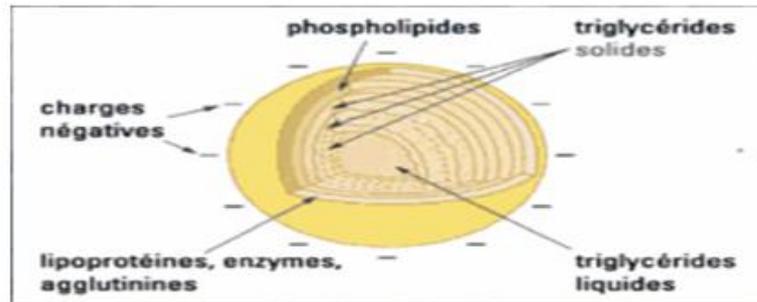


Figure I-2 : Structure globale d'une matière grasse.

La condensation de trois molécules d'acides gras sur une molécule de glycérol, par perte de trois molécules d'eau. (fig. I-3 montre la réaction générale de formation d'un triglycéride) ; on peut bien voir la formation du lien ester entre la fonction alcool du glycérol et la fonction acide carboxylique de chaque acide gras.

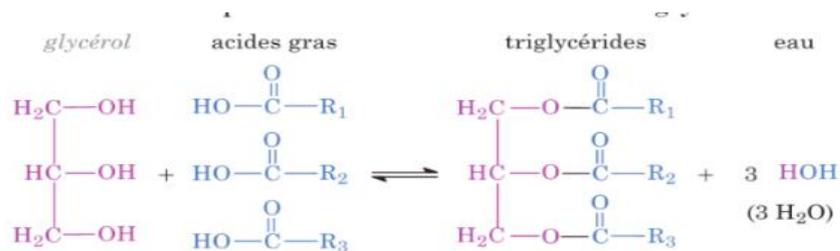


Figure I-3 : La réaction d'estérification.

Les triglycérides sont dits « purs » si les trois acides gras sont identiques et « mixtes » si au moins un des acides gras est différent. La majorité des triglycérides sont mixtes, le nombre des combinaisons possibles des acides gras dans les molécules de triglycérides est considérable, ce qui fait de la matière grasse une des graisses les plus complexes qu'on connaisse. Comme nous le verrons plus loin, on l'appelle diglycéride si on est en présence de deux esters d'acides gras et monoglycéride s'il y a un seul ester d'acides gras puisque la partie

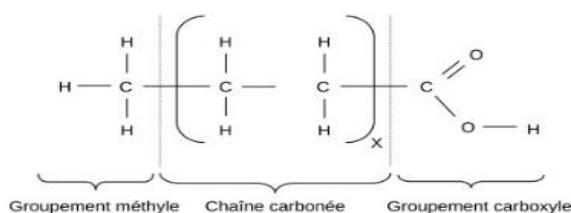
glycérol est identique dans tous les triglycérides, ce sont les acides gras qui leur confèrent leurs différentes propriétés physicochimiques. Ces propriétés varient suivant la composition en acides gras et la position de ces derniers sur la molécule [5] [6].

### I.1.2.1.2 Les acides gras :

En 1823, M.E. Chevreul décrivait pour la première fois la structure glycéridique des huiles et graisses en définissant la notion d'acide gras comme composant majeur et différencié, le terme d'acide gras s'applique désormais très largement puisqu'il englobe les chaînes monoacides, saturées et insaturées, mais également plusieurs groupes de composés similaires avec des chaînes carbonées plus ou moins complexes et avec un ou plusieurs groupes fonctionnels supplémentaires. Comme les acides gras peuvent subir plusieurs réactions chimiques ou métaboliques (oxydation, scission, polymérisation...) [7].

Les acides gras (sa structure dans la fig. I-4) sont des acides carboxyliques (-COOH) à longue chaîne aliphatique (R). Confère à la matière grasse son caractère hydrophobe constitué d'un nombre pair d'atomes de carbone (au moins 4) [4] [5] [6] [8].

Deux caractéristiques importantes des acides gras influent sur leurs propriétés physicochimiques, la présence de doubles liaisons (insaturations) et le nombre d'atomes de carbone (toujours pair, entre 4 et 32). La position des doubles liaisons sur la molécule affecte les propriétés des acides gras [5] [6]. La figure au dessus montre la structure des principaux acides gras dans triglycérides.



**Figure I-4 :** Structure générale d'un acide gras.

- **Les acides gras saturés :** Ils ont le plus souvent un nombre pair de carbone (4 à 30) et ont pour formule générale :  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$ . Ils sont nommés à partir de l'hydrocarbure saturé avec le même nombre de carbone. L'acide gras avec 18 carbones est nommé acide octadécanoïque (de octadécane) mais aussi acide stéarique (fig. I-5) [7].

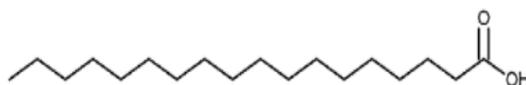
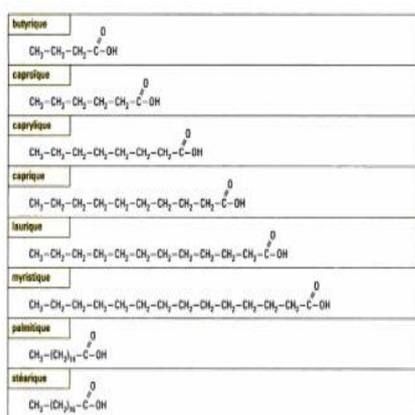
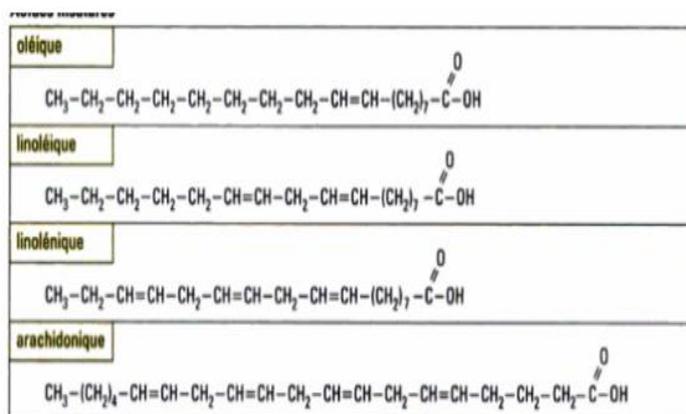


Figure I-5 : Acide stéarique.

➤ **Les acides gras insaturés** : à 18 atomes de carbone qui possèdent 1, 2 ou 3 doubles liaisons sont les plus importants au sein du monde végétal et animal terrestre. Ceux qui possèdent 4 doubles liaisons et plus de 20 atomes de carbone sont quant à eux majoritaires dans le monde marin. La formule semi-développée des acides gras est la suivante (fig. I-6) [4].



(a)



(b)

Figure I-6 : Structure des principaux acides gras saturé et insaturé ; (a) acides saturés, (b) acides insaturés.

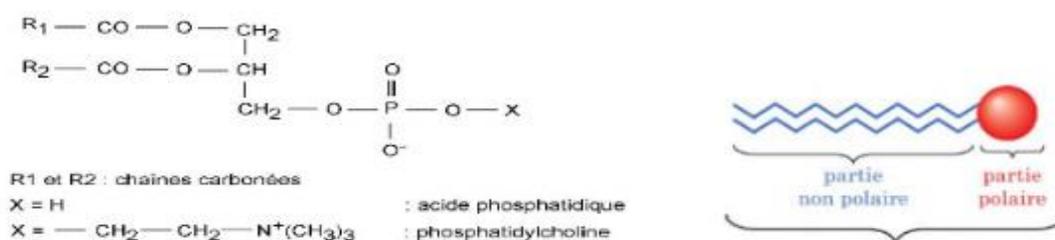
Le tableau suivant représente la composition en acides gras de quelques huiles végétales

Tableau I-1 : La composition en acides gras de quelques huiles végétales.

	Arachide	tournesol	Olive	Soja	Maïs	Colza
<b>AGS</b>	21	14	12	16.5	13.5	7
<b>AGMI</b>	57	22	81	25.5	28.9	81
<b>AGPI</b>	22	64	7	58	57.6	12

### I.1.2.1.3 Les glycérophospholipides :

Les glycérophospholipides ou plus simplement appelés phospholipides (PL) (fig. I-7) ; sont des dérivés du phosphoryle-3-glycérol. Ils sont classés comme lipide complexe est constituée d'un squelette glycérol acylé par 1 ou 2 molécules d'AG [9] [6] ; ils sont des substances tensions actives localisées à la surface des corpuscules lipidiques.



**Figure I-7 :** La structure générale d'un phospholipide.

La teneur relativement élevée en phospholipides des huiles de soja (deux à trois fois plus élevée que celle rencontrée communément dans les huiles végétales) s'explique par la faible taille des corpuscules lipidiques, résultant ainsi en une plus grande surface par unité de masse de lipide. Bien que la fraction phospholipidique des graines de soja contienne de nombreuses substances différentes. Elle possède de nombreuses applications alimentaires, médicales et industrielles. Du fait de leur propriété émulsifiante [10].

Les deux plus importants phospholipides sont les lécithines et les céphalines. Les deux se composent de glycérol estérifié par deux acides gras et par l'acide phosphorique auquel se rattache un groupement azoté [6].

### I.1.2.2 La fraction insaponifiable (les constituants mineurs) :

La fraction insaponifiable ne représente au total que 1 % de la matière grasse, regroupe tous les constituants de la matière grasse qui ne réagissent pas avec la soude ou la potasse pour former des savons [5]. On retrouve principalement dans la fraction insaponifiable les stérols, les caroténoïdes et les vitamines liposolubles a, d, e et k [6].

### I.1.2.2.1 Les caroténoïdes :

Le plus important est le  $\beta$ -carotène, précurseur de la vitamine a. Ils sont responsables de la couleur jaune du beurre, varient beaucoup avec les conditions d'alimentation de l'animal et ont tendance à s'oxyder du fait de leur forte insaturation (fig. I-8) [5].

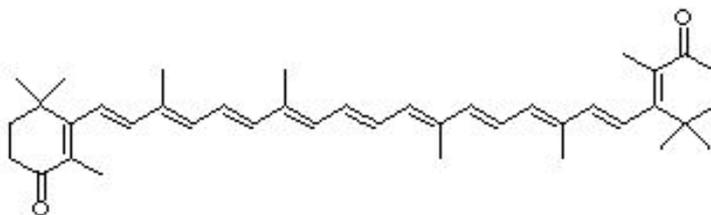


Figure I-8 : La structure générale d'un caroténoïde.

### I.1.2.2.2 Les tocophérols :

Dont la vitamine e ( $\alpha$ -tocophérol), sont sensibles à l'oxygène et aux oxydants, notamment la lumière. Conjointement avec les phosphoaminolipides, ils jouent un rôle d'antioxydants naturels et contribuent à protéger la matière grasse contre l'oxydation (fig. I-9) [5].

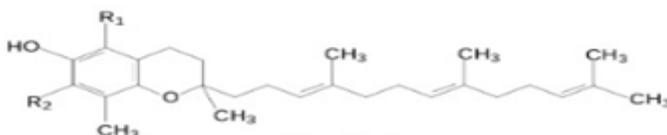


Figure I-9 : Structure chimique de tocophérol.

### I.1.2.2.3 Les stérols :

Les stérols libres (0,3 % à 0,4 % de la matière grasse), principalement du cholestérol qui se retrouve au sein des triglycérides, ou associé à la membrane lipoprotéique des globules de matière grasse, ou sous forme de complexe avec les protéines dans la phase non grasse (fig. I-10).

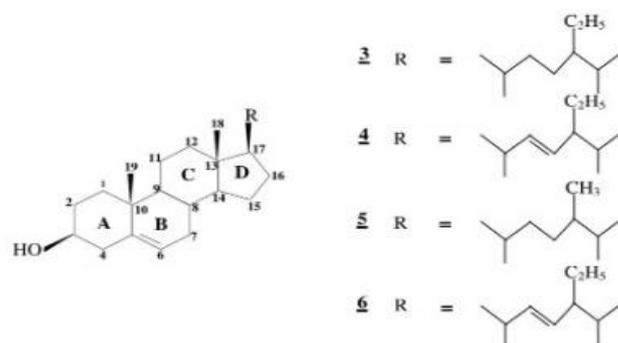


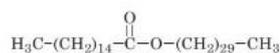
Figure I-10 : Structure de stérol.

Le cholestérol est associé à certaines maladies cardiovasculaires lorsqu'il se lie aux différentes lipoprotéines présentes dans le sang. L'ergostérol et le 7-dehydrocholestérol sont en quantité très faible et se transforment en vitamine D lors de l'exposition à la lumière [5].

#### I.1.2.2.4 Les cérides (ou cires) :

Sont des esters d'acides gras et de mono alcool aliphatique chez les végétaux. Elles contribuent à la formation des pellicules protectrices des graines et des fruits [12].

Les cérides sont des composés que l'on trouve par exemple dans les cires d'abeilles ou les cires d'insectes en général, dans la graisse de baleine et de cachalot, dans la couche cireuse présente à la surface des feuilles de certaines plantes, sur la peau de divers fruits, dans la graisse qui imprègne la toison des moutons et même dans le sébum de la peau humaine. Chez les végétaux, les cires permettent de limiter la déshydratation. Chez les animaux, elles sont présentes à la surface des poils, de la peau ou des plumes, et servent de revêtement protecteur. D'un point de vue chimique, ce sont des monoesters formés par l'union d'un acide gras à longue chaîne avec un monoalcool saturé à longue chaîne ou un stérol. Dans la première catégorie, on trouve la cire d'abeille (fig. I-11) [8].



monoester majoritaire  
de la cire d'abeille

[a]



[b]

**Figure I-11** : La cire d'abeille (b) est de composition variable selon l'environnement végétal et la race des abeilles. Elle contient majoritairement (a) du palmitate de myricyle, un monoester correspondant à la formule brute  $\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOC}_{30}\text{H}_{61}$ .

#### I.1.2.2.5 Hydrocarbures :

Ces composés forment le groupe de lipides le plus simple puisqu'ils ne contiennent que du carbone et de l'hydrogène (fig. I-12). Les organismes vivants contiennent fréquemment des hydrocarbures dérivés directement des acides gras. Leur présence est connue depuis 1892 lorsque l'undécane et l'eicosane furent identifiés respectivement chez des fourmis et une plante, la bryone dioïque. La majorité des hydrocarbures ont une chaîne avec un maximum de 36 carbones, linéaire (chaîne normale) ou substituée par un ou plusieurs groupes méthyle (chaîne ramifiée ou branchée) [7].



**Figure I-12** : Structure d'hydrocarbure.

La figure suivante rassemblé toutes les compositions des huiles végétales dans un schéma :

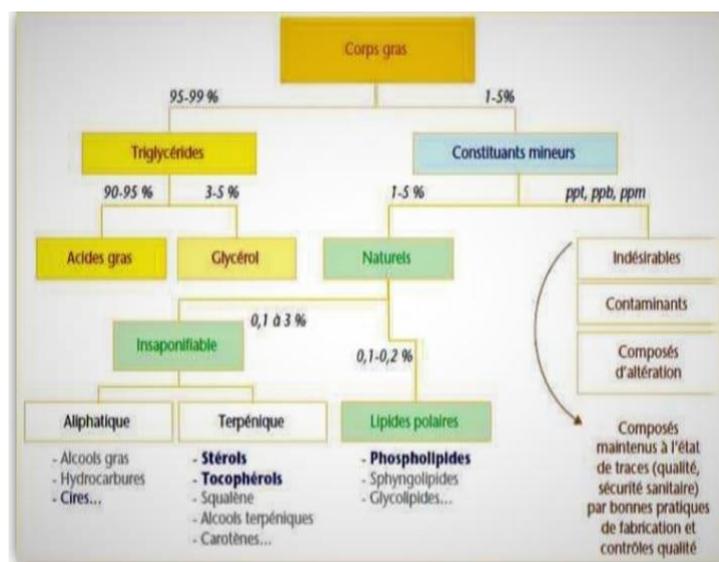


Figure I-13 : Référence à l'ensemble des constituants des corps gras.

### I.1.3 Caractéristiques physico-chimiques des huiles végétales :

#### I.1.3.1 Propriété physique :

##### I.1.3.1.1 Etat naturel :

Les corps gras sont solides (cas des graisses) ou liquides (cas des huiles) suivant leurs compositions chimiques, ils sont d'autant plus solides qu'ils sont plus saturés [12].

##### I.1.3.1.2 La densité :

La densité d'un corps est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence [11] ; c'est la masse de l'unité de volume exprimée en gramme par  $\text{cm}^3$  à la température donnée. La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964.

##### I.1.3.1.3 La viscosité :

La viscosité est un paramètre important de la qualité de la plupart des produits. C'est une grandeur physique qui exprime la capacité d'un corps à s'opposer au cisaillement [12].

Elle est liée à la longueur des chaînes grasses et de leurs degrés d'insaturation. Elle est déterminée en mesurant le temps nécessaire pour passer une quantité donnée d'huile à travers un orifice d'ouverture donnée [11].

Les huiles saturées sont plus visqueuses que les huiles insaturées, car la viscosité diminue légèrement lorsque le degré d'insaturation s'accroît.

**I.1.3.1.4 La solubilité :**

Les acides gras à courte chaînes sont solubles dans l'eau ils deviennent insolubles avec l'augmentation du nombre du carbone dans la chaîne et ils deviennent solubles dans les solvants organiques (cétone, aldéhyde, benzène, chloroforme) et donc les lipides. Ils dépendent de la longueur de la chaîne carbonée et de nombre d'insaturations [12].

**I.1.3.1.5 Point de fusion ( $T_f$ ) et le point de solidification ( $T_s$ ) :**

Par définition, le point de fusion est la température à laquelle l'huile passe de l'état solide à l'état liquide [11], c'est le point de fondation qui permet d'apprécier le degré de pureté des corps gras, les huiles à l'état naturel ne présentent jamais un point de fusion mais une zone de fusion. On distingue à température ambiante :

- **Les huiles fluides :** Cette caractéristique témoigne d'un nombre total de doubles liaisons important et donc d'une teneur élevée en acides gras insaturés ;
- **Les huiles solides ou graisses concrètes :** la solidité est due à leur richesse en acides gras saturés [12].

Tandis que le point de solidification est la température à laquelle l'huile passe de l'état liquide à l'état solide c'est-à-dire l'inverse de point de fusion.

Ces deux propriétés sont cependant en relation avec la nature des acides gras saturé ou insaturé. Il s'avère alors que les points de solidification élevés sont dus aux points de fusion élevés des acides gras saturés. Donc, plus bas est le degré d'insaturation, plus haut sera le point de solidification des huiles [11].

Ainsi, les huiles végétales avec en prédominance des acides gras saturés ont des points de fusion et points de solidification élevés, alors ces huiles sont solides à température ambiante ce qui ne favorise pas leur utilisation comme carburant.

Le tableau ci-après donne les points de fusion de quelques acides gras [11].

**Tableau I-2 :** Point de fusion de quelques acides gras.

Acides gras	Nombre de carbone	Point de fusion (°C)
Myristique	14	57.0
Palmitique	16	63.5
Stéarique	18	73.1
Oléique	18 : 1	5.5
Linoléique	18 : 2	-13.1
Linoléique	18 : 3	-24.2

**I.1.3.1.6 Le point trouble et le point d'écoulement :**

Ces deux propriétés permettent de caractériser le comportement à froid des huiles. Le point trouble correspond au début de solidification c'est-à-dire la température pendant laquelle les précipités solides commencent à se former dans les huiles liquides homogènes. La température à laquelle l'huile n'est plus capable de couler librement est désignée sous le terme de point d'écoulement [11].

**I.1.3.1.7 La couleur :**

La couleur dépend de la nature de l'huile, des traitements subis et d'autres paramètres ; elle peut varier de l'incolore au brun foncé.

**I.1.3.1.8 La masse volumique :**

C'est le quotient de la masse de corps gras par son volume à une température donnée (20°C) [11].

$$\rho = m/V \quad (\text{Eq.1})$$

Avec, m : La masse g;  
V : Le volume cm<sup>3</sup>.

**I.1.3.1.9 L'indice de réfraction :**

C'est le rapport de la vitesse de la lumière dans le vide sur la vitesse d'une onde lumineuse dans le milieu (à la température donnée). Sa mesure se fait en utilisant le réfractomètre [11].

Le tableau ci-après donne les caractéristiques physiques des quelques huiles végétales.

**Tableau I-3 :** Caractéristiques physiques de quelques huiles.

	Point de fusion (°C)	Densité	Viscosité (cSt) à ....°C (5 ?)
Gasoil / FOD	-12 /	0,83 /	4,2 /
huile de tournesol	-15	0,94	66
huile de lin	-24	0,93	45-50
huile de colza	< 2	0,91	98
huile de son de riz	-5 à -10	0,91	
huile de maïs	-18 à -10	0,90	65 - 72
huile d'olive	0	0,91	84
huile de ricin	-10	0,96	625 - 1041
huile de sésame	- 4 à - 16	0,91	72
huile de pin	?	0,94	19
huile de soja	- 15	0,91	57-76
huile de palme	37 à 40	0,92	-
huile d'arachide	2 à 13	0,94	84
huile de palmiste	26 à 28	0,92	-
huile de coco	21 à 25	0,92	-

### I.1.3.2 Propriétés chimiques :

Afin de juger la valeur utilitaire des plantes oléagineuses, il convient de déterminer les constantes chimiques de leurs huiles, car elles exercent une influence pour une éventuelle utilisation. Ces constantes portent conventionnellement le nom d'indice et dépendent de la nature du corps gras. Ces indices sont : l'indice de saponification, l'indice d'acide, l'indice d'iode et l'indice de peroxyde [11].

#### I.1.3.2.1 Indice d'iode :

C'est le nombre de gramme d'iode fixé par 100 g de corps gras, c'est une addition pure et simple d'iode sur les doubles liaisons [12], les liaisons éthyléniques, en particulier celles des acides gras, fixent les halogènes. Cette réaction d'addition peut être utilisée pour déterminer quantitativement l'insaturation globale des chaînes grasses. Bien que l'iode se fixe trop difficilement pour être utilisé dans la pratique de la détermination, l'habitude est prise d'exprimer l'insaturation par la quantité d'iode que peut fixer le corps gras étudié.

Cette définition n'est pas harmonisée avec celle des autres indices, l'unité choisie pour l'indice d'iode est dix fois plus grande que celle retenue pour les autres. Plus l'indice est élevé, l'huile est insaturée et peu résistante à l'oxydation ; saturée, elle est résistante à l'oxydation mais est souvent solide à température ambiante (20°C) (fig. I-14) [11].

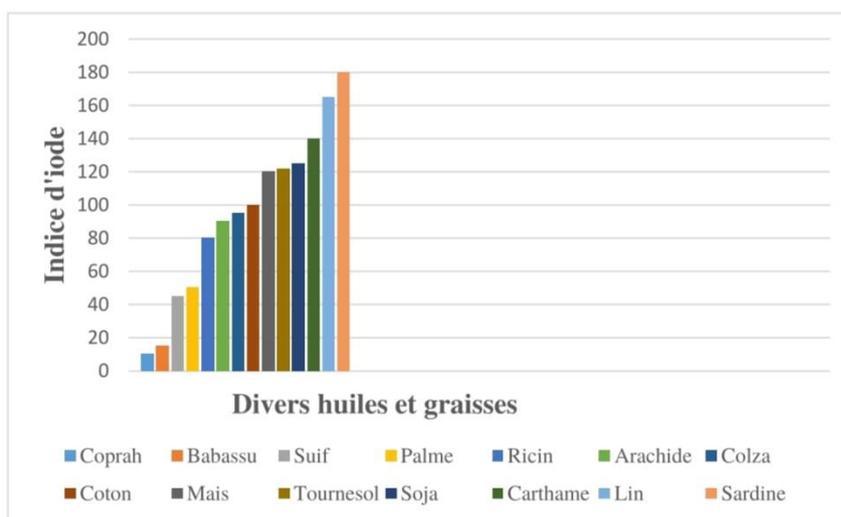


Figure I-14: L'indice d'iode de diverses huiles et graisses.

**I.1.3.2.2 Indice de peroxyde :**

C'est le nombre de milliéquivalents grammes d'oxygène actif par kilogramme de corps gras (meq.g. d'O<sub>2</sub>/kg de corps gras). Cet indice permet d'évaluer le degré d'oxydation des acides gras insaturés de la matière grasse (rancissement), pour des huiles ou graisses alimentaires, ou à usage cosmétiques (ex : beurre de karité, huile d'aragne) [12] [13].

**I.1.4 Procédé de production des huiles végétales :**

Avant de procéder à la récupération de l'huile contenue dans les organes végétaux à traiter, un contrôle attentif de la matière première (éléments étrangers, grains détériorés) s'impose et des opérations préliminaires sont généralement nécessaires, qu'elles soient générales (nettoyage, séchage) ou particulières : lavage des olives, délantage du coton, décorticage de l'arachide, du soja ou du tournesol... [13].

**➤ Traitement des graines :**

La production de l'huile brute est réalisée par trituration qui comporte, le nettoyage et la préparation des graines, le décorticage, le broyage et l'aplatissage, la cuisson, la pression suivie par une extraction [14].

**➤ Traitement des huiles (raffinage) :**

L'objectif principal du raffinage est de réduire son contenu en éléments mineurs non triglycérique qui ont un effet néfaste sur sa qualité en termes de stabilité oxydative. Il convient par ailleurs, de ne pas endommager la fraction triglycérique et de conserver un maximum de constituants reconnus comme bénéfiques (tocophérols, stérols etc.) [12]. Le comportement successive de raffinage indiqué dans la figure ci-dessous.

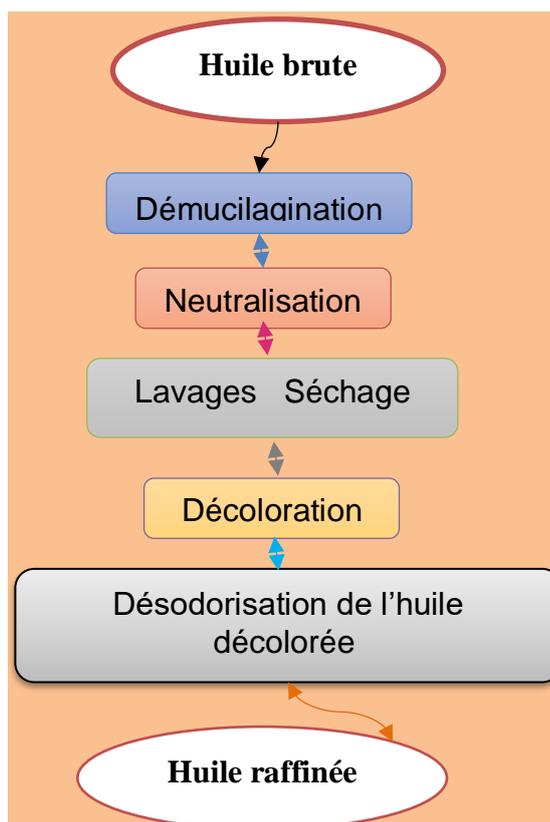


Figure I-15 : Schéma de raffinage.

### I.1.5 Les huiles végétales dans la cosmétique et la friture :

Il existe sur le marché différentes marques d'huiles végétales quel que soit utilisées pour :

- **Cosmétique :** (comme l'huile d'amande douce, d'argan, coco, jojoba, avocat...etc.)

Sont utilisés depuis la nuit des temps comme des alliés beauté. En effet, elles possèdent de nombreuses propriétés bénéfiques (vitamines, acides gras) et s'adaptent à tous les types de peau. Elles pourront être utilisées directement sur la peau, comme sérum, dans un masque, un baume, une crème ou pour vos cheveux [15].

- **La friture :** (comme huile de soja, tournesol, palme et maïs...etc.)

Aujourd'hui, le procédé de friture absorbe la majorité des huiles alimentaires produites dans le monde et des produits frits sont consommés sur tous les continents. Ces dernières décennies, l'évolution de nos modes de vie (éloignement du lieu de travail, restauration hors du foyer, alimentation déstructurée...) a contribué à la diversification des produits frits tant dans la restauration collective ou rapide que dans l'industrie agroalimentaire [16].

**I.2 Procédé de friture :****I.2.1 Définition :**

L'opération de friture est l'un des plus anciens procédés d'élaboration des aliments. Elle peut être réalisée à la poêle en présence de peu ou dans un grand volume de matières grasses [16], elle se fait en fonction de la température entre 150 et 180 °C [17].

**I.2.2 Rôle des huiles ou des graisses pour la friture :**

Les huiles communément utilisées pour la grande friture sont des huiles végétales, éventuellement additionnées d'antioxydants chimiques autorisés.

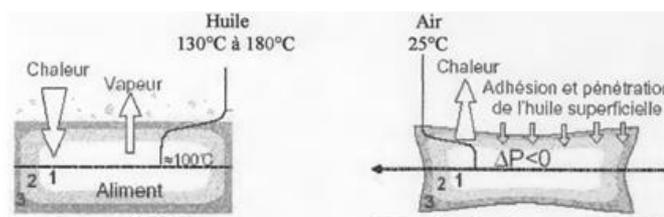
On emploie rarement des huiles végétales partiellement hydrogénées (semi-solides) ou à forte teneur en acides gras saturés (huile de coprah, huile de palme), ou encore des graisses animales, car leur aspect et leur goût ne sont pas très attrayants lors du refroidissement [18].

Heureusement, l'huile a également été un excellent milieu de transfert de chaleur pour la déshydratation de la nourriture pendant la friture, il fournit plusieurs attributs importants au produit frit qui rend la nourriture frite agréable au goût et souhaitable aux consommateurs, ceux-ci incluent :

- Texture ;
- De l'effet dans la bouche ;
- Arrière-goût et saveur des aliments frits [19].

La friture est un procédé de séchage et multifonctionnel réalisant en une étape divers traitements (déshydratation, texturation, cuisson, torréfaction, formulation directe) [20], elle permet de blanchir, cuire ou colorer l'aliment en fonction de la température utilisée. La friture est une cuisson très rapide provoquant une coagulation des protéines et la caramélisation des glucides, cette cuisson développe l'arôme, l'odeur, une couleur dorée et une texture croustillante, qui en sont les descripteurs spécifiques [17].

Aussi, elle permet une évaporation de l'eau à la surface des aliments qui permet de déshydrater la surface et former une croûte [19]. La figure I-16 propose une représentation schématique des phénomènes de transferts (matière, énergie), changement de phase, déformations en cours de friture et durant le refroidissement du produit hors du bain d'huile [23].



a- l'énergie et l'eau en cours de friture. b. huile pendant le refroidissement du produit hors du bain d'huile.

**Figure I-16 :** Représentation schématique des flux. Zone 1 : riche en eau (cœur) ; zone 2 : partiellement déshydratée ; zone 3 : très déshydratée (croûte).

### I.2.3 Influence de divers facteurs sur les principaux paramètres du procédé de friture :

#### I.2.3.1 Les facteurs liés au produit à traiter :

##### I.2.3.1.1 Influence de la nature du produit :

La composition initiale du produit (teneur en lipide, en carbohydrates et en eau) et sa structure (distribution des pores) joue un rôle important sur les grandeurs du procédé, notamment sur les caractéristiques organoleptiques du produit fini et sur l'absorption d'huile.

Dans la littérature, l'influence de la teneur en eau du produit sur le gain d'huile reste controversée. Par contre, les produits riches en matière grasse ont tendance à se dégraisser au cours du procédé. Il a été montré que pour un même type de produit végétal, la variété culturale influence l'absorption de matière grasse [22].

##### I.2.3.1.2 Influence de la taille du produit :

Il existe un nombre important de produits frits d'origine animale ou végétale, on trouve de la viande de volaille, de porc, du poisson, des produits de type frites, base généralement de produits amylacés (pomme de terre, plantain), ainsi que des produits de grignotage de type «chips» fabriqués à partir de produits amylacées et des fruits [23].

Par exemple les produits type « chips » : lors du traitement de patates douces par friture, ont montré que l'épaisseur des chips influence significativement l'absorption d'huile [23], ils correspondent à une « frite » fine pour laquelle la déshydratation est poussée jusqu'à l'élimination quasi complète de l'eau initiale. Le matériau final présente un faible volume

intérieur (de 0,5 à 4 mm d'épaisseur) constitué d'une matrice continue, vitrifiée et poreuse [23].

### **I.2.3.1.3 Influence du prétraitement subi :**

Les prétraitements les plus souvent effectués sur les produits avant friture sont : le blanchiment, le préséchage, la précuisson suivi ou non de la surgélation ou des revêtements de surface. Le blanchiment dans l'eau a pour objectifs d'éliminer les sucres réducteurs et d'inactiver les polyphénols oxydases. Concernant le préséchage, il a pour but de réduire la teneur en eau des produits à des valeurs de l'ordre de 10% base humide [22].

### **I.2.3.2 Les facteurs liés au bain de friture :**

#### **I.2.3.2.1 Influence de la composition de l'huile de friture :**

Ils dépendent de la composition de l'huile (AGS, AGI) et des additifs, la nature du CG qui est liée au degré d'insaturation de ses AG constitutifs. Les huiles contenant plus de 2% d'acide linoléique ne peuvent être employées pour la friture, car cet AGPI de la série des oméga 3 s'oxyde facilement en donnant des produits suspects (irritant et cancérigène).

De façon générale, plus l'huile est saturée plus elle est stable à la chaleur car elle est très peu réactive et ne risque pas de réagir avec l'oxygène environnant. En revanche, d'un point de vue nutritionnel, les huiles saturées ne sont pas aussi intéressantes : elles élèvent le cholestérol alors que les huiles polyinsaturées tendent à l'abaisser. Il faut donc chercher un compromis entre l'intérêt nutritionnel de l'huile et sa stabilité à la chaleur [21][25].

#### **I.2.3.2.2 Influence des traitements et de l'âge de l'huile de friture :**

Plusieurs facteurs influencent le vieillissement de l'huile, ce qui rend difficile de déterminer le moment précis pour changer l'huile. Une huile usée est d'apparence foncée, épaisse ou visqueuse, peut contenir des dépôts et peut avoir une saveur âcre. L'eau relâchée par les aliments lors de la friture attaque l'huile et libère des composés polaires plus susceptibles à l'oxydation et à la détérioration thermique qui s'accumulent au fil du temps. Le mode d'utilisation affecte ainsi la qualité de l'huile. La température critique à ne jamais atteindre ou dépasser est de 200°C. Pour chaque 10°C supérieur à 200°C atteints, l'huile vieillira jusqu'à deux fois plus vite [19].

Durée de vie d'une huile est 10 jours selon leur utilisation donc utiliser régulièrement des tests pour vérifier que l'huile n'est pas oxydée [24].

### I.2.3.3 Les facteurs liés à l'environnement technique :

#### I.2.3.3.1 Influence de la température de friture :

L'huile doit pouvoir supporter les hautes températures, on recommande donc l'utilisation de l'huile d'arachide, de tournesol et de carthame. L'utilisation d'un thermomètre à cuisson permet de mieux contrôler la température de cuisson [26], elle est fonction de la nature, de la taille, de l'épaisseur et du résultat escompté de l'aliment à frire [27] qui doit osciller entre 150 et 180 °C [26]. Plus l'aliment à frire est gros, plus la température doit être basse, ne pas frire en dessous de 160°C [24] et aussi ils s'imprègnent de graisse et conservent un mauvais goût [28]. La température ne doit pas dépasser 210-220 °C car l'huile risquerait de prendre feu [26], et il y a un dégagement d'acroléine et les vapeurs d'huile peuvent s'enflammer [17].

Il ressort que le procédé de friture est un moyen efficace de séchage de produits 90% de l'eau initiale est éliminée en 1 minute de traitement, lorsque la température passe de 130 à 170°C [29].

#### I.2.3.3.2 Influence de la durée de friture :

La durée de friture est l'un des paramètres importants dans le procédé de friture. En général, la durée de friture est fortement liée à la température et au rapport de masse entre produit/huile. Cette durée peut s'avérer courte (quelques minutes) lorsque la température employée est élevée de 150-200°C et serait pour certains auteurs responsables de la préservation de certains constituants nutritionnels. Lorsque la température se trouve être basse, la durée devient plus longue (24 min pour une température de 120°C), ce qui conduirait notamment aux problèmes d'absorption d'huile. Un temps plus long conduit également à une production plus intense en acides gras libres, des composés polaires tels que des dimères et des acylglycérols de triacylglycérol oxydés, et des polymères.

### I.2.4 Types de friture :

Il existe deux types de friture, lesquels se différencient par le rapport **R** entre la surface (**S**) du bain mesuré en **dm<sup>2</sup>** et le volume (**V**) d'huile exprimé en **m<sup>3</sup>**. **R** a donc les dimensions d'une surface spécifique. Le tableau ci-dessous montre les caractéristiques des différents types de friture.

Tableau I-4 : Caractéristiques des différents types de friture.

Type de friture	R	Volume d'huile (dm <sup>3</sup> )	Hauteur (mm)
Profonde	1,5	3,300	67
	2	2,400	49
Plate	20	0,250	5
	100	0,050	1

Avec **R** définie comme suit :

$$R = S/V \quad (\text{Eq.2})$$

Où **R** : rapport du bain ;  
**S** : surface du bain mesurée en dm<sup>2</sup> ;  
**V** : volume d'huile exprimé en m<sup>3</sup>.

#### I.2.4.1 Friture plate :

Ce type de friture consiste à mettre en contact une partie de la surface de la matrice alimentaire humide, ou à faible teneur en eau, avec une faible quantité de matière grasse. La friture plate (à usage ménager) se réalise dans une poêle [30].

#### I.2.4.2 Friture profonde :

Elle peut être définie comme une cuisson par immersion dans une huile ou une matière grasse comestible à une température au-dessus du point d'ébullition de l'eau. C'est un procédé rapide de transfert simultané de chaleur et de matières. La friture profonde reste une opération complexe à cause des deux transferts de matière de direction opposée au sein du matériau pour les produits à base d'amidon, de l'eau et quelques solutés s'échappent du produit et l'huile entre dans l'aliment. Parfois, même de la matière grasse peut s'échapper du produit vers le bain d'huile [31].

#### I.2.5 Les différents types de réactions de dégradation des huiles de friture :

Les principales réactions susceptibles d'affecter les corps gras lors de leur production ou de leur utilisation qui sont indiqués dans la figure I-17.



Figure I-17 : Différentes réactions de dégradation des huiles végétales.

### I.2.5.1 Réactions d'oxydation :

L'oxydation des graisses est une des principales réactions responsables de la dégradation chimique des aliments. Elle suscite une odeur et un goût de rance [32] souvent indésirables. Ces composés d'oxydation indésirables dérivent les hydro peroxydes, composés primaires de l'oxydation. Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont autocatalysées, car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides du bain. Les cations métalliques comme le fer et le cuivre peuvent aussi initier et accélérer les réactions d'oxydations [25].

Mais l'oxydation n'est pas seulement un problème sensoriel outre la perte de valeur alimentaire. Les graisses oxydées représentent aussi un risque pour la sécurité. Divers composés toxiques se forment. Pour limiter l'oxydation, le consommateur peut appliquer quelques règles de base la lumière favorisant l'oxydation elle doit être évitée au maximum [32].

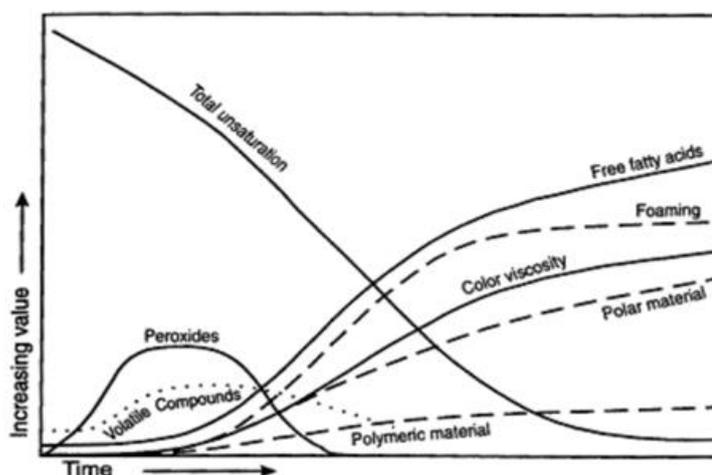


Figure I-18 : Les changements physiques et chimiques de l'huile pendant friture.

Les réactions d'oxydation de la matière grasse peuvent être de quatre types :

- **Auto-oxydation** : La réaction démarre par la formation de radicaux libres à partir des acides gras (action de la chaleur, de la lumière, de catalyseurs) ; elle mène à la formation de cétones, d'aldéhydes.

L'oxydation des lipides se déroule en trois phases (fig. I-19) :

- **Initiation** : Transformation d'acides gras insaturés en radicaux libres sous l'action de la chaleur, de la lumière, de métaux, etc.
- **Propagation**: Les radicaux libres réagissent avec l'oxygène pour donner des radicaux peroxy ; ces radicaux peroxy réagissent avec les acides gras ce qui forme des hydro peroxydes et de nouveaux radicaux libres (réaction en chaîne).
- **Terminaison**: Les radicaux s'associent pour donner des composés très divers menant à des saveurs parasites. L'oxydation des corps gras est influencée par différents facteurs comme les acides gras, l'oxygène, la température, la disponibilité en eau, les catalyseurs et les inhibiteurs [33].

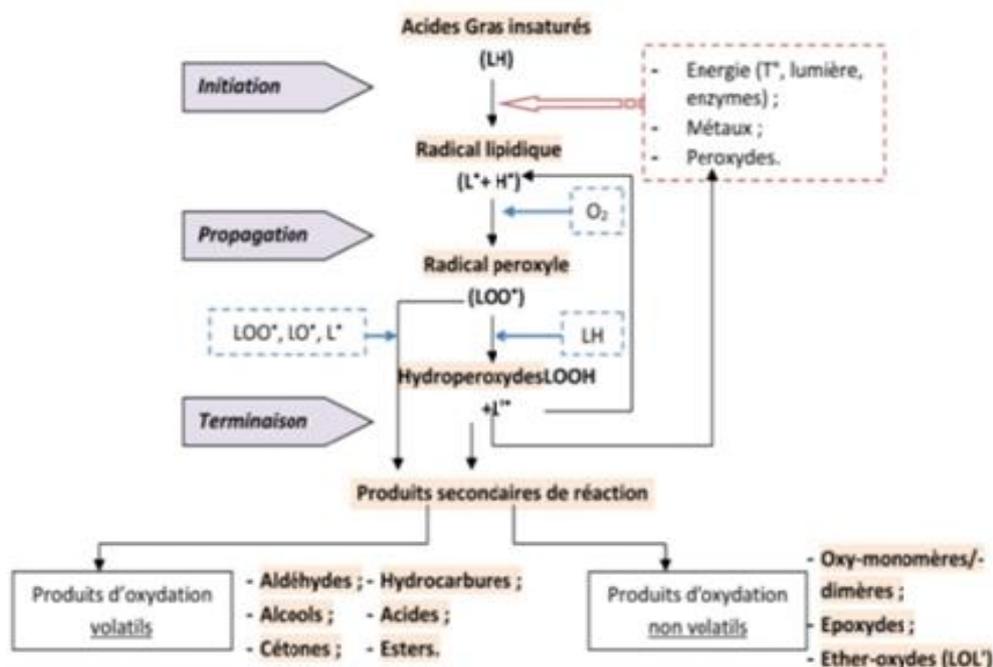


Figure I-19 : Schéma générale des réactions d'auto-oxydation des AGI.

- **Photo-oxydation:** L'oxygène est activé par la lumière et réagit avec des acides gras insaturés (addition sur les doubles liaisons) pour former des hydro peroxydes sans passer par la formation de radicaux.
- **Oxydation enzymatique :** L'oxydation est initiée par une enzyme (lipoxygénase, cyclo oxygénase),
- **Thermo-oxydation:** La thermo-oxydation prend place à haute température (huile de friture par exemple) [33].

### I.2.5.2 Polymérisation :

La température élevée favorise des réactions de polymérisation et de cyclisation : polymères radicalaire à structure acyclique, polymères thermiques à structure cyclique. Au cours du chauffage d'une matière grasse, il se crée des liaisons entre les chaînes de triglycérides d'AG d'un même triglycéride et entre les chaînes de triglycérides différents. Il peut s'agir de liaisons C-C très polaires ou de liaisons C-O-C plus polaires. Cela mènera à [23] la formation de produits de décompositions non volatils induits des modifications physiques de l'huile comme une augmentation de sa viscosité, de sa couleur [34], la densité et les caractéristiques de solidification [23].

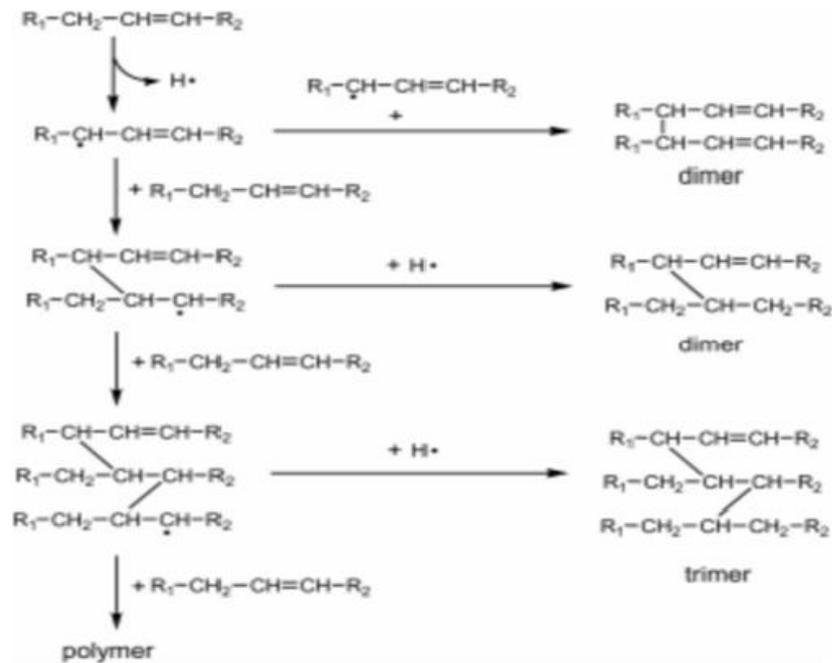


Figure I-20: Formation de polymère acyclique à partir d'acide oléique lors de la friture.

### I.2.5.3 L'hydrolyse :

Peut-être chimique (en conditions alcalines on parle de saponification) ou enzymatique. Elle conduit dans tous les cas à la décomposition partielle des triglycérides en leurs éléments constitutifs, c'est-à-dire à la libération d'acides gras libres [33].

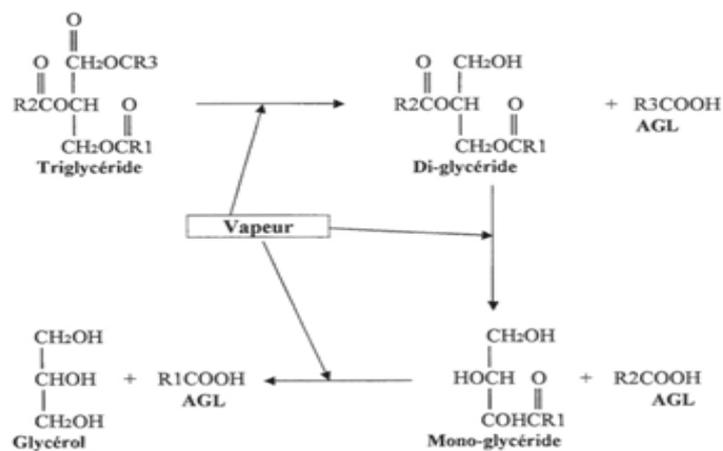


Figure I-21 : Mécanisme d'hydrolyse des huiles par l'effet de la vapeur des aliments pendant la friture.

### I.2.6 Les produits formés au cours du vieillissement de l'huile :

Au cours du chauffage à haute température des huiles et des graisses en présence d'air, les réactions d'oxydation et d'hydrolyse qui ont lieu conduisent à la formation de nouveaux produits complexes et indésirables [30], plus de 400 espèces diverses :

AGL, glycérides partiels et monomères cycliques représentent les composés de haut poids moléculaires. Les taux de produits d'altération, tels que les espèces chimiques nouvelles (E.C.N.), des glycérides polaires ou polymères augmentent avec la durée du chauffage et donc, avec le nombre de friture effectuées [25].

**Tableau I-5** : Illustration des types d'altération.

Type d'altération	Agent causal	Composés résultants
Oxydative	Air (oxygène)	Produit non volatils Monomères oxydés Dimères et oligomères Polymères oxydés
		Produits volatils Hydrocarbures, Cétones, aldéhydes, alcools, acides.
Thermique	Température	Monomères cycliques Dimères apolaires et oligomères. Polymères Acides gras trans (AGT)
Hydrolytique	Humidité	Acides gras libres (AGL)

### I.2.7 Les changements nutritionnels pendant la friture :

Les changements physico-chimiques qui surviennent pendant la friture sont de divers ordres, ils influencent significativement le transfert de chaleur et de matière et déterminent la qualité globale du produit mais entrent également en compte les facteurs précédemment. Outre la vaporisation de l'eau avec pour conséquences directes la formation de croûte et le changement de microstructure, on peut noter les phénomènes suivants :

- Détérioration de l'huile (hydrolyse des triglycérides, oxydation des acides gras libres, polymérisation des acides gras les plus fragiles) ;
- Gélatinisation de l'amidon ;
- Dénaturation/dégradation des protéines (réactions non enzymatiques) ;
- Caramélisation ;
- Oxydation du cholestérol et/ou phytostérols présents ;
- Destruction des vitamines thermolabiles.

Les acides gras trans (AGT) formés lors du procédé de friture sont des isomères des acides linoléiques et linoléiques. Pendant le refroidissement de l'huile de friture en fin de procédé, l'oxydation se poursuit, et il se forme des hydro peroxydes qui serviront d'initiateurs d'altération lors du chauffage suivant. Pour cela, la réutilisation des bains de friture doit être rigoureusement contrôlée [22].

### **I.2.8 Les mécanismes de gain en huile :**

Il a été montré que pendant la friture de frites, il n'y a pas un passage d'huile dans le produit. C'est au retrait que le phénomène se produit, donc le gain en huile serait un phénomène de surface mettant en jeu un équilibre entre l'adhésion et l'égouttage (après sortie du bain). La quantité d'huile contenue dans une frite se retrouve sous forme absorbée ou en surface, celle-ci continue d'être absorbée pendant les étapes ultérieures de traitement [22].

L'aliment plongé dans le bain de friture perd une grande quantité d'eau. Il se charge dans le même temps d'une quantité d'huile proportionnelle à sa teneur en eau. Par ailleurs, cette quantité d'huile absorbée est inversement proportionnelle à la température et augmente avec la durée de friture. Sur ce critère, il vaut mieux frire à une température élevée [21].

La vapeur d'eau créée à l'intérieur du produit engendre un gradient de pression. Cette vapeur s'échappe par des fins capillaires contenus dans la structure du produit. L'huile qui adhère au produit entrerait à l'intérieur en empruntant les mêmes voies que celles de la vapeur. Le gain en huile augmenterait en réduisant la pression de vapeur dans l'aliment ou en lui appliquant le vide, le gain en huile pourrait également servir à éviter les phénomènes de rétrécissement des aliments après un traitement d'évaporation [22].

**I.2.9 Le moment dans la quels remplacer l'huile de friture :**

Sachez tout d'abord que vous pouvez réutiliser votre huile de friture entre 10 et 15 fois avant de devoir la remplacer. Au-delà, elle se détériore et il faut impérativement en changer. Pour la conserver et la faire durer, pensez bien à chaque fois que vous l'utilisez, à la filtrer ensuite, et à la remettre dans un contenant que vous garderez au sec et à l'abri de la lumière. Attendez d'abord qu'elle ait refroidi pour ne pas risquer d'accident. Vous pouvez la remettre dans sa bouteille d'origine sans problème.

Une huile de friture ne doit pas fumer lorsqu'elle est chauffée : si elle mousse, elle ne doit plus être utilisée. Il est également important de se fier à la couleur et à l'odeur de l'huile. En effet, les huiles de friture sont des huiles neutres qui ne diffusent aucun parfum ou arôme particulier. Ces huiles comme l'huile de tournesol ou l'huile de soja sont claires et inodores. Elles sont facilement différenciables des huiles comme l'huile d'olive ou l'huile de pépins de raisin qui, elles, ont une odeur forte et une couleur plutôt sombre.

Si après plusieurs utilisations, les huiles de friture usagées développent une forte odeur et deviennent sombres, elles ne sont plus utilisables et doivent être remplacées [35].

**I.2.10 Huile usagée : ce qu'il ne faut pas faire :**

Pour commencer, ne jetez surtout pas votre huile usagée dans l'évier ou dans les toilettes. Comme l'huile n'est pas hydrosoluble, elle formera un dépôt qui viendra encrasser vos canalisations, et qui ralentira l'évacuation des eaux usées. À terme, ce sont vos canalisations qui se boucheront. De même, les molécules présentes dans l'huile diminuent l'efficacité du traitement des eaux des stations d'épurations. En cause, la pellicule de gras qui empêche les bactéries saines de traiter les eaux usées.

Ne mettez pas non plus l'huile usagée dans un compost, car elle réduirait l'oxygénation de celui-ci, et pourrait attirer des rongeurs, en particulier si elle a servi à cuire des aliments d'origine animale [36].

A défaut, mieux vaut encore jeter l'huile de friture usagée à la poubelle, à condition qu'il s'agisse d'une petite quantité. Disposez le produit dans un récipient bien fermé avant de le jeter aux ordures ménagères. Ce n'est pas la meilleure solution mais au moins, vous ne risquez pas de contaminer l'eau. En cas de présence trop importante d'huile de friture, les éboueurs peuvent refuser vos déchets.

**I.2.11 Pourquoi ne faut-il pas réutiliser de l'huile de friture usagée ?**

Si vous ne filtrez pas l'huile usagée après chaque usage, évitez les réutilisations. Vérifiez-la avant de vous en servir une deuxième fois. Si l'huile de friture est mousseuse, trouble ou possède une mauvaise odeur, jetez-la à la déchetterie.

En cas de réutilisation répétée, le point de fumée de l'huile alimentaire peut baisser. Ainsi, elle brûlera plus facilement. Elle peut aussi finir par relâcher des radicaux libres nocifs et des acides gras néfastes pour la santé. Enfin, ne mélangez jamais plusieurs huiles de cuisson.

**I.2.12 Endroit pour jeter l'huile de friture usagée :**

En première intention, vous pouvez contacter la mairie de votre commune. Certaines localités mettent en place un système de récupération des huiles de ménage usagées, une ou deux fois par an. Le mieux reste toutefois d'amener son huile usagée à la déchetterie. Elle y subira un traitement adapté et sera sûrement incinérée. C'est un bon geste pour la planète ! D'autre part, certaines sociétés s'en servent pour la fabrication de biocarburant pour l'industrie ou les véhicules [37].

**I.2.13 Les risques des huiles de friture :**

Les huiles de cuisine présentent des risques pour l'environnement et pour les installations de traitement des eaux. Leur rejet sauvage dans les goutts perturbe le fonctionnement des réseaux (colmatage, dégradation) et diminue la capacité de traitement des stations d'épuration [38].

Largement répandues parmi les petites entreprises et même la population, les huiles usagées présentent un risque potentiel considérable pour l'environnement. Leur rejet dans le milieu naturel cause d'importants dommages aux sols et aux milieux aquatiques.

En outre, leur combustion incontrôlée est à la source d'une importante pollution atmosphérique en raison de la présence, dans les gaz de combustion, de quantités significatives de métaux lourds et de substances dangereuses (Cl, F, PCB et PCT) [39].

**I.2.14 Le recyclage d'huile de friture :**

L'huile de friture n'est plus propre à la consommation. Elle peut fortement altérer le goût des fritures et même être toxique. Elle représente également un facteur d'incendie important ainsi qu'un élément dangereux contre la protection de l'environnement.

Le recyclage d'huile donner une seconde vie aux déchets générés par l'activité humaine, il a donc été formulé un savon à base des déchets ménagers liquides (huile de friture usagée) et solide (déchets ménagers d'origine végétale) [40]. Il est aussi possible de recycler les huiles usées en bougies [35] ; il s'agit là des huiles d'origines minérale ou synthétiques usagées à l'exception des huiles dites "solubles" utilisées pour le travail des métaux et des huiles végétales [38].

### **I.3 Savon :**

#### **I.3.1 Histoire :**

Lorsque nous pensons savon, la vision de petites barres rectangulaires avec lesquelles nous lavons nous vient à l'esprit. Depuis le début des temps, l'être humain a utilisé les plantes afin de rester propre. Il faisait des choses telles que broyer des feuilles ou utiliser des graines pour se frotter le corps. Le plus vieux des hommes a toujours vécu près d'une source d'eau parce que l'eau est la source de la vie, il était tout à fait inconnu ou très peu usité [41].

Le savon a été découvert il y a fort longtemps et est utilisé depuis des millénaires. On raconte qu'il a été découvert alors qu'un lointain ancêtre faisait rôtir sa viande, la graisse de l'animal ruisselant sur les cendres (potasse) et une fine pluie préhistorique venant faciliter le mélange.

Il utilisé pour laver le linge et préparer la laine, le savon est devenu au fil des siècles un indispensable de l'hygiène [42].

#### **I.3.2 Définition :**

Le savon est un mélange de graisse et d'alcalis obtenue par la réaction de corps gras animaux et végétaux variés avec de la soude ou de la potasse caustique, la première produisant un savon dur et la seconde un savon mou servent au nettoyage ou au blanchissage suite à une réaction chimique appelée « Saponification » [41] [43].

#### **I.3.3 Propriété de savon :**

Les savons sont des sels alcalins d'acides carboxyliques à longue chaîne carbonée. Leurs sels de métaux bivalents sont insolubles [44]. C'est un corps assez tendre qui durcit à l'air. Il est plus dense que l'eau, se dissout facilement dans l'eau chaude ou dans l'alcool mais très lentement dans l'eau froide où ils forment une solution trouble, et non dans l'eau salée [43].

Le savon qui est dissout dans l'eau subit une séparation de ses composantes (hydrolyse) ; le résultat est entre autre, une extrémité bien hydrophile (fig. I-22).

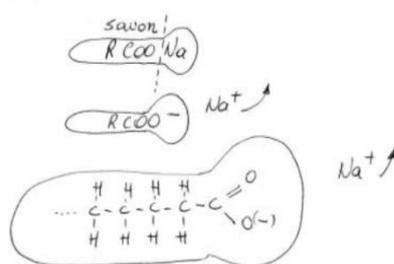


Figure I-22 : Hydrolyse.

Le savon a des propriétés détergentes, c'est à dire qu'il a le pouvoir, lorsqu'il est appliqué sur une surface quelconque, de détacher les impuretés grasses adhérentes à cette surface et de les mélanger à l'eau. Comme les impuretés grasses manquent d'affinité à l'eau (hydrophobe), nous avons besoin d'un pont entre l'eau et les impuretés. Le savon, dissout dans l'eau, est bien placé pour jouer le rôle du pont car il a une partie qui est lipophile et une partie qui est fortement hydrophile. Il va ainsi faciliter le détachement des impuretés grasses (fig. I-23). Le pouvoir détersif d'un savon dépend de l'huile ou de la graisse utilisée pour la saponification. Nous y revenons au moment de la description des matières premières [45].

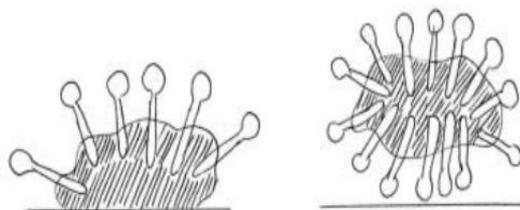


Figure I-23 : Le détachement des impuretés grasses.

### I.3.4 Classification des savons :

On peut diviser les savons en deux grands groupes, suivant leur nature et qui se distinguent l'un de l'autre, tant par leurs qualités physiques que par leurs propriétés chimiques.

#### I.3.4.1 Savons durs :

Les savons durs sont toujours des savons à la soude, ils se distinguent par leur assez grande dureté qu'ils conservent même lorsque leur teneur en eau est importante [46].



**Figure I-24 :** Savon solide.

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. On distingue dans les savons durs deux espèces : les savons granulés et les savons gélatineux.

#### **I.3.4.2 Savons mous :**

Ces savons semi-solides, consistance semblable au beurre lors même que leur teneur en eau serait, faible, ils sont presque toujours des savons à la potasse, fabriqués avec de l'huile, de l'acide oléique, l'huile de baleine, l'huile de palmier, de la résine, etc. Ce sont des savons de qualités ordinaires, contenant pour la plupart beaucoup d'alcali libre et qui sont employés dans beaucoup d'endroits pour nettoyer le linge grossier, ainsi que dans les blanchisseries [46].



**Figure I-25 :** Savon mou.

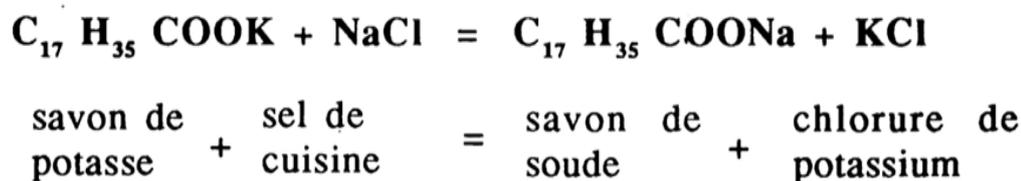
#### **I.3.5 L'hydrolyse de savon :**

Elle se fait avec production d'alcali libre et d'acides gras libres, et l'on a même pu isoler ceux-ci en agitant la solution hydrolysée avec le toluène.

L'hydrolyse des savons est limitée par la réaction inverse : saturation des acides gras par l'alcali mis en présence, et elle a pour résultat la libération d'un sel acide et pour chaque

ensemble de condition, il existe un état d'équilibre bien définie entre ces deux réactions qu'on peut formuler ainsi [47].

La réaction peut se représenter dans sa forme la plus simple par l'équation ci- dessous :



### I.3.6 Processus de la saponification :

La saponification est définie comme la réaction entre un alcali (la lessive) et un corps gras (huile ou graisse). Les composés formés sont le savon et la glycérine ou le glycérol.

Ces deux composants peuvent être séparés mais dans la savonnerie artisanale en général, on ne procède pas à cette étape étant donné que la glycérine ne gêne pas, au contraire, il donne une valeur ajoutée au produit fini [45].

### I.3.7 Fabrication de savon :

La combinaison des acides gras avec l'alcali et la séparation simultanée de la glycérine et du savon dans le liquide même se fait par la saponification, ce mot étant pris dans son sens général.

Pris dans un sens restreint, ce terme de saponification ne comprend que la formation des sels des acides gras.

#### I.3.7.1 Matières premières pour la fabrication de savon :

Conformément à ce que nous avons dit au sujet de la réaction de saponification des savons, les savons se forment par double décomposition des savons et des alcalis. Ce ne sont pas seulement les graisses mais encore les résines qui peuvent être employées; nous pouvons donc classer les matériaux employés pour cette fabrication, en graisses, résines, alcalis, auxquels il faut ajouter le chlorure de sodium et l'eau qui sont indispensables [46].

##### I.3.7.1.1 Corps gras :

Le coût de production et les propriétés de tout savon dépendent largement des caractéristiques des divers corps gras utilisés dans sa production. Il faut donc que le savonnier connaisse toutes les propriétés physiques, chimiques et savonnères des corps gras qu'il utilise. Comme

il n'y a pas deux corps gras qui possèdent des propriétés savonnères identiques, l'art de la fabrication du savon réside pour beaucoup dans une sélection judicieuse des corps gras pour pouvoir produire les qualités désirées [48]. La plupart des graisses ou des huiles sont composées de trois acides gras. La glycérine fait en quelque sorte le pont entre les acides gras.

Les triglycérides sont contenus dans les différents corps gras animaux et végétaux :

- Les huiles végétales (l'huile d'olive, de tournesol, etc.) ;
- Les beurres végétaux (beurre de karité, de cacao, etc.) ;
- Les graisses animales (bœuf, canard, porc, etc.) [42].

Chaque acide gras a une queue (chaîne de carbone) qui est lipophile (attire l'huile) et une tête qui est hydrophile (attire l'eau). La longueur de la queue varie d'un acide gras à l'autre et elle est déterminée par le nombre de carbone (C) dans la chaîne.

Après la saponification, la chaîne lipophile et la tête hydrophile sont toujours présents; la tête est même devenue plus grande et plus hydrophile qu'avant [45].

#### **I.3.7.1.2 Traitements préliminaires des corps gras :**

On peut soumettre les corps gras selon leur nature à divers traitements préliminaires comme la clarification, la décoloration et la désodorisation. Le type de traitement dépend du type d'huile et de ses impuretés, aussi bien que du type de savon que l'on souhaite produire.

##### **I.3.7.1.2.1 Epuration des corps gras :**

L'épuration des corps gras implique divers procédés destinés à leur clarification, visant à éliminer les impuretés, les acides gras libres, et toute odeur indésirable, ainsi que la décoloration.

##### **I.3.7.1.2.2 Décoloration des corps gras :**

Trois méthodes de décoloration s'emploient en général dans la décoloration des corps gras : la décoloration par la terre, la décoloration par l'air et la décoloration chimique [48].

##### **I.3.7.1.3 Alcalis :**

Comme nous l'avons déjà dit, les alcalis forment par leur combinaison avec les acides gras des savons ; ce genre de corps est en effet retiré des cendres de végétaux terrestres, ou marins, cendres qui contiennent de la soude et de la potasse combinées à l'acide carbonique (carbonate de potasse et carbonate de soude) [46].

**I.3.7.1.4 Autres matières premières :**

On emploie plusieurs autres produits chimiques, mais dans des proportions plus réduites pour donner certaines qualités aux savons. Ces produits chimiques comprennent les catalyseurs, les charges, sel ordinaire, colorants, parfums [48].

**I.3.7.2 Choix des corps gras :****I.3.7.2.1 Faire le bon mélange :**

Chaque corps gras a ses propres caractéristiques ou propriétés physiques (voir le tableau) qui sont déterminées par les poids moléculaires de leurs 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, la stabilité de la mousse. Avec l'accroissement du poids moléculaire on peut noter :

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

Ce tableau donne un aperçu de certaines caractéristiques de quelques huiles individuelles.

L'art du maître savonnier consiste à mélanger différents corps gras afin d'obtenir un savon aux propriétés désirées. Pour un savon de lessive, il faut prévoir des huiles qui ont un bon pouvoir détergent et une mousse qui est assez stable. Pour un savon de toilette, il faut que l'effet sur la peau soit doux [45].

Tableau I-6 : Aperçu de caractéristiques d'huiles.

<b>Matière grasse</b>	<b>Pouvoir moussant</b>	<b>Pouvoir détergent</b>	<b>Effet sur la peau</b>
Huile de coco	Bon, formation rapide, mousse instable	Bon	Très Rude
Huile palmiste	Bon, formation rapide, mousse instable	Bon	Rude
Huile de palme	Bon, formation lente, mousse stable	Très bon	Très doux
Beurre de karité	Faible, formation lente	Assez bon	Très doux
Huile d'arachide	Assez bon, formation lente	Assez bon	Très doux
Huile de soja	Moyen	Moyen	Très doux
Huile de neem	Bon, formation rapide, mousse stable	Très bon	doux, anti-septique
Huile de ricin	Faible, formation rapide, mousse stable	Bon	Doux, anti-septique
Huile de sésame	Bon, formation lente, mousse stable	Bon	Doux
Huile de coton	Moyen, mousse stable	Bon	Doux
Saindoux	Bon, formation rapide, mousse stable	Bon	Très doux
Suifs	Faible, formation lente, mousse stable	Bon	Très doux
Huile de poisson	Gras	Assez bon	Doux

Il existe quelques indices qui caractérisent les corps gras et qui sont utiles à connaître dans l'objectif de faire la composition 'idéale' de corps gras.

➤ **L'indice de saponification :**

Chaque huile ou corps gras est caractérisé par un indice de saponification. Cette valeur indique la quantité de potasse nécessaire pour saponifier une quantité donnée du corps gras.

➤ **L'indice d'iode :**

Cet indice indique la présence d'acides gras non-saturés dans les corps gras et se traduit en centigrammes d'iode absorbé par un gramme d'huile.

➤ **Le Facteur INS :**

(Iodine Number Saponification Value) Le coefficient INS s'obtient en ôtant l'indice d'iode de l'indice de saponification du corps gras concerné. On l'emploie pour constituer le mélange des corps gras et pour estimer la qualité du savon qui donnera ce mélange de corps gras [45].

### I.3.7.2.2 Les Résines :

Les résines de pins n'appartiennent pas aux huiles ou graisses mais peuvent aussi être employées comme matière première en combinaison avec des graisses. Les résines sont surtout employées dans l'industrie de la térébenthine. La résiduelle (aussi appelée colophane) qui est obtenue après la distillation de la térébenthine à partir de résine brute est employée dans la fabrication de savon. La résine liquide obtenue comme produit supplémentaire dans l'industrie de la pulpe de papier, pour laquelle on emploie le procédé à base de sulfite, peut aussi être employée dans la production de savon. La production à partir de résine liquide donne un savon doux. Si on veut obtenir un savon dur, la quantité de résine liquide ne peut dépasser 25% de la quantité totale des graisses. L'utilisation de ces résines est indiquée là où il y a des fabriques de térébenthine ou de pulpe de papier.

### I.3.7.3 Equipement pour la fabrication de savon :

L'équipement nécessaire à la fabrication du savon à petite échelle varie d'un endroit à l'autre. De manière générale on peut distinguer les chaudières pour la cuisson du savon, les moules en bois ou en métal (les mises) destinés à la solidification du savon, une table sur laquelle on découpe la masse de savon en bondons, en barres et en morceaux (appelé modèle), une presse à estamper à pied ou à main, des hydromètres pour mesurer la teneur des solutions de soude caustique et de sel ordinaire, des cuves pour la préparation de la lessive de soude et d'autres accessoires comme des gants en caoutchouc, des balances, des seaux .



Figure I-26 : Accessoires pour la fabrication de savon.

**I.3.7.4 Les procédés de fabrication du savon****I.3.7.4.1 Procédé mi-cuit**

Le procédé mi- cuit est le plus ancien. Il consiste à chauffer modérément le corps gras en y ajoutant progressivement, en remuant, des volumes de solution de soude, jusqu'à épuisement complet de celle-ci et jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène et claire, à laquelle on ajoute au besoin des substances chimiques conférant des propriétés odorantes, détachantes et émulsifiantes à la pâte de savon. La température de la réaction étant maintenue entre 55 et 70 °C [49].

**I.3.7.4.2 Procédé marseillaise**

Cette méthode qui s'emploie dans les grandes installations, et quelques petites, est la méthode industrielle la plus répandue de fabrication du savon. Elle suppose le traitement des huiles avec la quantité nécessaire de lessive et, à la fin du processus, la séparation de la lessive usée et du savon obtenu. Ce procédé permet la production de savons durs et solides mais il nécessite plus de temps que le procédé mi- cuit. Il s'emploie le plus souvent pour la production de savons de lessive et de savons entrant dans la fabrication de savons de toilette.

Les savons obtenus par la méthode marseillaise abrégée ont presque tous pour base l'huile de palme, généralement mélange avec d'autres matières grasses, Dans le savon d'acide oléique et d'huile de coco, on produit quelquefois, en versant dans les mises du savon très chaud et très fortement coloré, une marbrure dite artificielle ou mécanique [50].

**I.3.7.4.3 Traitement de la pâte de savon décantée**

Après la décantation de la pâte de savon en quatre couches, la couche inférieure de lessive usée est évacuée alors qu'on transforme par cuisson la première et la troisième couche en savon de basse qualité. Après cela, on évacue la deuxième couche de bon savon et on la transporte dans une autre cuve propre. Là, on procède au lavage, en veillant à éliminer tout élément de savon de basse qualité provenant de la troisième couche. La température à laquelle on lave le savon est déterminée par le type de savon. Les savons à « liquider » exigent un lavage pas trop chaud. Sinon, il y aura une séparation pendant la liquidation. Une température de 66 °C est idéale pour cette opération. Les températures de lavage de 74 à 76 °C conviennent aux savons solides non-liquidés. Après le lavage, on agite le savon jusqu'à ce qu'il parvienne à une température assez basse.

#### I.3.7.4.4 Procédé à froid

Le procédé à froid n'utilise pas de source de chaleur, mais plutôt un système permettant de maintenir la température en milieu froid. Ce procédé consiste à ajouter graduellement une solution de soude sur un corps gras en agitant constamment et jusqu'à épuisement complet de la solution, le tout dans un système composé d'un bain de glace ou d'un bain d'eau salée permettant de maintenir la température entre 0 et 40 °C pour des mélanges inférieurs à 15 kg. Au-delà de 15 kg, il faut veiller à maintenir le mélange de corps gras et de solution de soude à température ambiante (entre 24 et 30 °C) [49].

La saponification en elle-même produit de la chaleur, cependant beaucoup moins forte que celle atteinte en saponification à chaud. Lorsque la pâte de savon «prend», c'est-à-dire épaisit, on la met en moule et la réaction se poursuit naturellement. Le savon peut être découpé pendant les quelques jours qui suivent la fabrication. Au-delà, il devient trop dur et cassant. Le savon doit ensuite être conservé pendant 4 à 6 semaines minimum avant d'être utilisé. En effet, l'excès d'humidité doit s'évacuer pour que le savon soit bien solide. Cette phase est appelée la cure. Cette méthode présente plusieurs avantages :

- Elle est écologique et facile : elle ne nécessite pas ou peu de matériel et d'énergie pour chauffer les ingrédients.
- Elle est douce et bien plus intéressante : elle permet de préserver au maximum les propriétés des ingrédients 12 et en particulier de ne pas dégrader les vitamines. Les savons obtenus présentent davantage de bienfaits pour la peau et les cheveux. Enfin, la glycérine est conservée dans le savon : c'est plus doux pour la peau [42].

# *Chapitre III*

## *Matériels et méthodes*

## II.1 Les analyses physico-chimiques des huiles :

### II.1.1 La densité :

La densité (ou masse volumique) est le rapport d'une certaine masse de fluide étudié avec la masse du même volume d'eau pour un liquide à la même température, on parle alors de densité par rapport à l'eau [51].

La densité d'un liquide est toujours définie par rapport à l'eau pure à des conditions de pression et de température de référence [52].

#### II.1.1.1 Pycnomètre :

Pycnomètre à liquide convient bien pour les poudres et les fibres, si une poudre de masse volumique inconnue a le même volume qu'un échantillon standard de masse volumique, alors le rapport des masses, des deux échantillons doit être proportionnel au rapport de leurs masses volumiques, La masse volumique inconnu peut donc être déterminée à partir de la mesure des masses. Pour ce faire, on utilise des containers spéciaux appelés pycnomètres à liquides (fig. II-1).

- Le pycnomètre est constitué essentiellement d'un récipient en verre de volume connu. Le choix de leur forme et leur utilisation répondent à quatre caractéristiques et exigences de manipulation : la forme doit permettre d'atteindre au plus vite la température requise, quand il est utilisé dans un bain.
- Le moyen de remplissage ne doit pas entraîner d'air.
- Le moyen de mesure du volume doit être précis.
- Le moyen de remplissage doit permettre d'éviter toute évaporation ou adsorption d'humidité [53].



Figure II-1 : Pycnomètre.

La densité est donnée par la formule si-dissous :

$$d = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (\text{Eq.3})$$

Où,  $m_0$  : La masse (g) de pycnomètre vide ;

$m_1$  : La masse (g) de pycnomètre rempli d'eau ;

$m_2$  : La masse (g) de pycnomètre rempli d'huile.

### II.1.2 La viscosité :

La viscosité ou frottement interne du fluide [54] décrit le comportement d'écoulement en fonction des forces appliquées [55], c'est-à-dire l'adhérence des particules fluides entre elles.

Elle implique forcément l'idée de mouvement. Dans un fluide à l'état d'équilibre, elle ne se manifeste pas ; elle apparaît seulement pour s'opposer aux modifications de cet équilibre et peut donc être assimilée à une force [54], pour les liquides, la viscosité diminue lorsque la température augmente. Par ailleurs, la viscosité croît avec la masse volumique et avec la pression et enfin, elle diminue lorsque la teneur en gaz dissous dans l'huile augmente.

La viscosité des huiles dépend aussi de leur composition chimique [56], elle caractérise la résistance du fluide au cisaillement et peut être considérée comme une friction interne [51].

#### II.1.2.1 Viscosimètre à chute de bille :

Une bille solide sphérique rigide, de rayon et de masse volumique tombe lentement sous l'effet de la gravité dans un tube vertical transparent bien calibré renfermant le liquide visqueux à vitesse constante (fig. II-2). On mesure la durée que met la bille pour parcourir une certaine distance [51] [57] [58] [59].



Figure II-2 : Viscosimètre.

La viscosité est donnée par la formule si-dissous :

$$\eta = k (\rho_1 - \rho_2) \cdot t \quad (\text{Eq.4})$$

Avec,  $k$  : Constant de la bille en  $\text{m.Pa.s.cm}^3/\text{g.s}$  ;

$\rho_1$  : Densité de la bille en  $\text{g/cm}^3$  ;

$\rho_2$  : Densité du liquide mesurée aux conditions standard en  $\text{g/cm}^3$  ;

$t$  : Temps de chute de bille en secondes (s).

### II.1.3 Teneur en eau :

La teneur en eau d'un matériau est le rapport du poids d'eau contenu dans ce matériau au poids du même matériau sec. On peut aussi définir la teneur en eau comme le poids d'eau contenu par unité de poids de matériau sec [60].

#### II.1.3.1 Détermination de la teneur en eau par séchage en étuve :

L'étuve est un enceinte en métal (fig. II-3), à caisson intérieur en acier inoxydable (ou en aluminium), calorifugées, thermo statées, ventilées ou non et de capacités variables. Elles permettent de maintenir à une température constante et homogène (à  $\pm 1$  °C) [61].



Figure II-3 : L'étuve.

Le séchage à l'étuve est la manière la plus courante d'éliminer l'eau des solides. Cette méthode ne convient pas pour les substances qui se décomposent ou pour celles dont l'eau ne s'élimine pas à la température de l'étuve [62].

L'analyse de la teneur en eau d'un aliment est une mesure importante de contrôle de la qualité, mais il est difficile d'obtenir des résultats exacts et précis.

Elle basé sur la détermination du poids d'une prise d'essai avant et après séchage à l'étuve à une température de 103°C pour une durée de une heure [63].

#### II.1.3.2 Dessiccateur :

Le dessiccateur est un équipement servant à protéger de substance séché contre l'humidité et à minimiser la réabsorption d'humidité durant leur refroidissement.

La figure suivante représente les différentes parties d'un dessiccateur. Le fond contient un desséchant tel que du chlorure de calcium anhydre ou du sulfate de calcium. Les surfaces en verre dépoli entre le couvercle et la base sont enduites d'une légère couche de vaseline pour assurer l'étanchéité lorsque le couvercle est en place.



Figure II-4 : Dessiccateur.

Pour enlever ou replacer le couvercle d'un dessiccateur, il faut opérer par glissement latéral pour minimiser le risque de perturber l'échantillon. On réalise un joint étanche par une légère rotation du couvercle suivie d'une pression sur celui-ci. Lorsqu'on place un objet chaud dans un dessiccateur, l'augmentation de pression qui résulte de l'échauffement de l'air confiné peut être suffisante pour desceller le joint entre le couvercle et la base. Par contre, si le joint n'est pas rompu, le refroidissement d'objets chauds peut créer un vide partiel. Il faut laisser quelque peu refroidir l'objet avant de fermer complètement le couvercle [62].

La teneur en humidité exprimée en pourcentage est donnée par la formule suivante :

$$\text{Humidité \%} = \frac{P_1 - P_2}{P} \times 100 \quad (\text{Eq.5})$$

Avec,  $P_1$  : Poids du bécher avec la matière grasse avant étuvage ;

$P_2$  : Poids du bécher avec la matière grasse après étuvage ;

$P$  : Poids de la matière grasse.

#### II.1.4 L'indice d'acide :

L'indice d'acide appelé encore Acid Number (AN) est par définition, le nombre de milligrammes de potasse nécessaire à la neutralisation des acides organiques ou minéraux contenus dans un gramme d'huile en présence de phénol phtaléine comme indicateur coloré. Dans tous les cas, l'augmentation de l'indice d'acide permet de suivre le degré d'altération des huiles [65].



Le taux d'acidité a été déterminé selon la formule suivante:

$$I_A \% = \frac{M.V.C}{m} \quad (\text{Eq.6})$$

Avec,  $I_A$  : Acidité exprimée en pourcentage %.

$M$  : La masse molaire de KOH exprimé en gramme par mole (g/mol).

$V$ : Le volume de la solution titré d'hydroxyde de potassium utilisée exprimé en millilitre (ml).

$C$  : La concentration exact en mole par litre (mol/l) de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée.

$m$  : La masse de la prise d'essai en gramme (g).

### II.1.5 L'indice de saponification :

Elle permet de déterminer la quantité de soude ou de potasse dont on a besoin pour saponifier une quantité donnée du corps gras que l'on a choisi pour la fabrication du savon. Il est équivalent de les exprimer en milligramme par gramme (mg/g) ou en gramme par kilogramme (g/kg). Les indices de saponification s'expriment donc en terme de potasse caustique [48].

Elle repose sur l'ébullition à reflux de l'huile à analyser avec un volume précis de solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium pendant une heure, suivi avec un titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium, par une solution titrée d'acide chlorhydrique. Un essai à blanc sans corps gras a été réalisé dans les mêmes conditions expérimentales.

Les acides gras libérés réagissent avec le KOH :



L'excès de KOH est titré par une solution titrée de HCl :



La valeur de l'indice de saponification a été calculée selon la formule suivante :

$$\mathbf{I_s} = \frac{(\mathbf{V_0} - \mathbf{V_1}) \cdot \mathbf{N} \cdot \mathbf{M}}{\mathbf{P}} \quad (\text{Eq.7})$$

Avec, **Is** : Indice de saponification en mg KOH/g d'acide gras ;

**V<sub>0</sub>** : Volume d'HCl utilisé pour l'essai à blanc (ml) ;

**V<sub>1</sub>** : Volume d'HCl utilisé pour l'échantillon à analyser (ml) ;

**N** : Normalité de la solution d'HCl (0,5 N) ;

**P** : Poids de la prise d'essai (g).

## II.2 Les méthodes de fabrication du savon :

Différentes méthodes de fabrication du savon existent : la méthode à chaud et la méthode à froid. Quelles que soient la méthode et les conditions, la réaction de saponification est accélérée par la chaleur. Or le mélange soude/eau chauffe naturellement, donc quand on mélange les ingrédients à haute température, on obtient plus rapidement un savon dur, qu'on n'a moins besoin de laisser sécher, et on a un meilleur rendement.

**II.2.1 Le procédé à froid :**

Comme l'indique le terme, pour faire du savon à froid, on ne chauffe pas (ou peu) les ingrédients. La solution de soude (eau + soude) est préparée et conservée jusqu'à ce que sa température diminue, ce mélange va réaliser à la main (au mixeur) avec les huiles qui lance la réaction de saponification.

La saponification en elle-même produit de la chaleur, cependant beaucoup moins forte que celle atteinte en saponification à chaud. Lorsque la pâte de savon «prend», c'est-à-dire épaissit, on la met en moule et la réaction se poursuit naturellement. Le savon peut être découpé pendant les quelques jours qui suivent la fabrication. Au-delà, il devient trop dur et cassant. Le savon doit ensuite être conservé pendant 4 à 6 semaines minimum avant d'être utilisé. En effet, l'excès d'humidité doit s'évacuer pour que le savon soit bien solide. Cette phase est appelée la cure [42].

**II.2.2 Le procédé à chaud :**

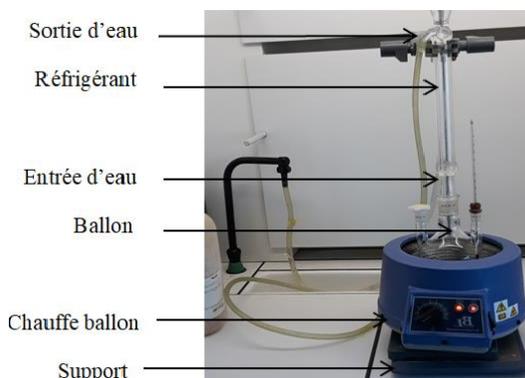
La méthode est similaire au procédé à froid, mais ici, la saponification est réalisée à 80°C environ pendant une heure, avant l'ajout des additifs et le moulage. Les savons obtenus sont directement utilisables, car la saponification est complètement terminée à l'issue du processus, mais un temps de séchage 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 [61].

**II.2.2.1 Montage à reflux :**

Le terme reflux signifie un chauffage du mélange réactionnel (les réactifs ayant été dissous dans un solvant donné) jusqu'à une température suffisante pour provoquer l'ébullition de ce solvant [51], en évitant de perdre une partie des réactifs (fig. II-5) [66].

Elle permet de réaliser des réactions ou des recristallisations [67] et elle est utilisée pour accélérer une réaction chimique par élévation de la température [68]. La chauffe ballon peut être remplacée par une plaque magnétique chauffante, un bain d'eau ou d'huile permettra d'assurer un chauffage homogène. De plus, un barreau aimanté devra obligatoirement se situer

à l'intérieur du ballon, permettant de réguler l'ébullition (rôle assuré précédemment par la pierre ponce) et d'assurer l'homogénéité du mélange réactionnel [67].



**Figure II-5** : Montage à reflux.

### II.2.2.2 Relargage :

Est une technique qui consiste à séparer une substance en solution de son solvant en introduisant une autre substance plus soluble qui prend sa place. Le relargage peut être suivi d'une distillation [69].

## II.3 Analyses physico-chimiques du savon :

### II.3.1 Détermination du point de fusion :

Le point de fusion ou température de fusion d'un solide est une grandeur physico-chimique qui caractérise à une pression donnée la température de changement d'état solide-liquide d'un corps pur.

La détermination du point de fusion d'un produit cristallisé permet d'identifier et de contrôler sa pureté.

Remarque :

- Deux corps purs différents peuvent avoir le même point de fusion.
- La présence d'impureté dans un produit a en général pour effet d'abaisser sa température de fusion [70].

#### II.3.1.1 Appareil de Banc Kofler :

Cet appareil est formé d'une plaque chauffante à un gradient de température (50-250°C) présente une variation continue de température d'une extrémité à l'autre (fig. II-6). Quelques

cristaux finement divisés sont déposés sur la partie la plus froide de la plaque et déplacés vers les hautes températures. Rechercher la zone où une séparation apparaît entre d'un côté quelques gouttes de liquide et de l'autre quelques grains de solide. Placer le curseur sur la ligne de démarcation. La température correspondant à cette ligne est soit fixée (si l'échantillon est l'échantillon de référence permettant d'étalonner l'appareil) soit lue à l'aide du petit index mobile du chariot situé sur l'échelle graduée [71].



Figure II-6 : Banc Kofler.

### II.3.2 Détermination de la densité par une éprouvette :

La masse volumique d'un échantillon est un critère de qualité important, à la fois pour les matières premières et les produits finis. Différentes techniques permettent de déterminer avec précision la masse volumique de matières solides, visqueuses et liquides, donc on peut définir comme la masse de matériau par unité de volume. Elle est notée :

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (\text{Eq.8})$$

**Ou,  $\rho$**  : la masse volumique exprimé en ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) ;

**$m$**  : la masse exprimé en g ;

**$V$**  : exprimé en  $\text{cm}^3$ .

- **Pour un liquide** : on mesure la masse d'un certain volume de liquide. Pour cela, on place sur une balance une éprouvette graduée contenant le liquide. Grâce à la balance, on mesure la masse  **$m$**  (penser à tarer la balance). Grâce à l'éprouvette graduée, on mesure le volume  **$V$** . On en déduit la masse volumique  **$\rho$**  par le calcul.
- **Pour un solide** : on détermine le volume  **$V$**  du solide, puis on mesure sa masse  **$m$**  à l'aide d'une balance [72].

### II.3.3 L'humidité

#### II.3.3.1 L'analyseur d'humidité « dessiccateur » :

L'analyseur d'humidité (fig. II-7) est destiné à déterminer de manière rapide et fiable le taux d'humidité de substances liquides, pâteuses et solides selon le principe de la thermogravimétrie [73], cela signifie que le poids initial de l'échantillon est enregistré, qu'un chauffage par rayonnement sèche l'échantillon et qu'une balance intégrée mesure en permanence le poids de l'échantillon. La perte de poids est interprétée comme la teneur en humidité, donc elle est facile à utiliser avec leur écran bien lisible.

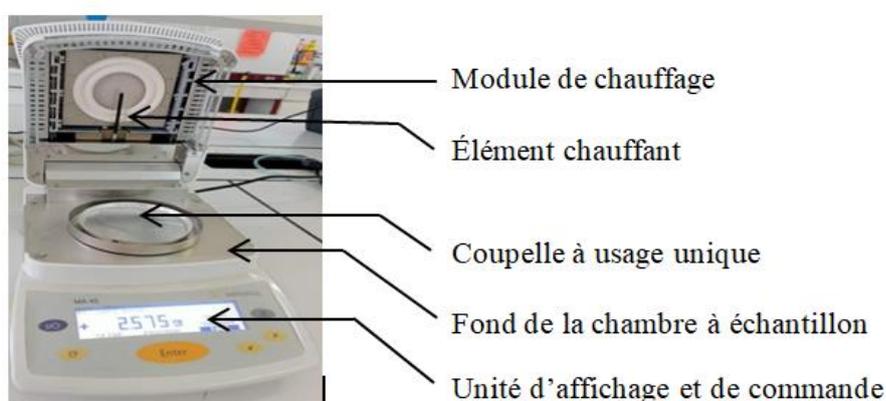


Figure II-7 : L'analyseur d'humidité Sartorius.

L'analyseur d'humidité dispose de différents profils de chauffage qui permettent d'adapter la procédure de façon optimale à l'échantillon.

- Le réglage de séchage standard convient à la plupart des types d'échantillons. Deux critères de coupure au choix : séchage automatique ou programmé.
- Pour les échantillons à forte teneur en humidité, un séchage rapide est approprié.
- Pour les substances sensibles, le réglage « séchage doux » est recommandé. Un chauffage doux empêche la décomposition et la formation de peau.
- En alternative au séchage rapide, le séchage par étapes peut également être utilisé. La valeur de la température et la durée de l'augmentation de la température peuvent être librement choisies. De même, l'humidité peut être déterminée de manière sélective à différentes températures [74].

La teneur en eau d'un échantillon n'est pas la seule source d'humidité. L'humidité d'une matière provient en fait de toutes les substances volatiles qui se dégagent par réchauffement et provoquent une perte de poids de la matière. Il s'agit par exemple des substances suivantes : eau ; matières grasses ; huiles ; alcools ; solvants organiques ; matières aromatiques ; composants volatiles, produits de décomposition (lors d'un réchauffement trop important) [75].

#### **II.3.4 Acide gras dans les savons :**

C'est un dosage qui permet de déterminer la quantité des acides gras formés contenue dans le savon.

#### **II.3.5 Détermination de la teneur en alcalin libre :**

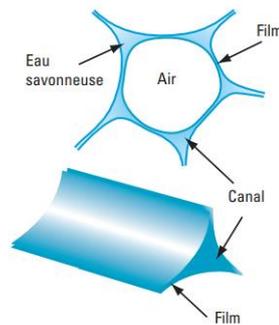
C'est un dosage qui permet de déterminer la quantité de l'alcalin libre dans 100g de savon.

#### **II.3.6 Pouvoir moussant :**

Les agents de surface présentent un certain nombre des propriétés : effets mouillants, émulsifiants, moussants, solubilisant, détergents. Ces différentes propriétés déterminent le choix des tensioactifs au sein d'une formulation ; par exemple, si l'action désirée est la détergence et le pouvoir moussant, on utilise de préférence un surfactant anionique ; les surfactants anioniques sont essentiellement détergents du fait d'un pouvoir moussant très élevé.

Les tensioactifs amphotères ont un excellent pouvoir moussant et détergent, ils sont compatibles avec les autres tensioactifs auxquels ils sont souvent associés [76].

Une mousse est un gaz dispersé dans un liquide ou un solide. Il y a très peu de matière solide ou liquide dans une mousse et beaucoup de gaz, c'est ce qui lui confère une faible densité. Les mousses savonneuses par exemple sont constituées de bulles de savon : des bulles d'air reliées entre elles par des films d'eau savonneuse (fig. II-8).



**Figure II-8** : Structure d'une mousse liquide.

Les bulles sont plus ou moins sphériques selon l'épaisseur de liquide dans le film. L'intersection de plusieurs films forme un canal [77].

### II.3.7 Tension superficielle :

La tension ou énergie superficielle est une force qui agit à la surface de séparation entre deux fluides non miscibles ou à la surface libre d'un fluide et qui résulte du déséquilibre des attractions entre les molécules, la tension superficielle entre liquide et vapeur en équilibre est une fonction de la pression, de la température et de la composition des phases. L'origine est microscopique et est liée aux forces de cohésion entre molécules (forces de type Van der Waals). La tension superficielle explique aussi la capillarité, la formation des bulles de savon et la coalescence des gouttes ou des bulles [56] [51].

#### II.3.7.1 Méthode d'arrachement d'anneau :

La méthode d'arrachement est intéressante pour les mesures de tensions superficielles car elle est à la fois très précise et ne nécessite aucune condition de mouillage avec l'anneau, s'appliquant donc facilement à de nombreux liquides.

Elle est largement répandue et présente un potentiel de développement : les additifs tensioactifs sont de plus en plus utilisés, et il est nécessaire de les prendre en compte dans les contrôles qualité. On a donc besoin d'appareils entièrement automatisés et faciles à utiliser. [41].

Elle réalise par les étapes suivantes à l'aide d'un tensiomètre (fig. II-9) :

- L'appareil doit être réglé.
- Un anneau métallique à bord biseauté est suspendu à un support (fil).

- Le liquide étudié est placé dans un petit cristallisoir de diamètre supérieur à celui de l'anneau sur un support élévateur
- L'anneau doit être bien parallèle à la surface libre du liquide et doit se situer à quelques centimètres au-dessus du liquide.
- En montant le cristallisoir, on plonge l'anneau dans le liquide puis, on baisse le cristallisoir lentement, jusqu'à ce que le film de liquide qui se forme entre l'anneau et le liquide se casse. On note à ce moment précis la valeur de la force indiquée par logicielle.

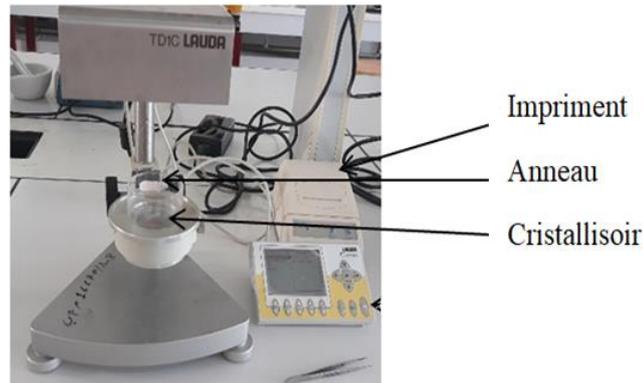


Figure II-9 : Tensiomètre LAUDA.

La tension superficielle calculée par la relation suivante :

$$\gamma = \frac{m \cdot g}{2 \pi D} = \frac{m \cdot g}{4 \pi r} \quad (\text{Eq.9})$$

Avec, **D** : Diamètre total de l'anneau.

**m** : La masse de l'eau soulevée après l'arrachement de l'anneau ;

**γ** : La force due à la tension superficielle ;

**r** : rayon de l'anneau ;

**g** : 9.81N.Kg<sup>-1</sup>.

# *Chapitre III*

## *Résultats et discussions*

**III.1 Objectif de l'étude :**

Le but de notre étude expérimentale consiste à fabriquer des savons solides et mous à chaud et à froid à partir d'une huile végétale de friture usagée quatre fois dénommée « Elio ».

**III.1.1 Choix de l'huile :**

On utilise une huile végétale de marque algérienne sous le nom « Elio » est produite dans la raffinerie « Cevital », elle existe en formats de 1 litre, 2 litres et 5 litres. Les caractéristiques portées sur l'étiquette de l'emballage sont :

- 100% végétale ;
- Assaisonnement, cuire et friture ;
- Sans cholestérol ;
- Température maximum conseillée : 180°C ;
- Réutilisable 10 fois ;
- Stockée à l'abri de la lumière et source de chaleur ;
- Composée de 100% huile de soja.

**III.1.2 Procédure de friture :**

Dans une poêle propre et sèche, verser une quantité d'huile frais et mettre sur un feu moyen, lorsque l'huile est chauffée ajouter les tranches de pommes de terre jusqu'à sa cuisson complètement, après sa enlevez les pommes frites de la poêle et verser une quantité de cet huile usagée dans une casserole et laisser refroidir à la température ambiante.

Répéter la friture trois fois de la même manière, dans chaque friture enlever une quantité d'huile et compléter l'opération avec le reste.

**III.1.3 Echantillonnage :**

Après chaque friture, les huiles qui sont prélevées déjà sont filtrées et misent aussitôt dans des flacons en verre recouvert par un couvercle suivi par des étiquettes. Les échantillons prélevés apparaissent sur la photographie suivante.



**Figure III-1 :** Les échantillons d'huile à analyser.

Les abréviations des huiles de friture usagée sont :

**H<sub>0</sub>** : Huile frais.

**HF<sub>1</sub>** : Huile de friture 1<sup>ère</sup> usage.

**HF<sub>2</sub>** : Huile de friture 2<sup>ème</sup> usage.

**HF<sub>3</sub>** : Huile de friture 3<sup>ème</sup> usage.

**HF<sub>4</sub>** : Huile de friture 4<sup>ème</sup> usage.

## III.2 Analyses physico-chimiques des huiles :

### III.2.1 Détermination de point d'ébullition :

#### a. Réactifs :

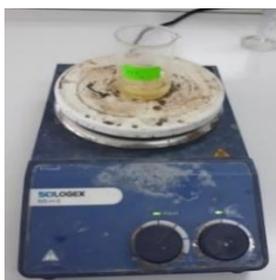
- Les huiles.

#### b. Matériels :

- Balance analytique.
- Bêchers.
- Plaque chauffante.
- Thermomètre.

#### c. Mode opératoire :

Peser 5 g d'huile dans un bêcher, puis mettre sur une plaque chauffante, jusqu'à l'ébullition mesurer la température à l'aide d'un thermomètre.



**Figure III-2 :** Détermination de température d'ébullition.

**d. Résultats :**

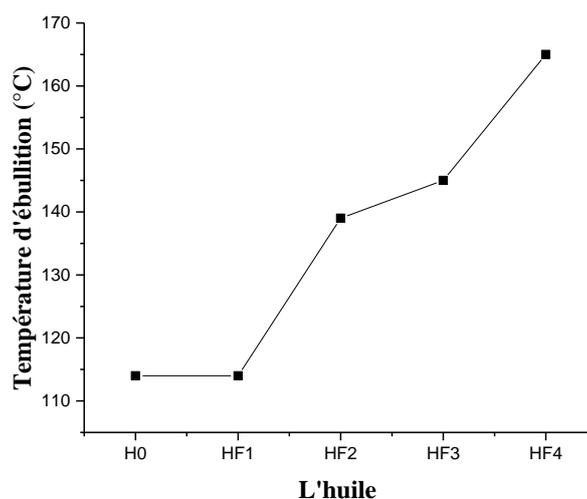
Les résultats de la température d'ébullition de l'huile fraîche et les autres huiles de friture usagées sont portés dans le tableau suivant :

**Tableau III-1 :** Température d'ébullition des huiles.

L'huile	H <sub>0</sub>	HF <sub>1</sub>	HF <sub>2</sub>	HF <sub>3</sub>	HF <sub>4</sub>
T <sub>ébullition</sub> (°C)	114	114	139	145	165

On observe que, la température d'ébullition est différente pour toutes les huiles. La température la plus basse correspond aux deux premières huiles est égale à : 114 °C, la température la plus élevée correspond à l'huile de quatrième friture est égale à : 165 °C.

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-3 :** Évolution de la température d'ébullition en fonction d'huile.

La température d'ébullition constante au début, puis elle augmente au cours sous l'effet des fritures répétées (quatre friture).

D'après les résultats obtenus, La température d'ébullition ne dépasser pas 180 °C, cela signifie qu'il n'y a pas une dégradation des corps gras c'est-à-dire il n'y a pas de transformations chimiques de leurs constituants. Donc ces huiles ne sont pas toxiques et cancérigènes par ce qu'il n'y a pas des composés indésirables et on peut réutiliser encore fois.

**III.2.2 Détermination de la densité :****a. Réactifs :**

- Les huiles.
- L'eau distillée.

**b. Matériels :**

- Balance analytique.
- Le pycnomètre.



**Figure III-4 :** Pycnomètre + les huiles.

**c. Mode opératoire :**

- Peser le pycnomètre propre et sec vide ( $m_0$ ).
- Déterminer la masse du pycnomètre rempli d'eau distillée ( $m_1$ ).
- Vider et sécher le pycnomètre.
- Déterminer la masse du pycnomètre contenant l'huile ( $m_2$ ).



**Figure III-5 :** Mesure de pycnomètre vide.



**Figure III-6 :** Mesure de pycnomètre rempli avec l'huile.



Figure III-7 : Mesure de pycnomètre rempli avec l'eau.

#### d. Résultats :

La densité des huiles est liée à leurs structures et en particulier, à la longueur des chaînes carbonées. Elle augmente avec le poids moléculaire des constituants d'huile. La densité est considérée comme un critère physique qui permet le contrôle de la pureté des huiles.

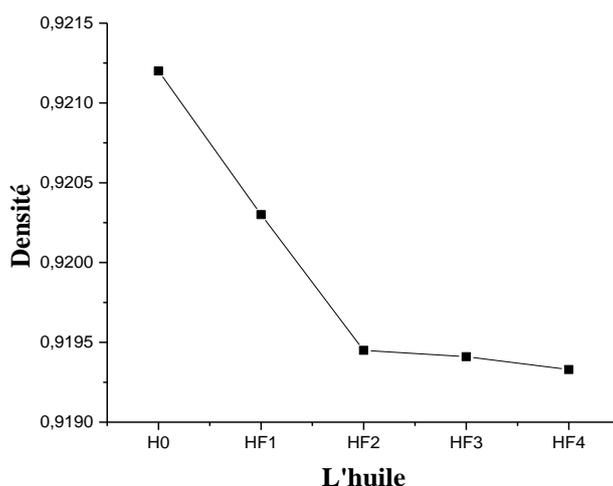
On a rassemblé tous les résultats dans le tableau suivant :

Tableau III-2 : Évolution de la densité en fonction d'huile.

L'huile	H <sub>0</sub>	HF <sub>1</sub>	HF <sub>2</sub>	HF <sub>3</sub>	HF <sub>4</sub>
<b>m<sub>2</sub></b>	44.410	44.388	44.364	44.363	44.361
<b>m<sub>1</sub></b>	46.428				
<b>m<sub>0</sub></b>	20.804				
<b>Densité</b>	0.9212	0.9203	0.91945	0.91941	0.91933

D'après les résultats obtenus, la densité a connu une décroissance lors de friture, elle passe d'une valeur de 0.9212 pour l'huile fraîche à une valeur de 0.91933 pour l'huile de la dernière friture, ce qui veut dire une différence de 0.00187.

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-8 :** Évolution de la densité en fonction d'huile.

On observe que sous l'effet des fritures répétées (quatre friture), une diminution progressive de la densité. La diminution de la densité serait due à la formation d'AGL de faible poids moléculaire par hydrolyse suite à l'augmentation de la teneur en eau ; elle serait également due à la formation des composés primaires d'oxydation aux chaînes plus au moins courtes.

### III.2.3 Détermination de la viscosité :

#### a. Réactifs :

- Les huiles.
- L'eau distillée.

#### b. Matériels :

- Viscosimètre à chute bille.
- Bille de verre.
- Chronomètre.

#### c. Mode opératoire :

- Vérifier le niveau du viscosimètre.
- Introduire l'huile dans le tube, puis on ajoute une bille de verre de diamètre calibré, un peu inférieur au diamètre du tube.
- Retourner le tube en le plaçant un peu incliné par rapport à la verticale.
- Le bloquer dans cette position c'est-à-dire le boucher.
- Déclencher le chronomètre lorsque le bas de la bille est tangent au trait repère du haut.

- Arrêter le chronomètre lorsque le bas de la bille affleure au trait repère du bas.
- Noter le temps d'écoulement.



Figure III-9 : Viscosimètre à chute bille.

**d. Résultats :**

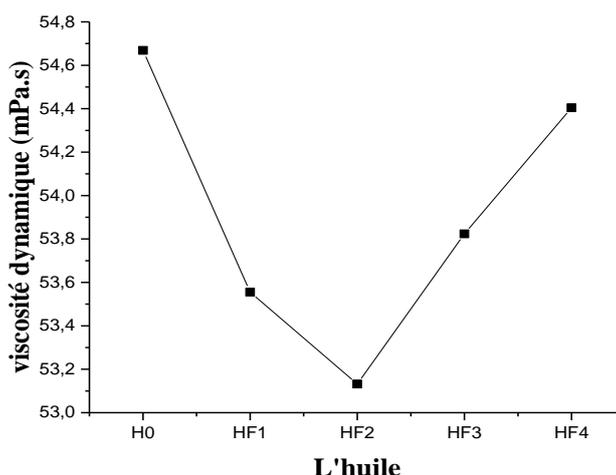
La mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération des corps gras. La viscosité des échantillons (les huiles) a été déterminée à une température ambiante (28°C). Les résultats calculée et résumée dans le tableau suivant :

Tableau III-3 : Détermination de la viscosité des huiles.

Les huiles	H <sub>0</sub>	HF <sub>1</sub>	HF <sub>2</sub>	HF <sub>3</sub>	HF <sub>4</sub>
Temps (min)	7 :55	7 :45	7 :41	7 :47	7 :52
Viscosité dynamique (mPa.s)	54.6687	53.5554	53.1320	53.8236	54.4041

D'après le tableau il est clair que : les valeurs de viscosité sont très proches les unes des autres, elles sont comprises entre 53 et 54 (mPa.s), la valeur max est 54.6687 mPa.s de l'huile fraîche et la valeur min est 53.1320 mPa.s d'huile de 2<sup>-ème</sup> friture.

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-10** : Évolution de la viscosité des huiles.

D'après cette courbe on remarque que : il y a une diminution suivie d'une augmentation de la viscosité, la diminution débute à partir de la valeur maximale, atteint une valeur minimale à HF2, puis il augmente à nouveau jusqu'à ce qu'il atteigne une valeur de 54.4041 mPa.s pour la quatrième huile de friture (approchée à la 1<sup>er</sup> valeur de viscosité d'huile non fritté).

La viscosité diminue en fonction de l'insaturation des chaînes grasses, car elle sépare le glycérol de la molécule triglycéride et forme des esters d'acides gras plus fluides que les lipides originaux. Par contre elle augmente avec l'oxydation en raison de la formation de produits de polymérisation. Pour la plupart des corps gras, elle est comprise entre 50 et 80 mPa.s à 28 °C.

#### **III.2.4 Détermination de l'humidité :**

##### **a. Réactifs :**

- Les huiles.

##### **b. Matériels :**

- Balance analytique.
- Étuve.
- Dessiccateur.

##### **c. Mode opératoire :**

Peser 10 g d'huile dans un bécher préalablement séché soit  $P_1$  le poids total. Ce dernier contenant l'huile a été mis dans une étuve réglée à 103°C° (ne dépasser pas 105 C°) pendant une heure. Mettre les échantillons à la fois.



Figure III-11 : Les huiles dans l'étuve.

Laisser les échantillons refroidir dans un dessiccateur, puis peser et notée  $P_2$ .



Figure III-12 : Les huiles refroidies dans le dessiccateur.

#### d. Résultats :

Les résultats de la détermination du taux d'humidité des huiles sont regroupés dans le tableau ci-dessous.

Tableau III-4 : Taux humidité des huiles.

L'huile	$H_0$	$HF_1$	$HF_2$	$HF_3$	$HF_4$
<b>P</b>	10	10	10	10	10
<b>P<sub>1</sub></b>	40.819	40.249	39.495	41.214	39.640
<b>P<sub>2</sub></b>	40.661	40.147	39.423	41.172	39.624
<b>H %</b>	1.58	1.02	0.72	0.42	0.16

A l'instar des résultats du tableau, l'humidité a connu une évolution décroissante lors de friture allant de la valeur de 1.58 % pour l'huile fraîche à 0.16 % au bout de quatrième friture donc avec une différence de 1.42 %.

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :

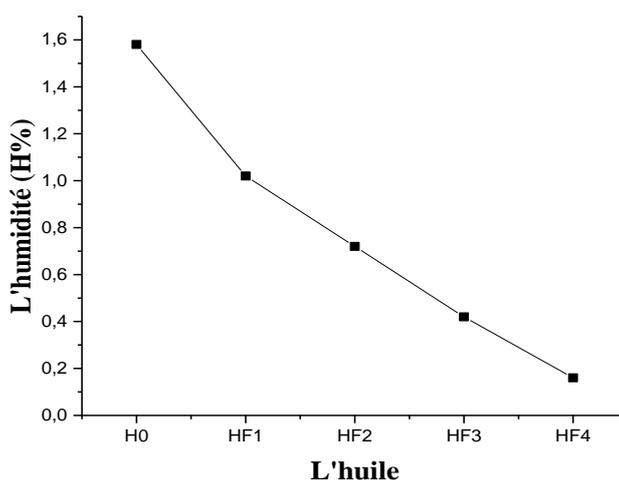


Figure III-13 : Évolution de l'humidité des huiles.

On observe que sous l'effet des fritures répétées (quatre friture), le taux d'humidité a diminué progressivement à des valeurs très basses dont la plus faible est estimée lors de la dernière friture. La diminution de taux d'humidité des huiles lors du chauffage est une conséquence de l'évaporation de l'eau sous l'effet de chaleur. La présence d'humidité confirme qu'il y a une activité de l'eau importante, cette dernière accélère l'oxydation des lipides par la diffusion des catalyseurs métalliques vers les sites d'oxydation.

### III.2.5 L'indice d'acide :

#### a. Réactifs :

- Les huiles.
- Ethanol.
- Solution d'hydroxyde de potassium à 0.1N.

#### b. Matériels :

- Balance analytique.
- Agitateur magnétique.
- Burette.

#### c. Mode opératoire :

- Peser dans un bécher 1 gramme d'huile.
- Ajouter 5 ml d'éthanol, quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphtaléine) et un barreau magnétique.
- Titrer en agitant avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0.1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.
- A la fin du titrage, lire le volume de la solution de KOH ajouté.

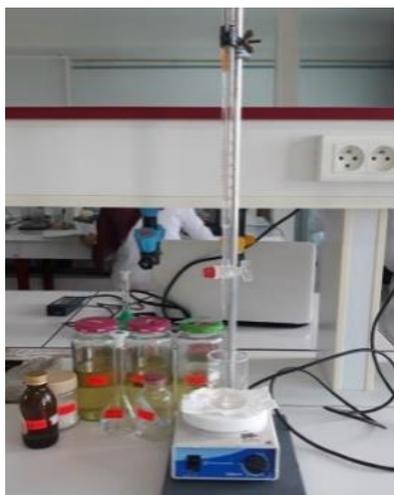


Figure III- 14 : Montage de dosage.

#### d. Résultats :

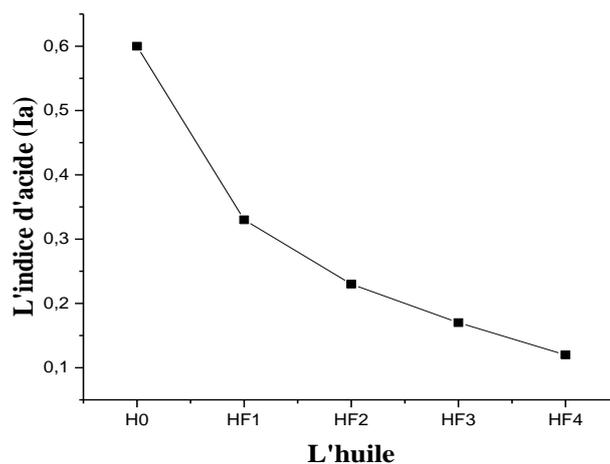
L'indice d'acide est la principale mesure de la dégradation hydrolytique des huiles, il sert à mesurer la quantité des acides gras libres dans l'huile.

**Tableau III-5 :** Évolution de l'indice d'acide en fonction d'huile.

L'huile	H <sub>0</sub>	HF <sub>1</sub>	HF <sub>2</sub>	HF <sub>3</sub>	HF <sub>4</sub>
Véq(ml)	30	16.7	11.6	8.8	6.2
I <sub>A</sub>	0.6	0.33	0.23	0.17	0.12

A partir des résultats obtenus au tableau, on remarque que l'indice d'acide évolue d'une façon décroissante progressive au cours de la friture. Il passe d'une valeur de 0.6 pour l'huile fraîche à une valeur de 0.12 pour l'huile de 4<sup>ème</sup> friture, ce qui veut dire une différence de 0.48 mg de KOH/g d'huile.

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-15 :** Évolution de l'indice d'acide en fonction d'huile.

On observe une diminution progressive de l'indice d'acide sous l'effet des fritures répétées (quatre friture).

Cette diminution d'indice d'acide serait due à la réduction des acides gras insaturés sous l'influence de traitement thermique, la lumière et l'oxygène, on constate que le temps de conservation influence la teneur en acides gras libres des huiles.

Aussi cette diminution est expliquée par la transformation des acides gras libres de l'état liquide à l'état volatile sous l'effet de la température.

### III.2.6 L'indice de saponification :

#### a. Réactifs :

- Les huiles.
- Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0.5N.
- Solution d'acide chlorhydrique 0.5N.



**Figure III-16 :** Les produits de l'indice de saponification.

**b. Matériels :**

- Balance analytique.
- Chauffage à reflux.
- Burette.

**c. Mode opératoire :**

Dans un ballon rodé, prendre 1g d'huile avec 25 ml de solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0.5N ; Adopter au réfrigérant à reflux et porter à léger ébullition en agitant de temps en temps. Après 60 min, on arrête le chauffage et on ajoute 4 à 5 gouttes de solution de phénolphaléine, la solution est titrée encore chaude avec la solution d'acide chlorhydrique 0.5N jusqu'à coloration devient rose. Parallèlement à cette manipulation, une réaction à blanc est effectuée dans les mêmes conditions que précédemment décrites mais sans matière grasse.



**Figure III-17 :** Montage à reflux de l'indice de saponification.



**Figure III-18 :** Dosage de mélange avant le point d'équivalence.



**Figure III-19 :** Dosage de mélange après le point d'équivalence.

#### **d. Résultats :**

La connaissance de l'indice de saponification d'un corps gras nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides gras entrant dans la composition des huiles. Le tableau ci-dessous regroupe les valeurs de l'indice de saponification des huiles, ces derniers sont exprimés en mg de KOH / g d'huile :

Tableau III-6 : L'indice de saponification des huiles de friture.

L'huile	Blanc	H <sub>0</sub>	HF <sub>1</sub>	HF <sub>2</sub>	HF <sub>3</sub>	HF <sub>4</sub>
Véq	20.9	8	8.3	8.8	10.3	11.1
Is	/	0.18	0.17	0.16	0.14	0.13

D'après les résultats du tableau, l'indice de saponification a connu une décroissance lors de friture, il passe d'une valeur de 0.18 pour l'huile fraîche à une valeur de 0.13 mg de KOH / g pour l'huile de quatrième friture, ce qui veut dire une différence de 0.05 mg de KOH / g.

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :

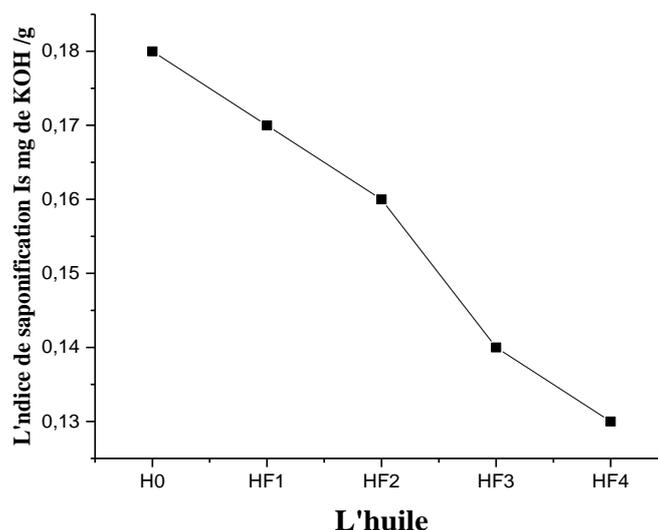


Figure III-20 : Variation de l'indice de saponification en fonction d'huiles.

On observe que sous l'effet des fritures répétées (quatre friture), une diminution progressive de l'indice de saponification à des valeurs très basses dont la plus faible est estimée lors de la dernière friture.

La diminution de cet indice attribué à la réduction de la longueur des chaînes carbonées grasses par des ruptures qui ont lieu surtout au niveau des doubles liaisons des acides gras sous l'effet de friture avec formation de deux ou plusieurs autres acides gras saturés, suivie d'une formation de polymères par le pontage inter moléculaire des triglycérides oxydés.

### III.3 Fabrication du savon :

Pour la fabrication de chaque savon quel que soit solide ou mou, à chaud ou à froid on a le même grammage de NaOH / KOH pour chaque huile :

**Tableau III-7 :** Grammage de NaOH et KOH pour fabriquer les savons.

Huile	H <sub>0</sub>	HF <sub>1</sub>	HF <sub>2</sub>	HF <sub>3</sub>	HF <sub>4</sub>
La masse (g)	8	7	6.5	6	5.5

Chaque manipulation se fait de la même manière pour tous les savons.

#### III.3.1 Saponification à chaud (savons solides) :

##### a. Réactifs :

- Les huiles.
- NaOH.
- L'eau distillée.
- Ethanol.
- Solution saturée en chlorure de sodium NaCl.

##### b. Matériels :

- Chauffage à reflux.
- Pompe à vide, Büchner.
- Boites pétris.

##### c. Mode opératoire :

- **Montage à reflux :**

Dans un ballon rodé de 250 ml, introduire 14 ml de l'eau distillée, n g de NaOH, 40 g d'huile et 10 ml éthanol. Mettre en place le réfrigérant à eau et chauffer à reflux le mélange réactionnel durant 30 min.



Figure III-21 : Montage à reflux de saponification à chaud.

➤ **Relargage :**

Verser le mélange précédant dans un bécher contenant environ 100 ml de solution saturée en chlorure de sodium (NaCl), pendant certains temps.

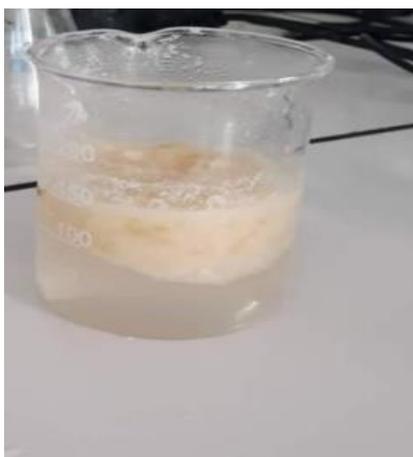


Figure III-22 : Relargage de savon.

➤ **Filtration :**

Filtrer le mélange obtenu à l'aide d'une pompe à vide, Büchner et papier filtre puis rincer plusieurs fois avec l'eau distillée pour éliminer l'excès de NaCl et laisser couler sous aspiration pendant quelques minutes.



**Figure III-23** : Filtration sous vide du savon.

➤ **Moulage et séchage :**

Verser la pâte du savon obtenu dans des boîtes pétris, puis laisser sécher pour la durcir pendant plusieurs jours.



**Figure III-24** : Savons solides à chaud dans les moules.

**III.3.2 Saponification à froid (savons solides et mous) :**

**a. Réactifs :**

- NaOH.
- KOH.
- Les Huiles.
- L'eau distillée.
- Ethanol.



**Figure III-25 :** Les produits de fabrication du savon solide à froid.

**b. Matériels :**

- Mixeur.
- Boîtes pétris.

**c. Mode opératoire :**

Dans un bécher verser 14 ml de l'eau distillé puis ajouter n g de NaOH/KOH, agiter bien le mélange pour dissoudre et laisser la refroidir pendant 10 minutes.

Après ça, verser 40 g d'huile et n ml d'éthanol puis mélanger à l'aide d'un mélangeur (mixeur) jusqu'à ce que le mélange devienne comme une crème. À la fin verser le mélange obtenu dans une boîte pétris, puis laissez le savon reposer pendant quelque jour.

**Remarque :**

Pour les savons solides par la soude (NaOH) : utiliser 5 ml d'éthanol.

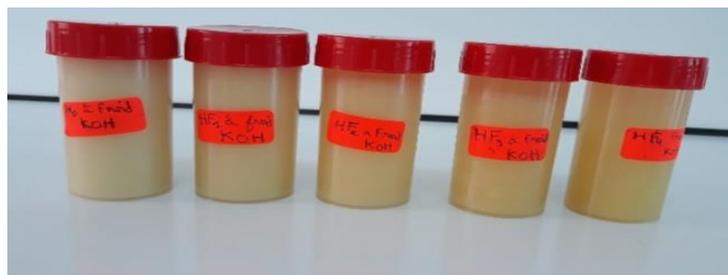
Pour les savons mous par la potasse (KOH) : utiliser 1 ml d'éthanol.



**Figure III-26 :** Saponification à froid.



**Figure III-27 :** Savons solides à froid dans les moules.



**Figure III-28 :** Savons mous à froid dans les moules.

### III.4 Analyses physico-chimiques des savons :

Toutes les manipulations des analyses se fait de la même manière pour tous les savons.

#### III.4.1 Point de fusion :

**a. Réactifs :**

- Les savons.
- Alcool.

**b. Matériels :**

- Banc Köfler.

**c. Mode opératoire :**

Mettre sous tension le banc 30 minutes avant l'utilisation afin que la température se stabilise. Placer sur la plaque chauffante dans la zone froide, une pointe de spatule de savon à l'aide d'un curseur, faire progresser lentement la substance vers la zone chaude.

Lorsque le savon est complètement fondu, la disparition de la phase solide et la transparence totale du liquide obtenu. Placer le stylet pour connaître la température approximative. Nettoyer le banc avec un coton imbibé d'alcool en partant de la zone chaude vers la zone froide.



**Figure III-29 :** La mesure du point de fusion des savons solides à chaud et à froid.

**d. Résultats :**

On note la température à laquelle la pâte de savon devient complètement transparente ; cette température constitue le point de fusion.

On a rassemblé toutes les valeurs de température de fusion des savons dans le tableau suivant :

**Tableau III-8 :** Point de fusion des savons.

Savon	S <sub>H0</sub>	S <sub>HF1</sub>	S <sub>HF2</sub>	S <sub>HF3</sub>	S <sub>HF4</sub>
<b>T<sub>f</sub> du savon à chaud (°C) (NaOH)</b>	147	150	227	210	208
<b>T<sub>f</sub> du savon à froid (°C) (NaOH)</b>	130	134	151	165	132
<b>T<sub>f</sub> du savon à froid (°C) (KOH)</b>	135	140	150	169	173

D'après le tableau on a tracé les figures suivantes :

➤ **Savons solides à chaud :**

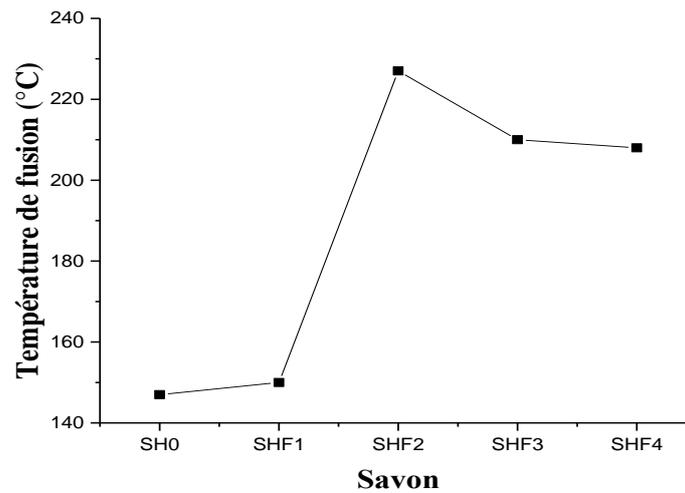


Figure III-30 : Température de fusion des savons solides à chaud.

On observe que, la température de fusion est différente pour tous les savons. La température la plus basse (le minimum) correspond au savon par l'huile fraîche est égale à 147 °C. La température la plus élevée (le maximum) correspond au savon par l'huile de deuxième friture est égale à 227 °C.

Donc la température de fusion ne dépasser pas 250 °C et ces températures permettent la transformation totale des savons en liquide non laiteux.

➤ **Savons solides à froid :**

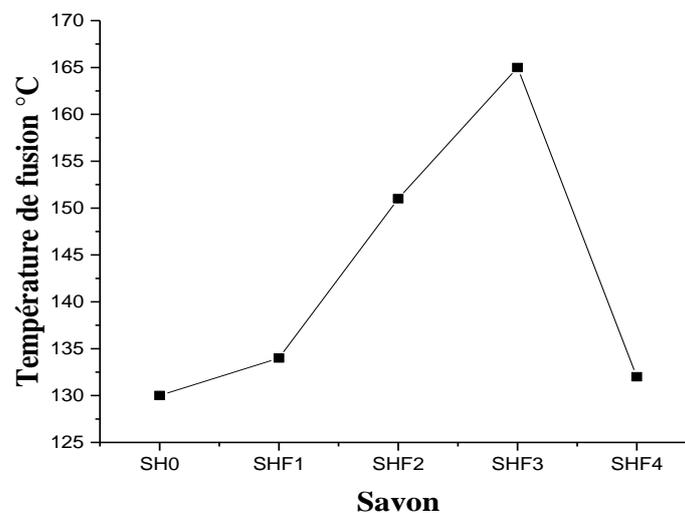


Figure III-31 : Température de fusion des savons solides à froid.

On observe que, la température de fusion est différente pour tous les savons. La température la plus basse (le minimum) correspond au savon de l'huile fraîche est égale à 130 °C. La température la plus élevée (le maximum) correspond au savon de l'huile de troisième friture est égale à 165 °C.

Donc la température de fusion ne dépasser pas 250 °C et ces températures permettent la transformation totale des savons en liquide non laiteux.

➤ **Savons mous à froid:**

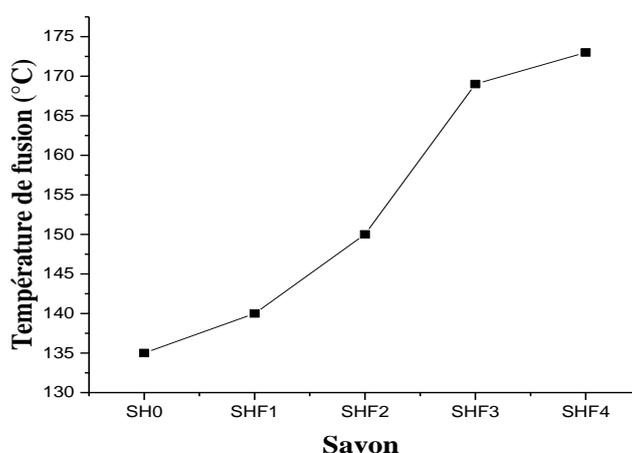


Figure III-32 : Température de fusion des savons mous.

On observe que, la température de fusion est différente pour tous les savons et elle augmente sous l'effet de la friture. La température la plus basse (le minimum) correspond au savon de l'huile fraîche est égale à 135 °C. La température la plus élevée (le maximum) correspond au savon de l'huile de quatrième friture est égale à 173 °C.

Donc la température de fusion ne dépasser pas 250 °C et ces températures permettent la transformation totale des savons en liquide non laiteux.

On conclut que la nature de base utilisée en saponification influe considérablement à le point de fusion de savon synthétisé.

#### III.4.2 Détermination de densité :

a. **Réactifs :**

- Les savons.
- L'eau distillée.

**b. Matériels :**

- Éprouvette graduée.
- Balance analytique.

**c. Mode opératoire :**

A l'aide d'une balance peser 1 g du savon, puis verser dans une éprouvette graduée de 25 ml et ajouter à ça 15 ml de l'eau distillé, après ça mesurer le nouveau volume.

**d. Résultats :**

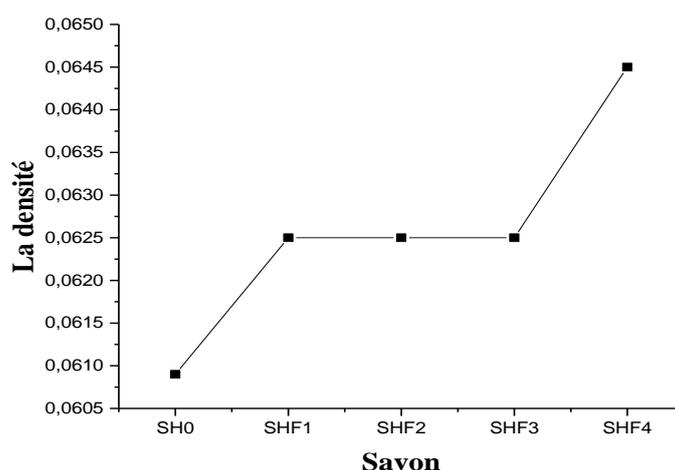
Les résultats de la détermination de la densité des savons à chaud et à froid sont regroupés dans les tableaux ci-dessous.

➤ **Savons solides à chaud :**

**Tableau III-9 :** La densité des savons solides à chaud.

Savon	S <sub>H0</sub>	S <sub>HF1</sub>	S <sub>HF2</sub>	S <sub>HF3</sub>	S <sub>HF4</sub>
Volume (ml)	16.4	16	16	16	15.5
Densité	0.0609	0.0625	0.0625	0.0625	0.0645

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-33 :** Variation de la densité des savons solides à chaud.

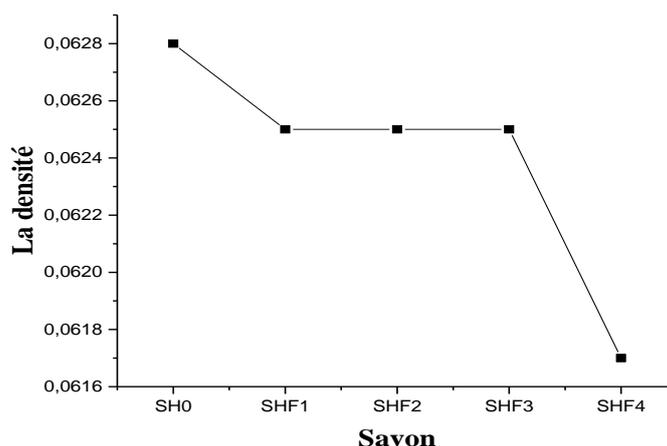
On observe que la densité augmente après chaque friture dans la quel elle stabilise et constante dans les savons ( $S_{HF1}$ ,  $S_{HF2}$ ,  $S_{HF3}$ ). Elle passe d'une valeur de 0.0609 de savon de l'huile fraiche à une valeur de 0.0645 de savon de l'huile de quatrième friture avec une différence de 0.0036.

➤ **Savons solides à froid :**

**Tableau III-10 :** La densité des savons solides à froid.

Savon	$S_{H0}$	$S_{HF1}$	$S_{HF2}$	$S_{HF3}$	$S_{HF4}$
V (ml)	15.9	16	16	16	16.2
Densité	0.0628	0.0625	0.0625	0.0625	0.0617

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-34 :** Variation de la densité des savons solides à froid.

On observe que la densité des savons diminue après chaque friture dans la quel elle stabilise et constante dans les savons ( $S_{HF1}$ ,  $S_{HF2}$ ,  $S_{HF3}$ ). Elle passe d'une valeur de 0.0628 de savon par l'huile fraiche à une valeur de 0.0617 de savon de l'huile de quatrième friture avec une différence de 0.0011.

## ➤ Savons mous à froid :

Tableau III-11 : La densité des savons mous.

Savon	S <sub>H0</sub>	S <sub>HF1</sub>	S <sub>HF2</sub>	S <sub>HF3</sub>	S <sub>HF4</sub>
V (ml)	15.5	16	16	16	16
Densité	0.0645	0.0625	0.0625	0.0625	0.0625

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :

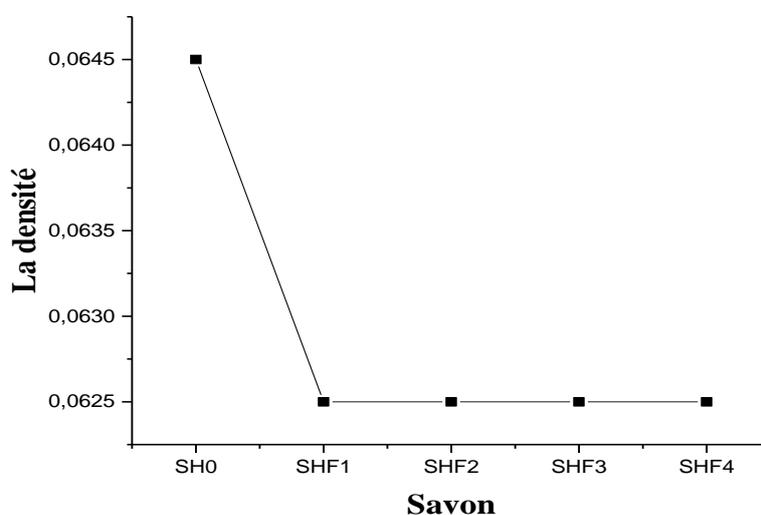


Figure III-35 : Variation de la densité des savons mous.

On observe que la densité prend une valeur maximale pour le savon par l'huile fraîche 0.0645 puis elle diminue et stabilise dans les savons (S<sub>HF1</sub>, S<sub>HF2</sub>, S<sub>HF3</sub>, S<sub>HF4</sub>) avec une valeur constante de 0.0625.

### III.4.3 Détermination de taux d'humidité :

#### III.4.3.1 Pour les savons solides à chaud et à froid par NaOH :

##### a. Réactifs :

- Les savons.

##### b. Matériels :

- Dessiccateur d'humidité.

### c. Mode opératoire :

Réglez les paramètres du test, mettez 2 g de savon dans une coupelle et fermez le couvercle pour commencer la procédure de séchage. L'analyse se passe pendant le séchage de l'échantillon. Elle finit soit quand le test est fini, ou après une période de temps prédéterminée par l'utilisateur.



Figure III-36 : Dessiccateur humidité.

### d. Résultats :

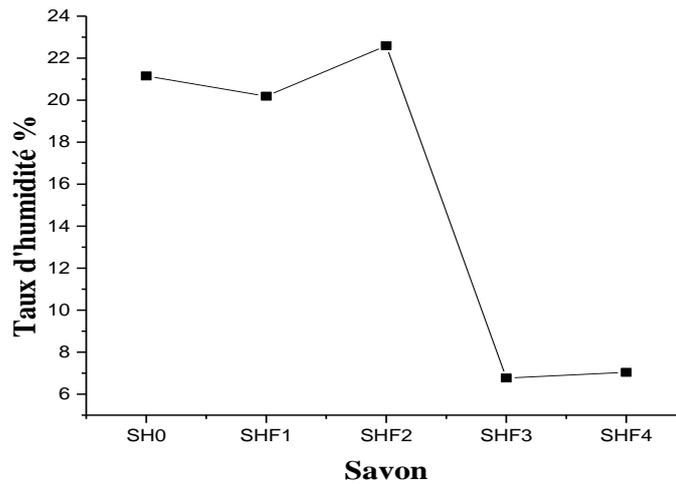
Les résultats de la teneur en eau des savons solides sont portés dans le tableau suivant :

Tableau III-12 : Taux d'humidité des savons solides à chaud et à froid.

Savon	$S_{H0}$	$S_{HF1}$	$S_{HF2}$	$S_{HF3}$	$S_{HF4}$
Taux d'humidité du savon S à chaud (L%)	21.15	20.19	22.59	6.77	7.04
Taux d'humidité du savon S à froid (L%)	9.84	7.40	10.83	4.84	5.13

D'après le tableau on a tracé les figures suivantes :

#### ➤ Savons solides à chaud :



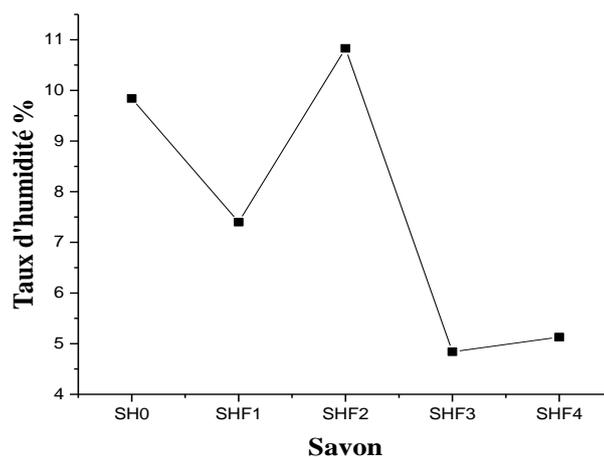
**Figure III-37 :** Variation du taux d'humidité des savons solides à chaud.

On observe que les savons solides à chaud ( $S_{H0}$ ,  $S_{HF1}$ ,  $S_{HF2}$ ) ont un taux d'humidité trop élevé cela signifie qu'au début du séchage, la surface du savon étant mouillée et la vitesse d'évaporation est élevée, c'est-à-dire il reste beaucoup d'eau dans les savons et ils séchant dans les parois et non dans le milieu.

Le savon qui a un taux d'humidité élevé, elle est due à la concentration de soude utilisée et elle n'est pas suffisamment dur, ce qui peut avoir un effet négatif sur les caractéristiques du savon et sur sa durée d'utilisation.

Donc on peut utiliser ce mode de savon dans le domaine cosmétique pour l'hydratation de la peau. On observe que les savons ( $S_{HF3}$ ,  $S_{HF4}$ ) ont un taux d'humidité bas cela signifie l'évaporation de l'eau sous l'effet de chaleur.

➤ **Savons solides à froid :**



**Figure III-38 :** Variation du taux d'humidité des savons solides à froid.

On observe que les savons solides à froid ( $S_{H0}$ ,  $S_{HF2}$ ) ont un taux d'humidité élevé cela signifie la durée de séchage est insuffisante. On peut utiliser ce mode de savon dans le domaine cosmétique pour l'hydratation de la peau.

On observe que les savons ( $S_{HF1}$ ,  $S_{HF3}$ ,  $S_{HF4}$ ) ont un taux d'humidité bas cela signifie l'évaporation de l'eau sous l'effet de chaleur c'est-à-dire le savon séché mais n'est pas complètement.

#### III.4.3.2 Pour les savons mous :

##### a. Réactifs :

- Les savons.

##### b. Matériels :

- Étuve.
- Dessiccateur.
- Balance analytique.

##### c. Mode opératoire :

- Peser 10 g de savon dans un bécher préalablement séché, soit  $P_1$  le poids total. Ce dernier a été mis dans une étuve réglée à  $103\text{ C}^\circ$  (ne dépasser pas  $105\text{ C}^\circ$ ) pendant une heure.
- Mettre les échantillons à la fois.
- Laisser les échantillons refroidir dans un dessiccateur, puis peser l'ensemble notée  $P_2$ .



Figure III-39 : Détermination de taux d'humidité des savons mous.

#### d. Résultats :

Les résultats de la détermination du taux d'humidité des savons mous sont regroupés dans le tableau ci-dessous.

Tableau III-13 : Taux d'humidité des savons mous.

Savon	$S_{H0}$	$S_{HF1}$	$S_{HF2}$	$S_{HF3}$	$S_{HF4}$
P	10	10	10	10	10
$P_1$	40.859	40.116	39.476	39.642	41.233
$P_2$	40.075	38.996	38.703	38.727	40.200
% H	7.84	11.2	7.33	9.15	10.33

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :

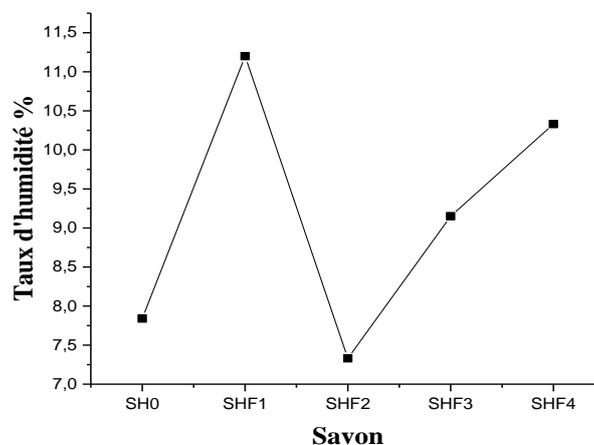


Figure III-40 : Variation du taux d'humidité des savons mous.

On observe que les savons mous ( $S_{HF1}$ ,  $S_{HF4}$ ) ont un taux d'humidité élevé et pour les savons ( $S_{H0}$ ,  $S_{HF2}$ ,  $S_{HF3}$ ) ont un taux d'humidité bas cela signifie l'évaporation de l'eau sous l'effet de chaleur, c'est-à-dire le savon séché mais n'est pas complètement.

Donc, on peut conclure que La teneur en humidité a des conséquences sur l'aptitude au traitement, la durée de conservation, la fonctionnalité et la qualité du savon. Il est donc impératif de déterminer ce paramètre avec précision pour garantir sa qualité.

#### **III.4.4 Détermination de la quantité d'acide gras dans les savons :**

##### **a. Réactif :**

- Les savons.
- Alcool éthylique à 95 % neutralisé.
- Phénolphthaléine.
- HCl (0.1N).
- Bleu de bromophénol.
- HCl (1N).

##### **b. Matériel :**

- Fiole conique.
- Balance analytique.
- Burette.

##### **c. Mode opératoire :**

- Peser 1 g de savon dans une fiole conique.
- Dissoudre ça dans 10 ml d'alcool éthylique à 95 % neutralisé.
- Ajouter quelques gouttes de phénolphthaléines et neutraliser l'alcalin libre par HCl (0.1N), quand la couleur rose disparaît arrêter immédiatement la neutralisation. A ce moment-là, ajouter quelques gouttes de bleu de bromophénol à la coloration devient bleue.
- Titrer par HCl (1N) jusqu'au virage jaune, Soit V le volume après la titration.



Figure III-41 : Avant le point d'équivalence par HCl (0.1N).

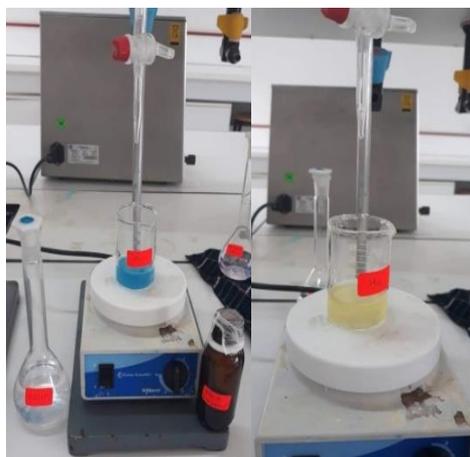
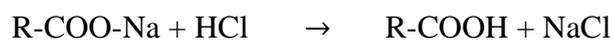


Figure III-42 : Avant et après le point d'équivalence par HCl (1N).

#### d. Calcul :

En calcule la quantité d'acide gras contenue dans le savon à partir de l'équation suivante :



$$\mathbf{X} = \frac{\mathbf{V.N.260}}{\mathbf{1000}} = \mathbf{0.26.V.N} \quad \text{(Eq.10)}$$

Le pourcentage d'acide gras est :

$$\mathbf{\% AG} = \frac{\mathbf{0.26.V.N}}{\mathbf{P}} \cdot \mathbf{100} \quad \text{(Eq.11)}$$

Avec, **N** : Normalité de l'acide chlorhydrique HCl.

**V** : Volume de l'acide chlorhydrique HCl.

**260** : Masse moléculaire des acides gras.

**P** : Prise d'essai.

#### e. Résultats et discussion :

Les résultats de la détermination de la quantité d'acide gras contenue dans les savons à chaud et à froid sont regroupés dans les tableaux ci-dessous.

##### ➤ Pour les savons solides à chaud :

**Tableau III-14** : La quantité d'acide gras contenue dans les savons solides à chaud.

Savon	$S_{H0}$	$S_{HF1}$	$S_{HF2}$	$S_{HF3}$	$S_{HF4}$
V (ml)	1.1	0.8	0.6	0.5	0.5
% AG	28.6	20.8	15.6	13	13

Pour les savons solides à chaud, on observe que le savon par l'huile fraîche ( $S_{H0}$ ) contient le maximum d'acide gras par rapport les autres savons avec une valeur de 28.6 % et les deux dernières savons ( $S_{HF3}$ ,  $S_{HF4}$ ) contiennent le minimum d'acide gras avec une même valeur de 13 %.

##### ➤ Pour les savons solides à froid :

**Tableau III-15** : La quantité d'acide gras contenue dans les savons solides à froid.

Savon	$S_{H0}$	$S_{HF1}$	$S_{HF2}$	$S_{HF3}$	$S_{HF4}$
V (ml)	1.1	1.7	1.7	1	0.4
% AG	28.6	44.2	44.2	26	10.4

Lors de la saponification d'un corps gras, les acides gras libres réagissent les premiers avec la soude car ils sont à l'état libre et forment un premier savon, tandis que la graisse neutre doit être encore hydrolysée en acides et en glycérol si la raison pour laquelle on remarque un grand taux d'acide gras contenue dans les savons

Pour les savons solides à froid, on observe que les deux savons par l'huile de première et de deuxième friture ( $S_{HF1}$ ,  $S_{HF2}$ ) contiennent le maximum d'acide gras par rapport aux autres

savons avec une même valeur de 44.2 % et le savon par l'huile de dernière friture ( $S_{HF4}$ ) contient le minimum d'acide gras avec une valeur de 10.4 %.

➤ **Pour les savons mous par KOH :**

**Tableau III-16 :** La quantité d'acide gras contenue dans les savons mous.

Savon	$S_{H0}$	$S_{HF1}$	$S_{HF2}$	$S_{HF3}$	$S_{HF4}$
V (ml)	0.6	0.65	0.7	0.75	1
% AG	15.6	16.9	18.2	19.5	26

Pour les savons mous à froid, on observe que le savon par l'huile de dernière friture ( $S_{HF4}$ ) contient le maximum d'acide gras par rapport les autres savons avec une valeur de 26 % et le savon par l'huile fraiche ( $S_{H0}$ ) contient le minimum d'acide gras avec une valeur de 15.6 %.

Donc, les acides gras contribuent à la dureté et ils possèdent le pouvoir moussant du savon, douceur et soin et de plus ou moins accélérer la trace.

#### III.4.5 Détermination de la teneur en alcalin libre :

##### a. Réactifs :

- Les savons.
- Alcool éthylique à 80% neutralisé.
- Acide chlorhydrique (0.1N).
- Phénolphtaléine.

##### b. Matériels :

- Fiole conique.
- Balance analytique.
- Burette.

##### c. Mode opératoire :

- Prélever environ 1 g de savon dans une fiole conique.
- Dissoudre dans 10 ml d'alcool éthylique à 80 % neutralisé.
- Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine, la couleur devient rose.
- Titrer par l'acide chlorhydrique 0.1 N. Soit V le volume verser.

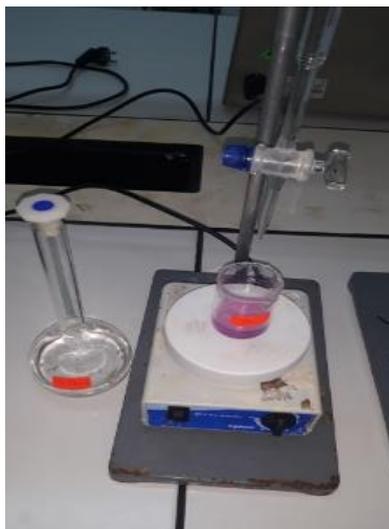
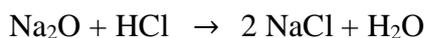


Figure III-43 : Dosage des alcalins libres.

**d. Calcul :**

En calcule la teneur en alcalin libre contenue dans le savon à partir de l'équation suivante :



Pour une mole de  $\text{Na}_2\text{O}$  il faut deux moles de  $\text{HCl}$ , 31g de  $\text{Na}_2\text{O}$  sont neutralisé par 36.5g d'acide chlorhydrique et X de  $\text{Na}_2\text{O}$  contenu dans P g de savon sont neutralisé par Y g d'acide chlorhydrique contenu dans un volume V d'acide chlorhydrique versé.

$$\mathbf{Y = \frac{V.36.5.N}{1000}} \quad \text{(Eq.12)}$$

La masse de  $\text{Na}_2\text{O}$  contenue dans P g de savon est :

$$\mathbf{X = \frac{31.Y}{36.5}} \quad \text{(Eq.13)}$$

$$\mathbf{V = \frac{31.V.N}{1000}} \quad \text{(Eq.14)}$$

La quantité de  $\text{Na}_2\text{O}$  contenu dans 100g est :

$$\mathbf{\text{Na}_2\text{O} \% = \frac{31.V.N}{1000} \frac{100}{P}} \quad \text{(Eq.15)}$$

$$\mathbf{\text{Na}_2\text{O} \% = \frac{3.1.V.N}{P}} \quad \text{(Eq.16)}$$

## e. Résultats et discussion :

Les résultats de la détermination de la teneur en alcalin libre contenue dans les savons à chaud et à froid sont regroupés dans les tableaux ci-dessous.

## ➤ Pour les savons solides à chaud :

**Tableau III-17** : La teneur en alcalin libre contenue dans les savons solides à chaud.

Savon	S <sub>H0</sub>	S <sub>HF1</sub>	S <sub>HF2</sub>	S <sub>HF3</sub>	S <sub>HF4</sub>
V (ml)	3.5	4.5	3.7	2.6	2
Na <sub>2</sub> O %	1.085	1.395	1.147	0.806	0.62

On observe que la teneur en alcalin libre augmente et atteint au maximum dans le cas de savon de première friture a une valeur de 1.395 % puis elle diminue jusqu'à la valeur 0.62 % du dernier savon.

Donc l'excès d'alcalin libre 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'alcalin libre rend rêches les fibres animales, et diminue leur solidité et leur éclat Le lavage et le foulage des draps laine, on permet de 1 à 1,2 %.

Et pour le faible teneur en alcali libre, on peut prévoir son incapacité à produire des irritations sur une peau normale.

## ➤ Pour les savons solides à froid :

**Tableau III-18** : La teneur en alcalin libre contenue dans les savons solides à froid.

Savon	S <sub>H0</sub>	S <sub>HF1</sub>	S <sub>HF2</sub>	S <sub>HF3</sub>	S <sub>HF4</sub>
Volume (ml)	11.4	8.5	12.3	5.3	6.8
Na <sub>2</sub> O %	3.534	2.635	3.318	1.643	2.108

On observe que la teneur en alcalin libre atteint le maximum dans le cas de savon d'huile fraiche a une valeur de 3.534 %, donc elle 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.

Et aussi elle prend un pourcentage faible 1.643 % correspond au savon de l'huile de troisième friture cela signifie son incapacité à produire des irritations sur une peau normale.

➤ **Pour les savons mous :**

**Tableau III-19 :** La teneur en alcalin libre contenue dans les savons mous.

Savon	S <sub>H0</sub>	S <sub>HF1</sub>	S <sub>HF2</sub>	S <sub>HF3</sub>	S <sub>HF4</sub>
V (ml)	3.2	5.9	13.5	15.8	8.5
K <sub>2</sub> O %	0.992	1.829	4.185	4.898	2.635

On observe que la teneur en alcali libre augmente après chaque friture.

La valeur maximale est 4.898 % correspond au savon de l'huile de troisième friture donc ce type de savon rend rêches les fibres animales, et diminue leur solidité et leur éclat. La valeur minimale est 0.992 % correspond au savon de l'huile fraîche cela signifie son incapacité à produire des irritations sur une peau normale.

#### III.4.6 Détermination de la teneur de NaCl :

Cette expérience se fait spécialement pour les savons solides à chaud.

**a. Réactifs :**

- Les savons.
- L'eau distillée.
- MgNO<sub>3</sub>.
- K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>.
- AgNO<sub>3</sub>.

**b. Matériels :**

- Balance analytique.
- Black chauffent.
- Burette.

**c. Mode opératoire :**

Dans un bécher de 250 ml prélever 5 g de savon, puis ajouter 75 ml d'eau distillée, 25 ml de nitrate de magnésium MgNO<sub>3</sub> et chauffer jusqu'à l'obtention d'un liquide claire.

Refroidir le mélange obtenu à température ambiante et ajouter quelques gouttes de  $K_2CrO_4$  puis titrer par  $AgNO_3$  à 0.1N jusqu'à coloration rouge brique.

**d. Résultats et discussion :**

On remarque aucun virage de couleur cela signifie l'absence de NaCl dans les savons.

**III.4.7 Le pouvoir moussant :**

**a. Réactifs :**

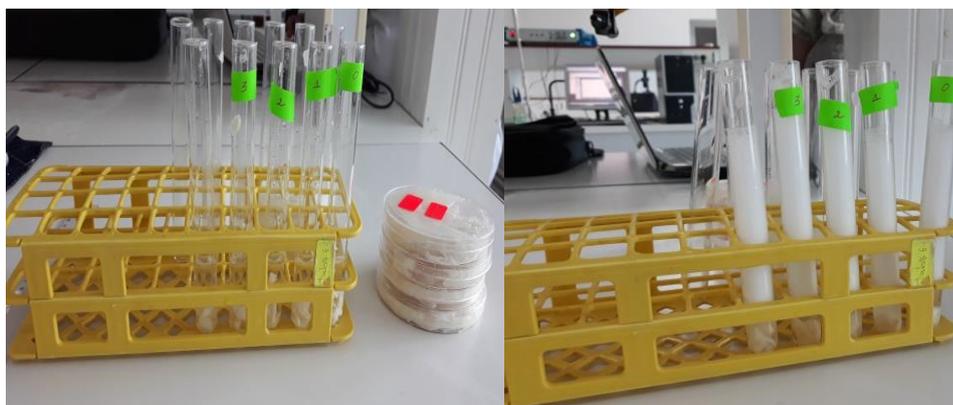
- Les savons.
- L'eau distillée.

**b. Matériels :**

- Balance analytique.
- Tube à essai.
- Règle de mesure.

**c. Mode opératoire :**

On prépare une solution savonneuse par la dissolution de 1 g de savon dans 5 ml d'eau distillée dans un tube à essai. On agite vigoureusement pendant 30 secondes puis 1 min, 2min, 3min, 4min et 5min environ. Après 5 min au repos, on mesure la hauteur de mousse à l'aide d'une règle.



**Figure III-44 :** Avant et après l'agitation.

**d. Résultats :**

La mousse est généralement définie comme étant une dispersion de gaz dans un liquide de telle façon que sa densité approche celle du gaz. Le pouvoir moussant et la stabilité de la mousse dépendent de : la concentration en acides gras, de la nature des acides gras, de la

température et le temps. Elle est maximale entre 20 et 40 °C pour les composés ayant une longueur de chaîne de 12 à 14 atomes de carbone.

Les résultats de la détermination de pouvoir moussant des savons à chaud et à froid sont regroupés dans les tableaux ci-dessous.

➤ Savons solides à chaud :

Tableau III-20 : La variation de pouvoir moussant des savons solides à chaud.

Savon		S <sub>H0</sub>	S <sub>HF1</sub>	S <sub>HF2</sub>	S <sub>HF3</sub>	S <sub>HF4</sub>
		Temps d'agitation				
Hauteur de la mousse (Cm)	30 s	8	8	8	8	8.8
	1 min	6.6	7	7	7.5	8
	2 min	6.5	4.1	5.9	7.5	7.9
	3 min	5.8	2	4.8	7.4	7.6
	4 min	5	1.3	1.7	7.3	7.3
	5 min	3.5	1.1	1.7	7	7

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :

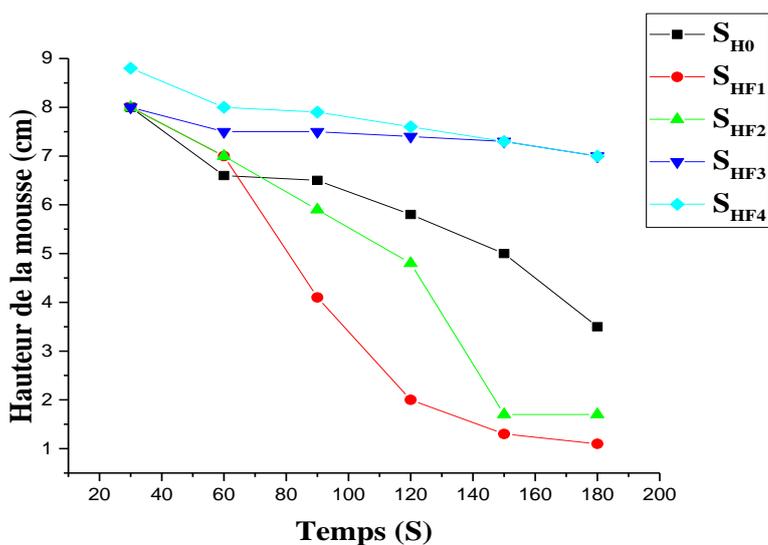


Figure III-45 : Evolution de la hauteur de la mousse des savons solides à chaud par NaOH en fonction de temps.

D'après la courbe on observe que la hauteur de la mousse de savon d'huile de 3<sup>ème</sup> et de 4<sup>ème</sup> friture après chaque minute est très proche l'un de l'autre, et il n'y a pas d'une grande chute observée ; la différence entre la première et la dernière mesure est 1.8 cm, donc ses savons ont gardés leur mousse élevée.

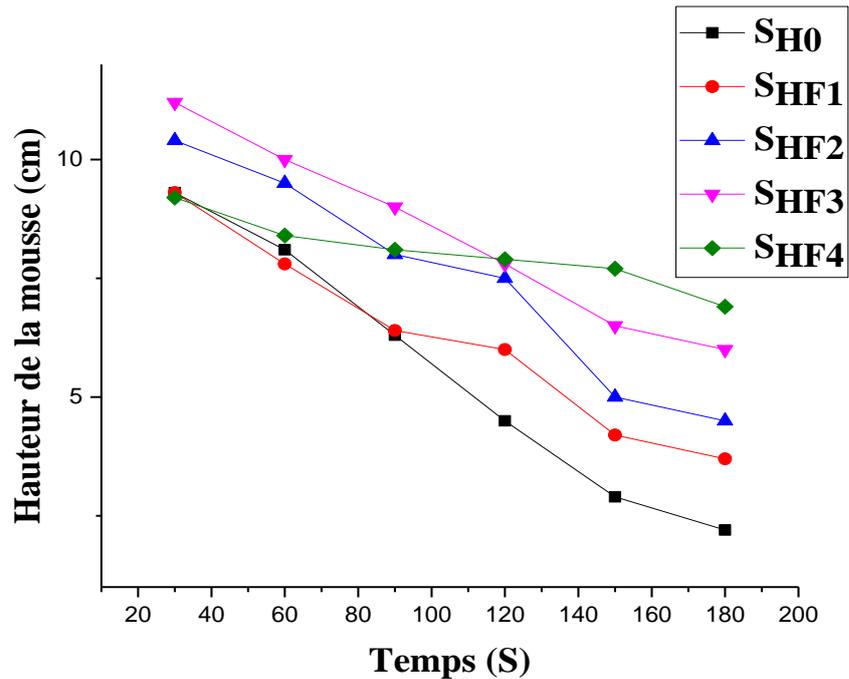
Par contre dans les autres savons on observe une grande chute avec une vitesse rapide (surtout S<sub>HF3</sub> et S<sub>HF2</sub>), la différence entre la première et la dernière mesure est successivement 4.5 ; 6.9 et 6.3 du savon de l'huile fraiche, de 1<sup>ère</sup> friture, et de 2<sup>ème</sup> friture.

➤ **Savons solides à froid :**

**Tableau III-21 :** La variation de la pouvoir moussant des savons solides à froid.

		Savon				
		S <sub>H0</sub>	S <sub>HF1</sub>	S <sub>HF2</sub>	S <sub>HF3</sub>	S <sub>HF4</sub>
<b>Hauteur de la mousse (Cm)</b>	<b>Temps d'agitation</b>					
	<b>30 s</b>	9.3	9.3	10.4	11.2	9.2
	<b>1 min</b>	8.1	7.8	9.5	10	8.4
	<b>2 min</b>	6.3	6.4	8	9	8.1
	<b>3 min</b>	4.5	6	7.5	7.8	7.9
	<b>4 min</b>	2.9	4.2	5	6.5	7.7
<b>5 min</b>	2.2	3.7	4.5	6	6.9	

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-46** : Evolution de la hauteur de la mousse des savons solides à froid en fonction de temps.

On remarque presque le même résultat du savon à chaud, le meilleur savon est SHF4.

La différence entre la 1<sup>er</sup> et la dernière mesure est 2.3 cm, il n'y a pas d'une chute par contre pour les autres savons on observe une grand chute avec une vitesse rapide, la différence entre la première et la dernière mesure est successivement 7.1 ; 5.6 ; 5.9 ; 5.2 du savon de l'huile fraiche, de 1<sup>ère</sup>, de 2<sup>ème</sup> et de 3<sup>ème</sup> friture.

➤ Savons mous à froid :

Tableau III-22 : La variation de la pouvoir moussant des savons mous.

		Savon	$S_{H0}$	$S_{HF1}$	$S_{HF2}$	$S_{HF3}$	$S_{HF4}$
		Temps d'agitation					
Hauteur de la mousse (Cm)	30 s		12	11.9	9.3	8	8
	1 min		10.3	10.2	8.8	7	7.7
	2 min		9.3	9.1	7.6	6.5	7
	3 min		8.8	8.7	7.5	6	6.5
	4 min		8.5	8	7	5.3	5.5
	5 min		8	7	3.9	3.2	2.6

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :

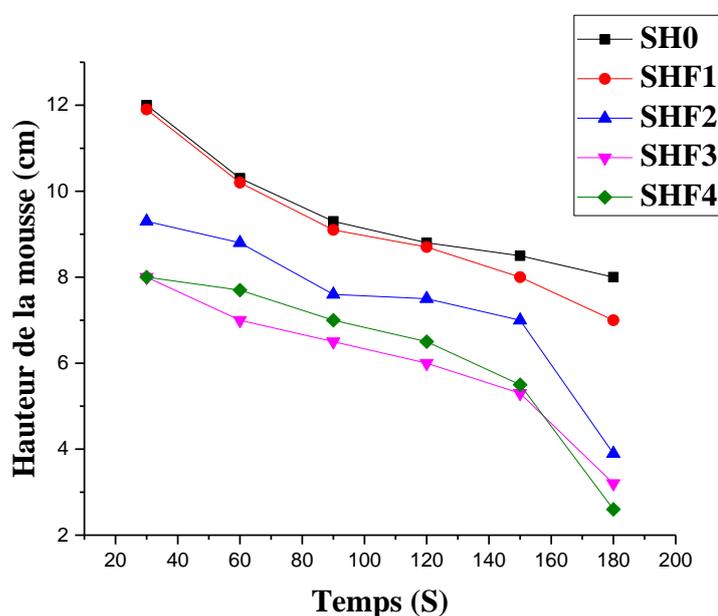


Figure III-47 : Evolution de la hauteur de la mousse des savons mous à froid par KOH en fonction de temps.

Contrairement à ce qui a été montré dans les méthodes précédentes par NaOH à chaud et à froid, dans la méthode par KOH à froid on observe que la hauteur de mousse des savons

diminue après chaque agitation, elle est égale successivement 4.9 ; 5.4 ; 4.8 et 5.4 pour les savons de de l'huile fraîche, de 1<sup>ère</sup>, de 2<sup>ème</sup>, de 3<sup>ème</sup> et de 4<sup>ème</sup> friture. On constate le meilleur savon dans cette méthode est le savon à base d'huile non fritté.

D'après les trois expériences on conclut premièrement que le meilleur savon parmi les quinze est le savon de la 4<sup>ème</sup> friture par la méthode à chaud par NaOH.

Deuxièmement les savons par NaOH ont donnés meilleurs résultats que les savons par KOH (on observe une grande différence de la hauteur de la mousse).

Troisièmement si vous voulez utiliser une huile usagée, il est préférable de suivre la méthode par NaOH, beaucoup plus à chaud, mais si vous avez l'huile fraîche c'est mieux qu'utiliser la méthode à froid.

L'action détergente d'un savon est liée à sa solubilité dans l'eau, c'est-à-dire son pouvoir moussant. Les savons qui ont donné plus hauteur de mousse et restent le plus longtemps, sont plus solubles dans l'eau, sa concentration en acides gras est élevé et la nature des acides gras qu'ils contiennent y ont aussi contribué.

#### **III.4.8 Détermination de la tension superficielle :**

##### **a. Réactifs :**

- Les savons.
- L'eau distillée.
- L'éthanol.

##### **b. Matériels :**

- Tensiomètre LAUDA.
- Balance analytique.
- Agitateur magnétique.
- Fiole de 500 ml.
- Fiole de 25 ml.

##### **c. Mode opératoire :**

- **Préparation de la solution mère :**

Dans une fiole de 500 ml, introduire 5 g du savon, et ajouter une quantité de l'eau distillée puis mettre ça sur un agitateur magnétique pour dissoudre complètement à l'aide d'un barreau magnétique, après ça compléter avec du l'eau jusqu'à trait de jauge.



Figure III-48 : Préparation de la solution mère.

➤ **Préparation des solutions filles :**

Dans une fiole de 25 ml, introduire 0.5 ml de la solution mère et compléter avec l'eau distillée jusqu'à trait de jauge puis mesurer sa tension superficielle à l'aide de l'appareil. De la même manière on prépare les solutions filles pour des volumes suivantes (1 ; 1.5 ; 2 ; 2.5 ; 3 ; 3.5 et 4) ml.

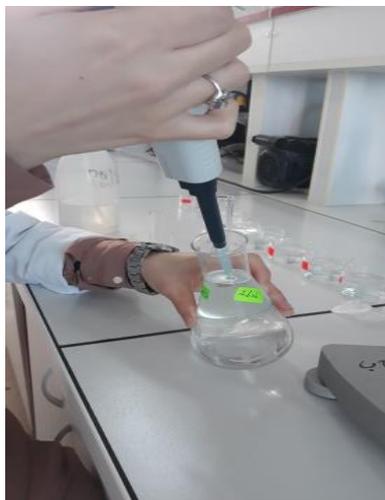


Figure III-49 : Préparation des solutions filles.

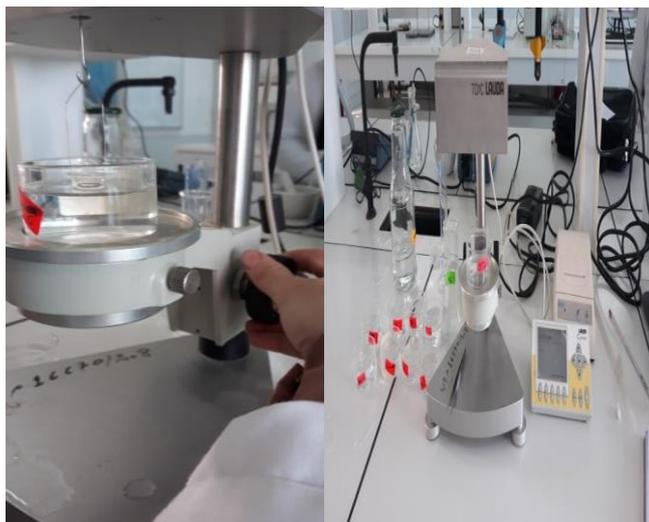


Figure III-50 : Mesure de la tension superficielle des savons.

a. Résultats :

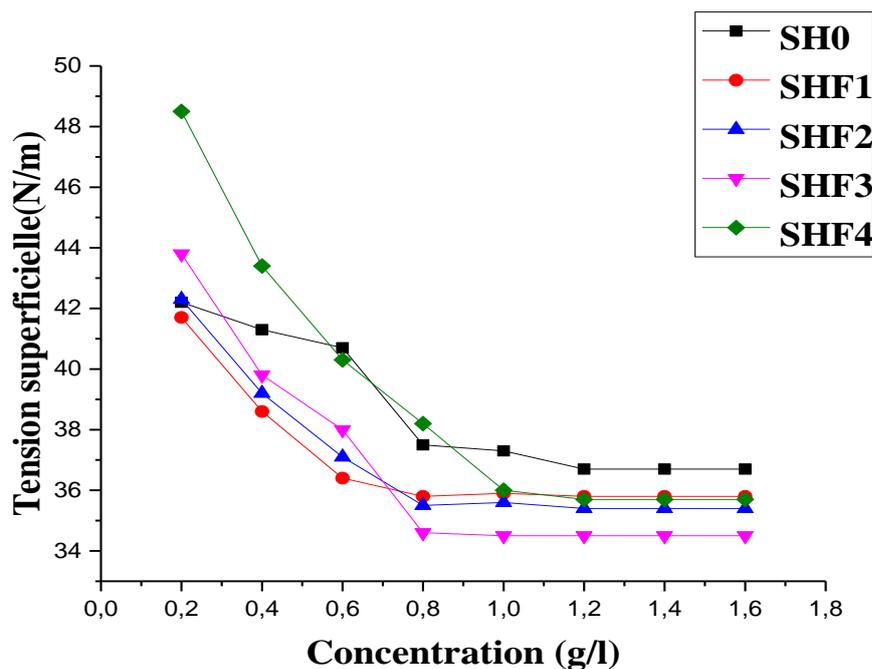
On a rassemblé tous les résultats de tension superficielle des savons à chaud et à froid dans les tableaux suivants :

➤ Savons solides à chaud :

Tableau III-23 : La variation de tension superficielle des savons solides à chaud.

		Concentration solution Savonneuse (g/l)							
		0.2	0.4	0.6	0.8	1	1.2	1.4	1.6
Tension Superficielle (N/m)	S <sub>H0</sub>	42.2	41.3	40.7	37.5	37.3	36.7	36.7	36.7
	S <sub>HF1</sub>	41.7	38.6	36.4	35.8	35.9	35.8	35.8	35.8
	S <sub>HF2</sub>	42.3	39.2	37.1	35.5	35.6	35.4	35.4	35.4
	S <sub>HF3</sub>	43.8	39.8	38	34.6	34.5	34.5	34.5	34.5
	S <sub>HF4</sub>	48.5	43.4	40.3	38.2	36	35.7	35.7	35.7

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-51** : Evolution de tension superficielle des savons solides à chaud en fonction de la concentration.

On remarque que la tension superficielle diminue lorsque la concentration augmente à certain moment la tension superficielle est devenue constante malgré l'augmentation de la concentration de la solution.

Et on observe que la tension superficielle de la solution savonneuse avec l'huile de troisième friture diminue au fur et à mesure de l'augmentation de la concentration jusqu'à ce que la concentration devienne égale à 1 g/l la tension superficielle devenue constante avant toutes les autres solutions.

Pour la tension superficielle des solutions savonneuses ( $S_{H0}$ ,  $S_{HF1}$ ,  $S_{HF2}$ ,  $S_{HF4}$ ) diminue en fonction de l'augmentation de la concentration jusqu'à ce que la concentration devienne égale à 1,2 g/l la tension superficielle devenue constante avec des valeurs très proches.

➤ Savons solides à froid :

Tableau III-24 : La variation de tension superficielle des savons solides à froid.

		Concentration solution Savonneuse (g/l)							
		0.2	0.4	0.6	0.8	1	1.2	1.4	1.6
Tension Superficielle (N/m)	Savon SH <sub>0</sub>	42.7	37.7	35.8	35.4	35.1	35.1	35.1	35.1
	SHF <sub>1</sub>	48.3	44.9	42.6	40.3	38.3	38.1	38.1	38.1
	SHF <sub>2</sub>	43.2	40.6	36.9	35.8	36.7	35.6	35.5	35.5
	SHF <sub>3</sub>	46	40.7	37.3	35.3	34.9	34.9	34.9	34.9
	SHF <sub>4</sub>	54.8	52.1	49	40.8	36.9	36.5	37	37

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :

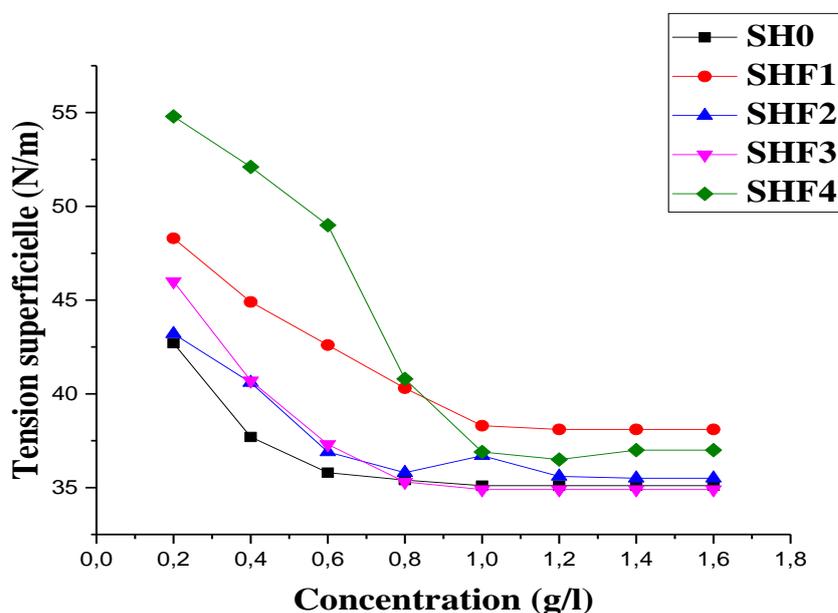


Figure III-52 : Evolution de la tension superficielle des savons solides à froid en fonction de la concentration.

On constate que la tension superficielle diminue lorsque la concentration augmente à certain moment la tension superficielle est devenu constante malgré l'augmentation de la concentration de la solution.

On observe que la tension superficielle des solutions savonneuses ( $S_{H0}$ ,  $S_{HF3}$ ), diminue au fur et à mesure de l'augmentation de la concentration jusqu'à ce que la concentration devienne égale à 1 g/l la tension superficielle devenue constante avant toutes les autres solutions avec des valeurs très proches.

On observe que la tension superficielle de solution savonneuse ( $S_{HF1}$ ) diminue en fonction de l'augmentation de la concentration puis elle stabilise à partir de la concentration 1.2 g/l

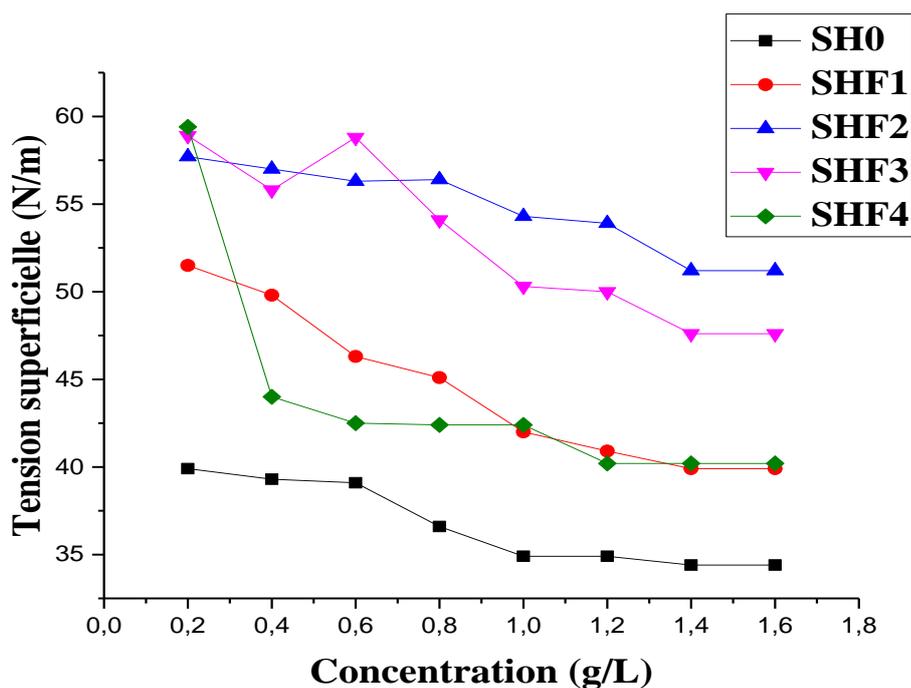
On observe que la tension superficielle des solutions savonneuses ( $S_{HF2}$ ,  $S_{HF4}$ ) diminue en fonction de l'augmentation de la concentration puis elle stabilise à partir de la concentration 1.4 g/l.

➤ **Savons mous:**

**Tableau III-25 :** La variation de tension superficielle des savons mous.

		Concentration solution savonneuse (g/l)	0.2	0.4	0.6	0.8	1	1.2	1.4	1.6
		Savon								
Tension Superficielle (N/m)	$S_{HF_0}$		39.9	39.3	39.1	36.6	34.9	34.9	34.4	34.4
	$S_{HF_1}$		51.5	49.8	46.3	45.1	42	40.9	39.9	39.9
	$S_{HF_2}$		57.7	57	56.3	56.4	54.3	53.9	51.2	51.2
	$S_{HF_3}$		58.9	55.8	58.8	54.1	50.3	50	47.6	47.6
	$S_{HF_4}$		59.4	44	42.5	42.4	42.4	40.2	40.2	40.2

D'après le tableau on a tracé la figure suivante :



**Figure III-53 :** Evolution de la tension superficielle des savons moussants en fonction de la concentration.

On remarque que la tension superficielle diminue lorsque la concentration augmente à certain moment la tension superficielle est devenue constante malgré l'augmentation de la concentration de la solution.

On observe que la tension superficielle de la solution savonneuse ( $S_{HF4}$ ), diminue au fur et à mesure de l'augmentation de la concentration jusqu'à ce que la concentration devienne égale à 1.2 g/l la tension superficielle devenue constante avant toutes les autres solutions.

On observe que la tension superficielle des solutions savonneuses ( $S_{H0}$ ,  $S_{HF1}$ ,  $S_{HF2}$ ,  $S_{HF3}$ ) diminue en fonction de l'augmentation de la concentration puis elle stabilise à partir de la concentration 1.4 g/l.

La tension superficielle est un phénomène physico-chimique lié aux interactions moléculaires d'un fluide, de forces électrostatiques qui s'exercent entre les molécules du solution cela provoque la diminution de la vitesse d'attraction entre les molécules à l'interface et aussi signifie à la diminution de la force qui relié les molécules.

La constante de la tension superficielle due à la stabilité et à la saturation sur la surface et aussi elle résulte à l'augmentation de l'énergie à l'interface. Le système tend vers

un équilibre qui correspond à la configuration de plus basse énergie, il modifie donc sa géométrie pour diminuer l'aire de cette interface.

Lorsqu'on met le savon dans l'eau, celui-ci forme spontanément une couche adsorbée à la surface (la partie hydrophile dans l'eau), donnant lieu à un équilibre entre solution de monomère et le film. Ces molécules aiment à se disposer côte à côte à la surface de l'eau, leurs têtes polaires (hydrophiles) plongent dans l'eau, leurs chaînes hydrocarbonées (ou aliphatiques), parallèles entre elles, se dressent hors de l'eau. A la saturation, elles forment des agrégats appelés micelles.

*Conclusion*

*générale*

## **Conclusion générale :**

L'objectif de cette étude est de fabriquer deux types de savon à partir d'une huile végétale fraîche et de friture usagée quatre fois et connaître est ce qu'on peut les recycler ou non.

Dans la première partie de travail, nous nous sommes intéressés à la détermination des valeurs des caractéristiques physico-chimiques de nos huiles (huile fraîche, huile de friture de première, de deuxième, de troisième et de quatrième usage), elles montrent que : l'huile de quatrième friture possède un point d'ébullition élevée par rapport les autres mais ne dépasser pas 180 °C cela signifie que l'huile de friture qui est utilisé plusieurs fois subit une plus haute température que l'huile fraîche et pour la densité subit une diminution serait également due à la formation des composés primaires d'oxydation aux chaînes plus au moins courte et pour l'humidité l'huile de quatrième friture possède une petite pourcentage 0.16 % de taux d'humidité cela signifie à l'évaporation de l'eau sous l'effet de chaleur (de friture) par la comparaison avec les autres huiles et pour la viscosité l'huile fraîche possède une valeur idéal (54.6687 mPa.s) par rapport les autres par ce que elle contient dans l'intervalle de la plupart des corps gras entre 50 et 80 (mPa.s) cela due à la saturation des chaînes grasses et que cette huile très visqueux et pour l'indice d'acide l'huile de quatrième friture possède une faible indice par rapport les autres cela signifie a sa bonne qualité car il contribue à lui donner une forte stabilité face à l'oxydation et à la réduction des acides gras insaturés sous l'effet de plusieurs friture et le dernier analyse des huiles est de l'indice de saponification par lequel nous pouvons découvrir la recette du savon pour cela l'huile fraîche qui donne un bon indice de saponification par rapport les autres parce qu'il n'a pas soumis à la chaleur.

Dans la deuxième partie, Nous avons préparé des savons solides à chaud et à froid et des savons mous à froid et les composés principaux utilisés pour la fabrication sont les huiles, la solution de soude et la solution de potasse.

Dans la dernière partie, Nous avons fait des analyses physico-chimiques sur les savons qui ont été déjà fabriqué, on montrait que : le point de fusion des savons solides à chaud est plus mieux et très supérieur à les autres et pour la meilleur densité est des savons solides à chaud par ce qu'elle augmente après chaque friture et supérieurs à les autres et l'humidité des savons solides à froid est plus mieux et très inférieurs par rapport les autres cela donne un bon qualité des savons parce qu'elle séché bien, et une quantité d'acide gras dans les savons solides à froid est très élevés par rapport la quantité d'acide gras dans les savons mous et dans les savons solides à chaud, et pour la teneur en alcalin libre la quantité de %Na<sub>2</sub>O dans 100 g des

savons mous est supérieur par la comparaison avec la quantité de %K<sub>2</sub>O dans 100 g des savons solides à chaud et à froid, et les savons solides à chaud ne contiennent aucune chlorure de sodium, et pour le pouvoir moussant la hauteur de la mousse dans les savons mous à froid est plus épaisse et plus longue par rapport les autres savons, et enfin pour la dernière traitement la tension superficielle des savons solides à chaud est plus mieux et stabilise avant les autres savons à froid.

Donc, d'après les résultats obtenus sur les diverses huiles et les diverses savons on conclut qu'on peut fabriquer des savons par des huiles de friture usagée plusieurs fois par ce qu'elles donnent un bon résultat tel que la mousse qui prend un grand temps pour disparaître.

*Références*

*bibliographiques*

## Références bibliographiques

- [1] Hildegard Aman-Habacht, ménopause : cadeau | défi | luxe, (1), février /avril 2020, page 18 ; 19.
- [2] la bible des huiles essentielles, édition asap, page.
- [3] Joël Blin, Philippe Girard, guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales dans les pays de la cedeao , 2011, page 11.
- [4] Arnaud le toux, Alain Kowalski, physique chimie : 1re et terminale bac technologique stav. première partie, édition educagri, 2013, page 117 ; 123 ; 125.
- [5] Jean-Christophe Vuillemard, science et technologie du lait, (3), 2018, page 6 ; 8 ; 9.
- [6] Carole Lapointe-Vignola, science et technologie du lait : transformation du lait, édition presses internationales polytechnique, 2002, page 5 ; 9.
- [7] Leray Claude, les lipides dans le monde vivant, édition tec et doc, 2010, page 3.
- [8] Chantal Soerensen, Martine Rebstein, chimie avancée: préparation au bac et à la maturité, 2011, page 92 ; 94.
- [9] Jürg Löliger, Raphaël Badoud , Werner J. Bauer, science et technologie des aliments, 2010, page 123 ; 124.
- [10] Zeki Berk, technologie de production de farines alimentaires et de produits protéiques issus du soja, organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture, 1993, page 14.
- [11] Jaonaritiana Franck Tony Sergio, formation et production de graisse lubrifiante à partir d'huile végétale, huile ricin (*ricinus communis*), université d'antananarivo école supérieure polytechnique, 21 mars 2019, page 29 ; 30 ; 31.
- [12] Saidi Amel, Tatar Narimene, effet de la friture sur l'huile de table, université de bejaïa, master, 2020, page 8 ; 9 ; 10.
- [13] Bruneton Jean, pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, (4), 2009, page 147 ; 152.
- [14] Chouikh Souad ; Degdeg Hadjer, qualité des huiles à friture et effet des produits de dégradation sur la santé, université de Jijel, master, 2016, page 2.
- [15] Loïc Ternisien, guide : les huiles végétales, page 13.
- [16] Julien Gornay, transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques, thèse de doctorat, institut national polytechnique de lorraine, 31 octobre 2006 ; page 24.

- [17] Michel Faraguna, Michel Muschert, modules de technologie culinaire, tome 1 et 2, éditions bpi, août 1999, page 464 ; 465 ; 466.
- [18] Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture et l'organisation mondiale de la santé tenue à Rome, le rôle des graisses et huiles alimentaires en nutrition humaine, rapport d'une consultation mixte d'experts, n° 20, 1981, page 59.
- [19] M Cherif Ilyas, effets des différentes fritures sur les qualités physico-chimiques et nutritionnelles des huiles, université Abdelhamid ben badis Mostaganem, master, 04/juillet/2017, page 08 ; 09 ; 14.
- [20] Olivier Vitrac, caractérisation expérimentale et modélisation de l'opération de friture, 2000, page 332.
- [21] Juliette Pouyat-leclère, Ines Birlouez-aragon, cuisson et santé: la cuisson, c'est capital pour la santé, alpen éditions, 2005, page 51 ; 52 ; 55.
- [22] Dr Yvette Jiokap Nono, conservation des fruits et légumes tropicaux par friture, l'université de ngaoundéré, le 16 septembre 2002, page 5 ; 12 ; 13.
- [23] Bouchair Radja, Toureche Souâd, physicochimie des huiles thermo oxydées impacts sur la santé et rôle des alicaments, université de Jijel, diplôme d'ingénieur d'état, 2009, page 20 ; 21 ; 22.
- [24] Gilles Charles, la cuisine expliquée, éditions bpi, 2009, page 200.
- [25] Aucharki Ouzna, Doudjedid Nacira, effet du rapport frites / huile sur la qualité de l'huile «elio» au cours des fritures répétées, faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques, master, 2018, page 23 ; 25.
- [26] Qa International, l'encyclopédie visuelle des aliments ; achat préparation utilisation cuisson conservation valeur nutritive recette, éditions québec Amérique, 1996, page 23.
- [27] Michel Maincent-morel, la cuisine de référence, techniques et préparations de base, fiches techniques de fabrication, éditions bpi, page 512.
- [28] Joseph Barberet, le travail en France : monographies professionnelles, volume 6, 1889, page 236.

[29] Alberto Diaz Ortiz, application de la friture a la valorisation de la banane plantain (musa paradisiaca l): contribution à la connaissance et a l'optimisation de l'opération unitaire de friture, 1997.

[30] Nadia Pamela Gladys Pambou-tobi, influence des conditions de friture profonde sur les propriétés physicochimiques de la banane plantain musa aab "harton" : étude du vieillissement des huiles et modélisation des transferts de matière au cours du procédé, université de lorraine, thèse de doctorat, 5 juin 2015, page 40 ; 42 ; 65.

[31] Francis Courtois, Aman Mohammad Ziaifar, Isabelle Trezzani, Gilles Trystram, friture profonde : les interactions huile-produit, vol 19, n°2, mars-avril 2012, page 89.

[32] Christelle Brémaud, alimentation, santé, qualité de l'environnement et du cadre de vie en milieu rural, educagri éditions, 2006, page 96.

[33] Sophie Delacharlerie, de Biourge, Sandrine, C Chèné, Marianne Sindic, Claude Deroanne, HACCP organoleptique: guide pratique, 2008, page 32 ; 33 ; 34.

[34] Ducauze Christian, chimie analytique, analyse chimique et chimiométrie : concepts, démarche et méthode, 2014, page 287.

[35] « <https://www.maisonbrico.com/reduire-ses-dechets/ou-jeter-l-huile-friture-ou-comment-recycler,19887.html> » consulté le 17:12 ; 13/02/2022.

[36] « <https://trucmania.ouest-france.fr/huile-friture-usagee/> » consulté le 10:20 ; 24 /04/2022.

[37] « <https://www.decodambiance.com/ou-jeter-huile-de-friture-usagee/> » consulté le 18:13 ; 14/02/2022.

[38] Pierre Melquiot, mémento de la réglementation environnementale française et européenne, édition recyconsult, 2004, page 17.

[39] Nicolas de Sadeleer, droit des déchets de l'UE: de l'élimination à l'économie circulaire, éditions bruyant, 2016.

[40] Christian Georges Elong Bill, Martial Gervais Oden Bella, valorisation des huiles de fritures usagées et des déchets ménagers végétaux solide en saponification, 24 février 2020, page 106.

[41] M-C Duchemin, l'art de fabriquer du savon, comment fabriquer son propre savon bio ?

[42] Amélie Boué, savons, recettes à faire soi-même, rustica éditions, page 11 ; 12 ; 13.

- [43] Francois Guex, l'éducateur et bulletin corporatif, numéro 50 ; 1914, page 363.
- [44] Maurice Griffé, chimie, (2), 1998, page 181.
- [45] Lisette Caubergs, la fabrication du savon aspects techniques, économiques et sociaux, page 7 ; 21 ; 25.
- [46] G. Calmels, F. Wiltner, savonnier, savons communs, savons de toilette, mousseux, transparents, médicinaux pâles et émulsions, analyse des savons, n° 13, 28 /08/1947, page 15 ; 56 ; 58.
- [47] G. Bourrey, la technique moderne, volume 2, (1), janvier 1910, page 164.
- [48] Peter Donkor, produire du savon : techniques de production à l'échelle artisanale et micro-industrielle, 1986, page 25 ; 41 ; 70.
- [49] Martial Gervais Oden Bella, technique améliorée de fabrication artisanale de savons et détergents, 2014, page 11 ; 24.
- [50] Camille Chabrié, traité de chimie appliquée, volume 1, 1905, page 788.
- [51] El hadji Bamba Diaw, hydraulique générale : cours et exercices - cycle ingénieur, 2020, page 18 ; 19 ; 30.
- [52] Michel Lagièrre, physique industrielle des fluides, notions fondamentales et applications numériques, éditions technip, 1996, page 135.
- [53] Suzanne Degallaix, Bernhard Ilschner, traité des matériaux, caractérisation expérimentale des matériaux, propriété physiques, thermiques et mécaniques, tome 2, (1), 2007, page 105.
- [54] Pierre Achalme, électronique et biologie: étude sur les actions catalytiques, les actions diastatiques et certaines transformations vitales de l'énergie ; photo biogénèse ; électrobiogénèse ; fonction chlorophyllienne, 1913, page 525,
- [55] Jean-Pierre Wybauw, Tony le duc, petits chocolats grande expérience, édition lannoo sa tielet, 2004, page 45.
- [56] J.F.Grafier, propriétés des fluides de gisements, cours de production, tome 2, éditions technip, 1986, page 102 ; 109.
- [57] X.Carbonneau, P. Chassaing, L.Joly, J.B.Cazalbou, mécanique des fluides pc-psi ; cours ; méthodes ; exercices résolus, bréal éditions, 2005, page 37.
- [58] Henri Fauduet, mécanique des fluides et des solides appliquée à la chimie, éditions tec et doc, 2011, page 39.

- [59] Couarraze Guy, Grossiord Jean-Louis, Huang Nicolas, initiation à la rhéologie : bases théoriques et applications expérimentales, tec et doc éditions, (4), 2014, page 106.
- [60] M. Ghomari F, Mme Bendi-Ouis A, science des matériaux de construction travaux pratiques, université aboubekr belkaid, 2008, page 3.
- [61] Zegrar Nesrine, Lazreg Chahrazed, le savon antiseptique, master, 2021, page : 23 ; 24 ; 30.
- [62] Douglas a Skoog, Donald m West, chimie analytique, (3), 2015, page 26.
- [63] Carole Lapointe, Vignola, science et technologie du lait: transformation du lait, 2008, page 63.
- [64] Ig instruments smart solutions et service, conductivité théorie et pratique, France, 2004, page 2 ; 5 ; 10.
- [65] Jean Ayel, Maurice Born, lubrifiants et fluides pour l'automobile, éditions technip, 1998, page 80.
- [66] Lionel Uhl, les 1001 questions de la chimie en prépa-1re année pcsi, (3), 2019, page 545.
- [67] Jacques Mesplède, Christine Saluzzo, 100 manipulations de chimie organique et inorganique, bréal éditions, 2004, page 16 ; 17.
- [68] Bellec Christian, Onfroy Thomas, Vicente Aurélie, problèmes corrigés de chimie posés au concours voie b agro-véto (ensa et env), tome 2, 2017, page 195.
- [69] « <https://fr.wikipedia.org/wiki/relargage> » consulté le : 08/05/2022, 18:22.
- [70] Fiche technique, point de fusion, chimie et développement durable, page 1.
- [71] Jacques Mesplède, Christine Saluzzo, 100 manipulations de chimie organique et inorganique, bréal éditions, 1999, page 28 ; 29.
- [72] « [https://www.assistancescolaire.com/eleve/3e/physique-chimie/reviser-une-notion/3\\_pc\\_03](https://www.assistancescolaire.com/eleve/3e/physique-chimie/reviser-une-notion/3_pc_03) » consulté le : 24/05/2022, 22:27.
- [73] Jean-Philippe Turcot, certificate of compliance, 16/01/2017, page 13.
- [74] Dessiccateurs, professional measuring, 2022, page 05.
- [75] Mode d'emploi de l'analyseur d'humidité sartorius ma160, analyseur d'humidité électronique, 01/2017, page 13.
- [76] Evelyne Collet, progrès en dermato-allergologie: dijon, éditions john libbey eurotex, 2002, page 65 ; 68

[77] Claude, Treiner, les secrets de mousses, revue de palais de la découverte, n°332, novembre 2005, page 25.

## Résumé :

Les huiles végétales occupent une place essentielle dans la vie humaine, alors qu'il est consommé de manière excessive et irrationnelle à notre époque actuelle notamment en cuisine pour la friture des aliments, on a donc bien pensé à le recycler et non à le jeter afin de préserver l'environnement en le réutilisant dans la fabrication de savon de différents types parce qu'il se compose principalement de la graisse.

Donc, dans notre travail, nous avons fabriqué quinze savons de deux types différents solide et mou, de deux manières différentes à chaud et à froid.

Ensuite, nous avons étudié les propriétés physico-chimiques des savons obtenus et à travers les résultats, nous avons constaté que la fabrication du savon dans les deux sens donnait de bons résultats et qu'il n'y avait pas de différence significative entre eux, mais la méthode à chaud donnait de meilleurs résultats et un savon satisfaisant et souhaitable, en particulier le savon préparé avec l'huile de friture de 3<sup>ème</sup> usage car sa mousse était dense et avec une épaisseur élevée et a une longue durée et il nous a également montré la stabilité de sa tension superficielle qui signifie à la saturation, par conséquent il est recommandé de faire du savon avec de l'huile de friture de 3<sup>ème</sup> usage avec NaOH par la méthode à chaud parce qu'elle est efficace. Quant au procédé de saponification à froid quel que soit avec le NaOH ou le KOH, il donne un bon savon mais pas avec le même avantage que le savon à chaud car il lui donne une mousse moyenne et ne dure pas longtemps, il suffit de rajouter des agents (des additifs) qui améliorent sa mousse.

Donc, à travers nos études, nous avons pu savoir que nous pouvons réutiliser les huiles de friture même du troisième degré dans le processus de saponification grâce à les résultats obtenus.

**Mots clés :** huile de friture usagée, savon solide, savon mou, tension superficielle.

## ملخص :

تحتل الزيوت النباتية مكانا أساسيا في حياة الإنسان بحيث أنها تستهلك بشكل كبير و غير عقلاني في زمننا الحالي خصوصا في المطبخ من أجل قلي الأطعمة لذلك فكرنا جيدا في إعادة تدويرها وعدم رميها من أجل الحفاظ على البيئة وذلك بإعادة استعمالها في صناعة الصابون بأنواع مختلفة لأنه يتكون في الأساس من مادة دهنية.

إذن في عملنا هذا قمنا بصناعة خمسة عشر صابون بنوعين مختلفين صلب و لين بطريقتين مختلفتين ساخن و بارد.

بعدها قمنا بدراسة الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للصابون المتحصل عليه ومن خلال النتائج وجدنا أن صناعة الصابون بكلتا الطريقتين أعطت نتائج جيدة و متقاربة و لا يوجد فرق كبير بينهما لكن طريقة التسخين أعطت نتائج أفضل و صابون مرضي و مرغوب فيه خاصة الصابون المحضر بزيت القلي المستعمل للمرة الثالثة لأن رغوته كانت كثيفة و ذات سمك عالي و دامت لفترة طويلة و كذلك أوضحت لنا ثبات و استقرار توتره السطحي قبل البقية بعد تشبعه لذلك فمن المستحسن صناعة الصابون بزيت القلي المستعمل للمرة الثالثة بهيدروكسيد الصوديوم بالطريقة الساخنة لأنها فعالة أما بالنسبة لعملية التصبن الباردة بهيدروكسيد الصوديوم أو بهيدروكسيد البوتاسيوم فإنها تعطي صابون جيد لكن ليس بنفس ميزة الصابون بالطريقة الساخنة لأنها تمنحه رغوطة متوسطة و لا تدوم طويلا لذلك قم بمساعدته و أضف إليه مواد تحسن رغوته.

إذن من خلال دراستنا تمكنا من معرفة أنه يمكننا إعادة استعمال زيوت القلي حتى ذات الدرجة الثالثة في عملية التصبن من خلال النتائج المحصل عليها

**كلمات مفتاحية :** زيت القلي المستخدم، صابون صلب، صابون لين، التوتر السطحي.