



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN
ABDELLAH FACULTE DES SCIENCES
ET TECHNIQUES
Département de biologie



Licence Sciences & Techniques «BioProcédés, Hygiène & sécurité alimentaires»

PROJET DE FIN D'ETUDES

VALORISATION DES HUILES DE FRITURE EN SAVON

Présenté par

♦ Amal el Allam

Encadré par :

- ♦ Pr. EL FARRICHA OMAR (FST – Fès)
- ♦ Pr.KHERBECHE ABDELHAK
- Pr .BOUSLAMTI RABIA (EST-Fès)

Soutenu Le 12 Juin 2019 devant le jury composé de:

- ✓ Pr .EL FARRICHA OMAR (FSTF)
- ✓ Pr.KHERBECHE ABDELHAK (ESTF)
- ✓ Pr.BOUSLAMTI RABIA (ESTF)
- ✓ Pr.TAHRI JOUTI MOHAMMED ALI (FSTF)

Stage effectué à l'école supérieure de technologie (EST)

DEDICACES

Je tiens à dédier ce modeste travail à tous ceux qui m'ont soutenu durant
la période de stage

A ma famille pour leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien
et leurs prières tout au long de mes études.

A mes professeurs qui m'ont fourni les outils nécessaires à la réussite de
mes études universitaires.

A mes amies, Chaymae, Assia, Fatima, Sohayla, Omayma, Zineb et
Fatimazahra pour leurs encouragements, assistance et soutien
inestimable.

A tous les personnes, amis, amies, et collègues.



REMERCIEMENTS

Après avoir rendu grâce à Dieu le tout puissant et le miscéricordieux je tiens à remercier vivement tout ceux qui, de près ou de loin ont participé à la rédaction de ce document. il s'agit plus particulièrement de :

Monsieur Abdelhak kherbeche directeur du laboratoire catalyse, matériaux et environnement à l'école supérieur de technologie de Fès, Professeur Rabia Bouslamti et le Professeur Omar el Farricha pour leur disponibilité, leur rigueur et leur sens d'écoute et d'échange ,pour leur temps qu'ils ont consacré et pour les précieuses informations qu'elle m'ont prodiguées avec intérêt et compréhension, sans oublier les doctorants(e) de l'école supérieur de technique Fès pour leur sens d'écoute et d'échange et spécialement Morad Zouheir pour son soutien et pour son aide durant la période de stage .

J'adresse aussi mon vif remerciement aux membres de jury professeurs ;Tahri Jouti Mohammed Ali, El farricha Omar, kherbeche Abdelhak et professeur Bouslamti Rabia pour avoir bien voulu examiner et juger mon travail.



LISTE DES FIGURES

FIGURE1 :CLASSIFICATION DES LIPIDES	5
FIGURE 2 : EQUATION DE LA REACTION D'HYDROLYSE	10
FIGURE 3 : EQUATION DE LA REACTION DE SAPONIFICATION.....	11
FIGURE 4: SCHEMA DE PRECIPITATION OU DE RELARGAGE.	11
FIGURE5 : PRODUCTION DU SAVON DE MARSEILLE.....	14
FIGURE 6: AXE DE PH.....	15
FIGURE 7 : PHOTO D'UN REFRACTOMETRE.....	16
FIGURE 8 : CHANGEMENT DE LA COLORATION DES HUILES PENDANT LA FRITURE...18.	
FIGURE 9 : FORMULE CHIMIQUE DE L'ACIDE SULFONIQUE	19
FIGURE10: VARIATION DE RENDEMENT EN SAVON EN FONCTION DE NOMBRE D'UTILISATION DU BAIN DE FRITURE.....	24
FIGURE11: SAVONS LIQUIDES OBTENUS.....	25
FIGURE 12 : SAVON SOLIDE A BASE DES HUILES DE FRITURE.....	25
FIGURE 13 : GEL A BASE DES HUILES DE FRITURE.....	26
FIGURE 14 : TUBES A ESSAI DES DIFFERENTES ANALYSES.....	27
FIGURE 15 : SPECTRE INFRAROUGE DES DEUX ECHANTILLONS D'HUILE.....	27
FIGURE 16 : SPECTRE INFRAROUGE DES DEUX ECHANTILLONS DE SAVON.....	28

LISTE DES TABLEAUX

TABEAU 1: ACIDES GRAS MAJORITAIRES DANS LA COMPOSITION DES HUILES.....	4
TABEAU 2: POINT DE FUMÉE DE QUELQUES HUILES VÉGÉTALES	6
TABEAU 3: CARACTÉRISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES NON USAGÉES	7
TABEAU 4: PRINCIPALES VOIES DE FORMATION DES ESPÈCES CHIMIQUES NOUVELLES.....	7
TABEAU 5 : CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES TROIS ECHANTILLONS D'HUILE.....	22
TABEAU 6: QUELQUES DONNÉES POUR LE CALCUL DU RENDEMENT	23
TABEAU 7: AVANCEMENT DE LA RÉACTION DE SAPONIFICATION	23
TABEAU 8: NUMÉROS D'ONDES DE QUELQUES FONCTIONS CHIMIQUES.....	29

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	2
1.1. APERÇU SUR LES HUILES DE FRITURE NON USAGEES.....	2
1.1.1. <i>Le raffinage des huiles végétales.....</i>	2
1.1.2. <i>Composition chimique des huiles non usagées (tableau 1).....</i>	3
1.1.3. <i>Classification des lipides : (figure 1).....</i>	4
1.1.4. <i>Caracteristiques physico-chimiques des huiles non usagées :</i>	6
1.2. APERÇU SUR LES HUILES DE FRITURE USAGEES.....	7
1.2.1. <i>Utilisation des huiles alimentaires comme huiles de friture.....</i>	7
1.2.2. <i>La composition chimique des huiles de friture usagées</i>	7
1.2.3. <i>Conditions pour l'élaboration d'aliments frits :</i>	9
1.2.4. <i>Aspect réglementaire :</i>	9
1.3. SAPONIFICATION ET PRODUCTION DU SAVON	10
1.3.1. <i>Les conditions de saponification :</i>	10
1.3.2. <i>La réaction de saponification :</i>	10
1.3.3. <i>La composition des savons :</i>	12
1.3.4. <i>La production industrielle du savon.....</i>	13
1.3.5. <i>L'influence du pH du savon sur le pH de la peau</i>	14
2. ETUDE EXPERIMENTALE.....	15
2.1. MATERIELS ET METHODES.....	15
2.1.1. <i>Caractéristiques physico-chimiques des huiles usagées.....</i>	15
2.1.2. <i>Production du savon</i>	17
2.1.3. <i>Etude des caractéristiques et propriétés du savon obtenu.....</i>	21
2.1.4. <i>Caractérisation du savon obtenu par la spectroscopie infrarouge</i>	21
2.2. RESULTATS ET INTERPRETATIONS.....	22
2.2.2. <i>Effet de nombres d'utilisations de bain de friture sur le rendement en savon</i>	23
2.2.3. <i>Valorisation des huiles de friture par l'ajout de l'acide sulfonique :</i>	25
2.2.4. <i>Etude des caractéristiques et propriétés du savon obtenu :.....</i>	26
2.2.5. <i>Caractérisation du savon obtenu par la spectroscopie infrarouge</i>	27
CONCLUSION	30
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	31
REFERENCES WEBOGRAPHIQUES.....	31

INTRODUCTION

Huiles de tournesol, d'olive, de colza, d'arachide, de maïs ou de noix, nous en consommons dans de nombreuses préparations comme assaisonnement mais aussi comme corps gras de cuisson et de friture. Pour cette dernière utilisation, nous ne consommons pas l'huile et elle devient un déchet [1]. Le marché marocain consomme environ 500000 tonnes d'huiles alimentaires par an avec un potentiel de valorisation estimé à 20%, un gisement de 100000 tonnes/an (70000 Tonnes générées par les foyers et 30000 Tonnes par les professionnels de la restauration et les industriels) évalué à 1 Milliard de Dirham et qui échappe toujours au circuit formel [2].

A première vue, ce déchet est naturel et ne pose aucun problème. Seulement, ce déchet doit être recyclé car il peut avoir de nombreuses conséquences sur l'environnement.

En effet lorsque l'huile de cuisine usagée est déversée dans l'eau, elle forme une pellicule grasse qui empêche l'oxygène de l'air de pénétrer dans l'eau. Ceci pose plusieurs problèmes. Tout d'abord, l'huile déversée dans l'évier ou les sanitaires bouche les canalisations. Quand elle ne bouche pas les canalisations mais poursuit son chemin vers les cours d'eau, l'huile alimentaire usagée menace la biodiversité des rivières à cause du manque d'oxygène que crée l'huile en surface. Ce phénomène est d'autant plus grave qu'un litre d'huile suffit à former une pellicule de 1000m² en surface. Ensuite, les stations d'épuration subissent elles aussi les conséquences du rejet des huiles alimentaires dans les canalisations. Elles ne peuvent en effet plus remplir leur rôle correctement puisque les bactéries chargées de purifier les eaux usées sont également asphyxiées par manque d'oxygène [1]. Le but de ce travail, est de valoriser ces huiles de friture en les transformant en savon.

1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1. APERÇU SUR LES HUILES DE FRITURE NON USAGEES.

1.1.1. Le raffinage des huiles végétales

L'extraction des huiles d'une graine suit les étapes suivantes jusqu'à la dernière étape qui est le raffinage :

Nettoyage des graines

Les graines sont nettoyées et tamisées des impuretés (feuilles, tiges ...) à l'aide d'aspiration d'air.

Prétraitement des graines

-Avant d'être envoyées à l'étape d'extraction proprement dit, les graines sont souvent prétraitées afin de faciliter l'extraction de l'huile (facultative).

-Les graines sont décortiquées (arachide, tournesol) ou dépelliculées (soja, colza, arachide).

-Lorsque les graines seront extraites par solvant, elles sont concassées par le passage entre deux cylindres crénelés afin de déchirer les cellules qui contiennent l'huile à extraire.

-Tant dans le cas de l'extraction par pression que par solvant, les graines peuvent être chauffées afin de rendre l'huile plus fluide et augmenter le rendement d'extraction.

Il existe deux méthodes d'extraction :

- **l'extraction par pression** : se fait par l'intervention des presses mécaniques. Avec ce procédé, on obtient une huile très pure ne contient aucune substance étrangère. Par contre, ce procédé ne retire pas la totalité de l'huile des graines. Il reste, selon le type de graines extraites, 9 à 20% d'huile dans le tourteau d'extraction. Cette partie de l'huile ne pourra donc pas être améliorée comme huile de consommation.

- **l'extraction par solvant** : Ce type d'extraction se fait à l'aide des solvants organiques apolaires. Le solvant le plus utilisé est l'hexane (une essence issue du pétrole). L'hexane est soi-disant éliminé de l'huile mais en réalité, il reste en une quantité non négligeable dans l'huile que nous consommons. Cette méthode est la plus utilisée pour l'extraction des huiles végétales car elle permet de retirer plus d'huile que la méthode "pression".

Le raffinage de l'huile

Le raffinage de l'huile est une succession de procédés destinés à:

- Élimination de toutes substances étrangères de l'huile (lécithines, acides gras libres)
- Désodorisation de l'huile

- Décoloration de l'huile

Les étapes de raffinage sont facultatives et dépendent de la qualité commerciale à obtenir. Le raffinage peut être réalisé selon deux méthodes distinctes:

- la méthode physique (en 5 étapes)

1. Elimination des phospholipides (lécithines...) par acidification (acide citrique, phosphorique ou sulfurique).
2. La centrifugation: afin d'éliminer les mucilages.
3. Le blanchiment: par filtration sur terre de Foulon ou de charbon actif.
4. La filtration: pour éliminer la terre à Foulon ou le charbon actif de l'étape précédente.
5. Le raffinage physique: par distillation sous vide à 250°C afin d'éliminer les aldéhydes odorants et les acides gras libres. L'utilisation de vapeur d'eau par injection directe est souvent utilisée.

- La méthode "soap stock" (en 3 étapes)
- Neutralisation à l'aide de soude caustique avec formation de savons
- Le blanchiment à l'aide de terre à Foulon.
- La désodorisation à l'aide de vapeur d'eau directe [3].

1.1.2. Composition chimique des huiles non usagées (tableau 1)

Les huiles végétales sont des sources privilégiées de macronutriments essentiels, l'acide linoléique oméga 6 et l'acide alpha-linoléique oméga 3, et de micronutriments (vitamine E, phytostérols). Leur devenir au cours des opérations culinaires de cuisson, cuisson en poêle, en four et surtout friture, dépend des conditions de mise en œuvre en particulier la température, la durée de chauffage, le type d'aliment.

Les huiles alimentaires sont formées de 100 % de lipides (environ 99 % de triglycérides, le reste étant composé principalement de lecithines suivant l'huile et de vitamine E), ne contiennent pas d'eau et sont très caloriques. Les huiles sont un mélange de triglycérides différents dont la composition moyenne est connue. Leur teneur élevée en acides gras monoinsaturés ou polyinsaturés est bénéfique pour la santé. La composition en acides gras de chaque huile est différente [4].

Tableau 1: Acides gras majoritaires dans la composition des huiles

Acides gras majoritaires dans la composition des huiles			
saturés	mono-insaturés	poly-insaturés	
	<u>oméga-9</u>	<u>oméga-3</u>	<u>oméga-6</u>
<u>Coco / Coprah</u> <u>Palme</u>	<u>Amande</u>	Cameline <u>Lin</u> Sacha Inchi	<u>Bourrache</u>
	<u>Arachide</u>		<u>Carthame</u>
	<u>Argan</u>		<u>Chanvre</u>
	<u>Avocat</u>		<u>Coton</u>
	<u>Colza</u>		<u>Germe de blé</u>
	<u>Lorenzo</u>		<u>Maïs</u>
	<u>Noisette</u>		<u>Noix</u>
	<u>Noix de cajou</u>		<u>Œillette</u>
	<u>Noix de macadamia</u>		<u>Onagre</u>
	<u>Olive</u>		<u>Orge</u>
	<u>Pistache</u>		<u>Pois</u>
	Palme (oméga7)		<u>Sésame</u>
	<u>Riz</u>		<u>Soja</u>
Tournesol oléique	<u>Tournesol</u>		

La vitamine E est liposoluble ; soluble dans l'huile. Les huiles alimentaires contiennent de la vitamine E ou tocophérol. Joue un rôle d'antioxydant, elle protège les corps gras contre l'oxydation. Une partie de la vitamine E des huiles raffinées a été éliminée lors du processus de raffinage, on peut en ajouter juste avant la mise en bouteilles [5].

1.1.3. Classification des lipides : (figure 1)

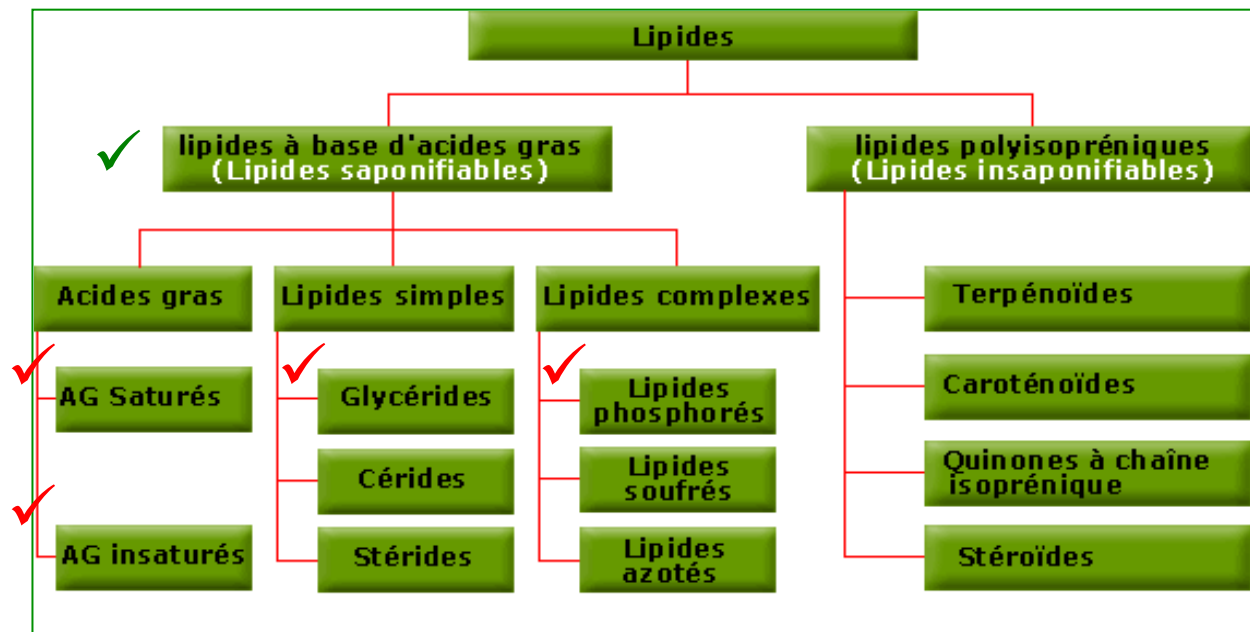


Figure 1 :Classification des lipides

Les lipides se divisent en deux catégories : les saponifiables et les non saponifiables.

Définitions :

Les acides gras saturés : Les lipides saturés se présentent sous forme solide à la température ambiante. Ils sont généralement moins susceptibles de rancir que les gras insaturés et supportent donc mieux la chaleur de la cuisson.

Les acides gras insaturés : Ces lipides se divisent en deux catégories : Les acides gras polyinsaturés (oméga 3 et oméga 6) ils sont liquides à la température ambiante, les acides gras monoinsaturés (oméga 9) ils sont également liquide à température ambiante mais ils résistent à la chaleur : donc on peut les utiliser dans la cuisson.

Les cérides : sont des esters d'alcools et d'acides gras à longues chaînes.

Les stérides : ou esters de stérol sont un groupe hétérogène de composés chimiques, créés par l'estérification entre le groupe hydroxyle d'un stérol et un acide gras.

Les terpénoïdes : Les terpénoïdes, appelés parfois isoprénoïdes, forment une classe large et diverse de composés organiques rencontrés dans la nature, similaires aux terpènes, dérivant d'unités isopréniques à cinq atomes de carbone assemblées, modifiées de milliers de façons.

Les caroténoïdes : sont des pigments orange et jaunes répandus chez de très nombreux organismes vivants. Liposolubles, ils sont facilement assimilables par les organismes.

Les stéroïdes : anabolisants, également connus sous le nom de stéroïdes androgéniques anabolisants, sont une classe d'hormones stéroïdiennes liée à une hormone naturelle humaine : la testostérone [6].

1.1.4. Caractéristiques physico-chimiques des huiles non usagées :

Le point de fumée : (tableau 2)

C'est la température à partir de laquelle les huiles ou les graisses émettent des fumées de façon continue. A cette température ces produits commencent à se décomposer et se dénaturer : la substance donne ainsi un mauvais goût. C'est pourquoi le point de fumée d'une huile ou d'une graisse est un élément important pour la friture. En effet, la valeur du point de fumée exige la température et par conséquent l'utilisation possible d'une matière grasse (par exemple, la friture à très haute température nécessitera une matière grasse avec un très haut point de fumée) [7].

Tableau 2: Point de fumée de quelques huiles végétales

Matière grasse	Qualité	Point de fumée (°C)
Huile de soja	Non raffinée	160
Huile de soja	Semi-raffinée	177
Huile de soja	Raffinée	232
Huile de tournesol	Non raffinée	107

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile végétale (indice de réfraction, densité, viscosité, indice d'acide, indice de saponification, indice d'iode et la teneur en eau) sont donnés dans le tableau suivant [8] :

Tableau 3: Caractéristiques physico-chimiques des huiles non usagées

Caractéristiques physicochimiques	Huile végétale
Indice de réfraction	1.4746
Densité (g/cm ³)	0.919
Viscosité cinématique (mm ² /s)	57.290
Indice d'acide (mgNaOH/g)	0.775
Indice de saponification (mgNaOH/kg)	133.00
Indice d'iode (gI ₂ /100g)	129.70

1.2. APERÇU SUR LES HUILES DE FRITURE USAGEES

1.2.1. Utilisation des huiles alimentaires comme huiles de friture

La plupart des huiles végétales renferment, comme on a vu précédemment, des concentrations importantes en acides gras monoinsaturés et polyinsaturés et sont habituellement liquides à température ambiante. Lorsque les huiles sont chauffées, celles-ci subissent des dégradations plus ou moins importantes. Les huiles riches en acides gras monoinsaturés, tel l'huile d'olive et l'huile d'arachide, sont plus stables et peuvent être utilisées plusieurs fois après avoir été chauffées, par contre des huiles riches en acides gras polyinsaturés telles que l'huile de maïs et l'huile de soja. Pour les fritures, il est important de ne pas surchauffer l'huile (ne pas dépasser 180°C) et de la remplacer fréquemment (après les 10 utilisations environ).

1.2.2. La composition chimique des huiles de friture usagées

Réaction de transformation des huiles vierges lors de la friture :

Ce tableau montre les principales voies de formations des espèces chimiques nouvelles :

Tableau 4: Principales voies de formation des espèces chimiques nouvelles

Type d'altération	Origine	Composés formés
Oxydation	Oxygène de l'air	- Monomères oxydés- Dimères- Composés volatiles
Thermique	Température du bain	Monomères cycliques- Dimères non polaires

Sous l'effet de l'eau contenue dans les aliments, dans l'air, l'huile chaude subit des transformations chimiques conduisant à la formation de composés polaires, la diminution de certains composés d'intérêt nutritionnel, l'apparition de composés volatils responsables d'odeurs désagréables et l'apparition de composés non volatils qui s'avèrent toxiques à fortes doses. Les huiles alimentaires usagées contiennent encore, malgré tout, une partie non dégradée importante. Comme il a été vu précédemment, les huiles alimentaires sont principalement constituées de triglycérides (triesters d'acide gras de tailles variables d'insaturations différentes). Mais lors de la friture des huiles, des composés chimiques nouveaux se forment. La friture est le siège de réactions chimiques infinies supplantant l'oxygène de l'air, les chaînes grasses des triglycérides et les aliments présents dans les huiles. Une température élevée et une présence d'air favorisent des réactions de polymérisations créant des composés complexes. D'autres paramètres, comme le mode de friture (continu ou discontinu), le temps de friture, la réutilisation de l'huile ou encore le type d'aliments frits.

Tous ces composés sont hautement polaires et peuvent être mesurés par chromatographie. Ainsi on peut facilement évaluer la dégradation des huiles par sa quantité de composés polaires.

Réactions d'oxydation :

Au contact de l'oxygène de l'air, elles provoquent l'apparition d'arômes et de changement de couleurs, souvent indésirables, dans les huiles de friture ou dans les 27 produits frits. Ces composés d'oxydation indésirables dérivent des hydro peroxydes, composés primaires de l'oxydation. Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont auto-catalysées, car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des

triglycérides du bain. Les cations métalliques comme le fer ou le cuivre peuvent aussi initier et accélérer les réactions d'oxydation.

Réactions de polymérisation.

Elles sont responsables de réarrangements inter et intra-moléculaires qui sensibilisent l'huile de friture à l'oxydation et induisent l'augmentation de la viscosité des huiles. Des composés semblables à des résines peuvent alors mousser à la surface du bain de friture et sur les parois, c'est pour cette raison qu'une huile spéciale friture est commercialisée et contient des anti-mousses.

Réactions d'hydrolyse.

Elles sont les plus nombreuses dans les conditions normales de friture. Elles conduisent, au contact de la vapeur d'eau, à la formation d'acides gras libres, de mono glycérides, de diglycérides, voire de glycérol. Ces composés sont alors très sensibles aux réactions précédemment citées (réactions d'oxydation et de polymérisation) et les produits qui en résultent sont responsables des principaux défauts d'odeur ou de goût. La présence de résidus de produits

de nettoyage caustique favorise les réactions d'hydrolyse. Au fur et à mesure de leur dégradation, les corps gras du bain sont de plus en plus volatils et le bain d'huile commence à fumer. Le point de fumée est la température à partir de laquelle le bain fume régulièrement et signale une dégradation continue et importante des matières grasses du bain.

1.2.3. Conditions pour l'élaboration d'aliments frits :

Une température de friture inférieure à 180 °C, point de fumée de l'huile supérieur à 170 °C, teneur en acides gras libres inférieure à 2,5 %, teneur en triglycérides polymérisés inférieures à 10 %, viscosité à 50 °C inférieure à 37 mPa.s. Le « Food Safety and Inspection Service's » (FSIS) « Meat and Poultry inspection Manual » (1985) de l' « United States Department of Agriculture » (USDA) se contente de donner quelques recommandations générales pour l'utilisation des huiles de friture : l'huile ou les matières grasses ne peuvent être utilisées pour la friture si elles moussent de manière excessive, si elles sont de couleur foncée, si elles présentent des défauts d'odeur ou de saveur, si leur teneur en acides gras libres est supérieure à 2 % et si une quantité intéressante de sédiments est présente.

Principaux corps gras de friture

Les corps gras naturels utilisés dans l'alimentation peuvent être d'origine végétale ou animale. À l'exception de certaines pratiques régionales, les corps gras utilisés en friture sont des huiles ou des graisses végétales généralement raffinées, et ayant éventuellement subi une opération technologique post-raffinage du type hydrogénation ou fractionnement physique. Les graisses végétales, coprah, palme, palmiste par exemple, se caractérisent par la présence majoritaire d'acides gras saturés: leur conférant un point de fusion supérieur à la température ambiante donc un aspect solide. Le palme raffiné en l'état ou sous forme d'oléine de palme plus liquide, est de loin le plus utilisé en friture industrielle et collective. Avec plus de 45 % d'acide palmitique et une teneur élevée en tocophérols et tocotriénols anti-oxydants, le palme présente en effet une bonne stabilité au chauffage et à l'oxydation, et conduit à des produits frits de bonne qualité gustative. Peu cher et produit en larges volumes.

1.2.4. Aspect réglementaire :

Peu de pays ont définis aujourd'hui une réglementation gérant l'utilisation des huiles pour l'industrie de la friture. Suite à deux congrès internationaux sur l'utilisation des matières grasses pour la friture (1973 et 1979), la Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft a proposé de compléter l'évaluation sensorielle de la qualité des matières grasses utilisées pour la friture par une mesure de taux de 29 composés polaires. Dans le monde, seules la France et la Belgique ont établi une réglementation formelle du bon usage des matières grasses pour la friture. En France. Le décret n° 73-139 du 12 février 1973 spécifie en outre que les huiles et matières grasses utilisées en friture doivent contenir moins de 2 % d'acide linoléique (C18 :3), dont l'oxydation est 10 fois plus rapide que celle de l'acide linoléique (C18 :2). Les antioxydants de synthèse, les butyls hydroxyanisols et les butyls hydroxytoluènes sont autorisés, mais les additifs à base de silicone (méthylsilicone) sont interdits [9].

1.3. SAPONIFICATION ET PRODUCTION DU SAVON

1.3.1. Les conditions de saponification :

Il y'a deux types de saponification qu'on peut utiliser :

Saponification à chaud :

- La réaction est réalisée à une température comprise entre 80°C et 100°C.
- consiste à apporter le mélange soude+matière grasse à ébullition par chauffage à reflux.
- Le séchage du savon nécessite que des heures .

Saponification à froid :

- La réaction est réalisée à une température comprise entre 20°C et 40°C.
- Il faut chauffer l'huile pour inciter la réaction de saponification.
- Le savon produit nécessite plusieurs semaines de séchage .

1.3.2. La réaction de saponification :

La réaction de saponification n'est autre qu'une hydrolyse basique en milieu alcalin. C'est à dire que dans une solution basique, un corps gras (ou huile végétale) est hydrolysé par un alcali. L'alcali étant une base : soude caustique NaOH ou la potasse caustique KOH. L'utilisation de cette base provoque la rupture d'une liaison entre les acides gras et l'ester de glycérol. La réaction forme alors les produits suivants : un alcool (le glycérol) et les ions carboxylates à longues chaînes carbonées qui constituent le savon.

La saponification est une réaction chimique lente et exothermique. Pour l'accélérer, il est possible de jouer sur différents facteurs tels que la température, qui, si elle est élevée, accélère la réaction ou encore utiliser un agitateur pour favoriser la rencontre des réactifs du mélange de soude et d'ester pour maintenir une émulsion [10].

1ere exemple

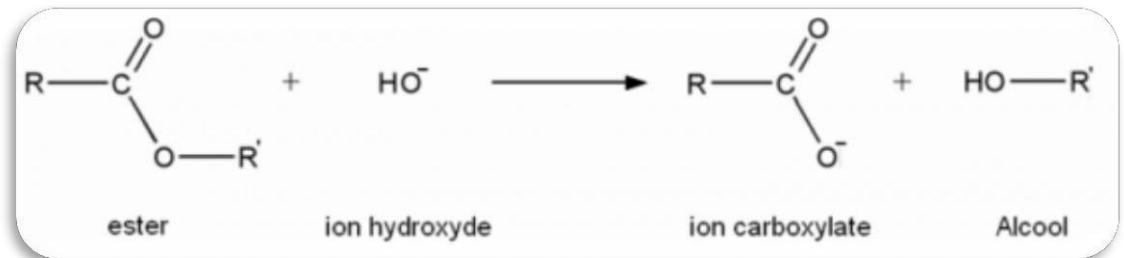
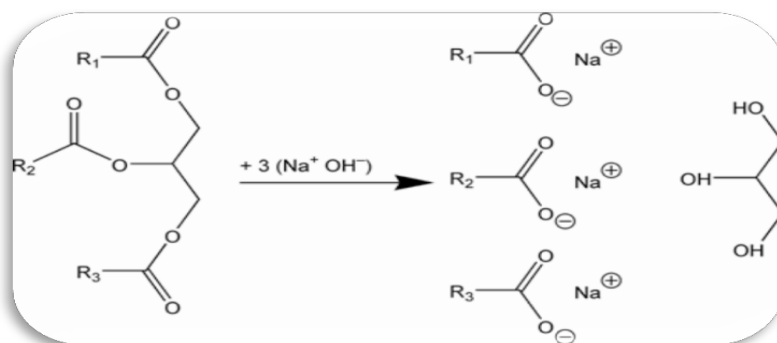


Figure 2 : Equation de la réaction d'hydrolyse.

2^{ème} exemple :

Figure 3 : Equation de la réaction de saponification.



L'équation de réaction de saponification peut s'écrire plus simplement tel que :



La récupération du savon se fait par relargage (figure 4):

Pour obtenir le savon solide, il faut le placer dans une solution saturée en sel (Le chlorure de sodium NaCl). En effet Les ions carboxylates réagissent avec le sodium de cette solution saturée en sel. Cette réaction a le nom de relargage puisqu'on l'obtient en relaguant une substance plus soluble que le solvant initial, cette nouvelle substance très soluble va alors remplacer le solvant initial. On obtient ainsi la formation d'un précipité [11].

Voici la précipitation qui a lieu :

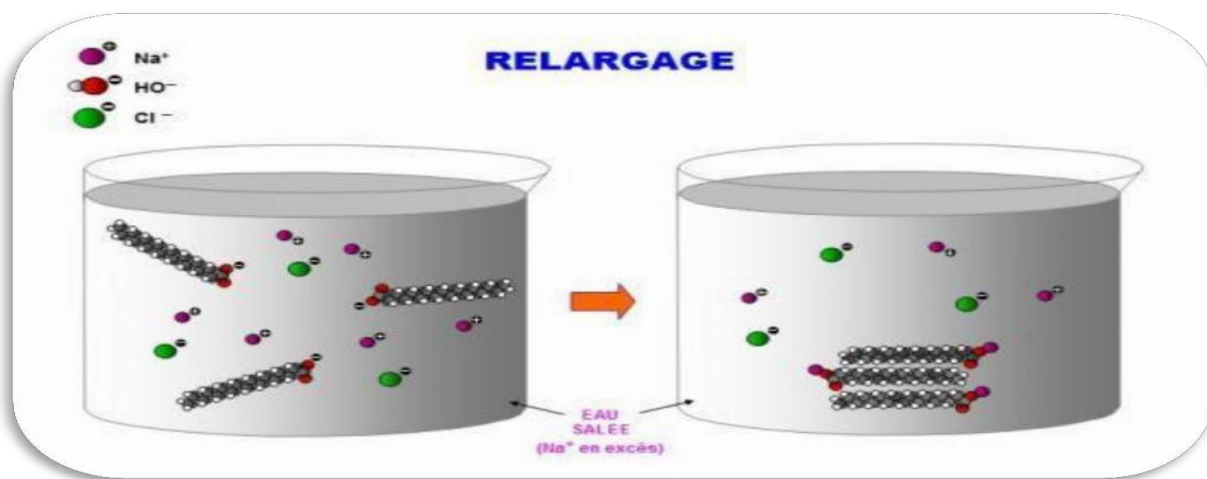


Figure 4: Schéma de précipitation ou de relargage.

1.3.3. La composition des savons :

Le savon est réalisé à partir de matières grasses (huiles, beurres...), de lessive (soude ou potasse) et d'eau mais le produit fini, après la saponification, ne contient plus ni d'huile ni de soude mais principalement du carboxylate de sodium, de l'eau et de la glycérine. Le savon de base est donc entièrement biodégradable.

La matière grasse

En général la matière grasse représente plus ou moins deux tiers du volume total du savon. En théorie, il est possible d'utiliser n'importe quelle huile ou graisse mais dans la pratique leur nombre est relativement limité pour des raisons économiques, techniques et chimiques.

On distingue trois grandes catégories de corps gras en savonnerie :

- Les huiles de noix qui contiennent une forte proportion d'acide l'aurique, comme l'huile de coco et de palme. Elles se saponifient facilement et produisent rapidement de la mousse. Elles sont tout à fait appropriées pour le procédé de fabrication à froid. Mais ces huiles rendent la peau rude et c'est pour cela qu'elles sont souvent mélangées à d'autres huiles.
- Les graisses dures contiennent une quantité importante d'acide palmitique et stéarique, comme l'huile de palme et les graisses animales. Elles sont intéressantes en savonnerie pour leur rigidité et pour leur mousse stable mais assez lente à se former.
- Les huiles douces renferment une quantité importante d'acide oléique et linoléique, comme l'huile d'olive, de coton, de soja et de figue de barbarie. Elles permettent d'obtenir très rapidement une bonne mousse et une bonne solubilité du savon dans l'eau.

La lessive

En savonnerie on distingue deux types de lessives :

L'hydroxyde de sodium : NaOH

C'est la lessive la plus employée. Elle permet de réaliser des savons « durs ». C'est un produit chimique plus répandu que l'on trouve relativement facilement dans le commerce. On la trouve sous la forme de blocs solides, de poudre, de paillettes et de liquide.

L'hydroxyde de potassium: KOH

C'est une lessive que l'on emploie pour réaliser des savons « mou » facilement soluble dans l'eau. Elle est surtout utilisée dans la fabrication de savons liquides et de shampooings. C'est un produit très répandu dans la nature. Les arbres et les plantes ont la propriété d'assimiler le potassium en assez grande quantité et c'est pour cela que nos ancêtres réalisaient de la lessive avec de la cendre de plante et de l'eau bouillante.

L'eau

C'est le milieu dans lequel se fait la réaction entre le corps gras et la lessive. La saponification nécessite l'emploi d'eau douce (eau de pluie). L'eau dure contient des ions de calcium et de

magnésium qui neutralisent les agents détergents du savon et qui auraient donc pour effet de le rendre beaucoup moins efficace.

La quantité d'eau doit représenter environ 37% de la quantité totale d'huile. C'est elle qui détermine le temps de séchage nécessaire. Il est évidemment plus long si vous utilisez une plus grande quantité d'eau et très court si vous en utilisez moins mais cela risque aussi de fragiliser le savon et d'obtenir une mauvaise saponification.

Il faut verser la soude avec précautions dans l'eau froide (jamais chaude car la réaction entre ces deux composants est exothermique). Ne jamais verser le liquide sur la lessive mais la lessive sur le liquide car cela peut provoquer des projections de liquide extrêmement caustiques qui, au contact avec la peau, peuvent provoquer de graves brûlures [12].

1.3.4. La production industrielle du savon

Exemple : Fabrication du savon de Marseille (figure 5) :

Le savon de Marseille (Savon de ménage) doit tenir au maximum 62% de sels d'acides gras et 28% d'eau ; la méthode traditionnelle est une cuisson de la pâte réalisée dans un chaudron (grande marmite chauffée par de la vapeur d'eau transportée par des tuyaux en Cu) .

⇒ La saponification est un processus continu.

Premier stade : Décoloration et épuration des matières premières :

-un blanchiment physique des corps gras (huile d'olive) avec une terre (Argile : 75% Al_2O_3) décolorante. Elle a la propriété de fixer les impuretés.

Deuxième stade : Saponification En chaudrons :

Empattage : On porte à ébullition le mélange [$NaOH$ (KOH) + huile (graisses)] en chauffant avec les tuyaux en Cu dans lesquels circule la vapeur.

Epinage-Cuisson-Relargage : On débarrasse la pâte de l'excès d'eau, des impuretés de matières grasses et de la glycérine en arrêtant l'ébullition.

Cuisson : Le savon contenant encore des matières grasses qui n'ont pas réagi, on chauffe à nouveau en rajoutant KOH ($NaOH$) plusieurs fois et en laissant décanter (précipitation par effet de gravité) à chaque fois pour séparer le savon des " lessives ".

Liquidation : il faut faire bouillir une dernière fois le Savon produit en arrosant à l'eau pure pour précipiter au fond du chaudron les dernières matières étrangères et colorants qui vont former le corps gras.

Troisième et quatrième stades : Cristallisation ; Coulage... Moulage (mise en forme) et impression de la marque, ... découpage, séchage

Ces dernières étapes varient d'entre les différents procédés et ce, selon la viscosité de la pâte obtenue (de son % eau). Le passage du savon de l'état liquide à l'état solide se fait en

conséquence de la perte d'une partie de son eau ; il y a solidification contrôlée de la pâte par refroidissement.

Ensuite, la pâte dure passe dans des boudineuses (ou autres dispositifs de mise en forme) où elle est compressée pour faire une pâte homogène. Elle est finalement mise en forme en passant à travers une matrice [13].

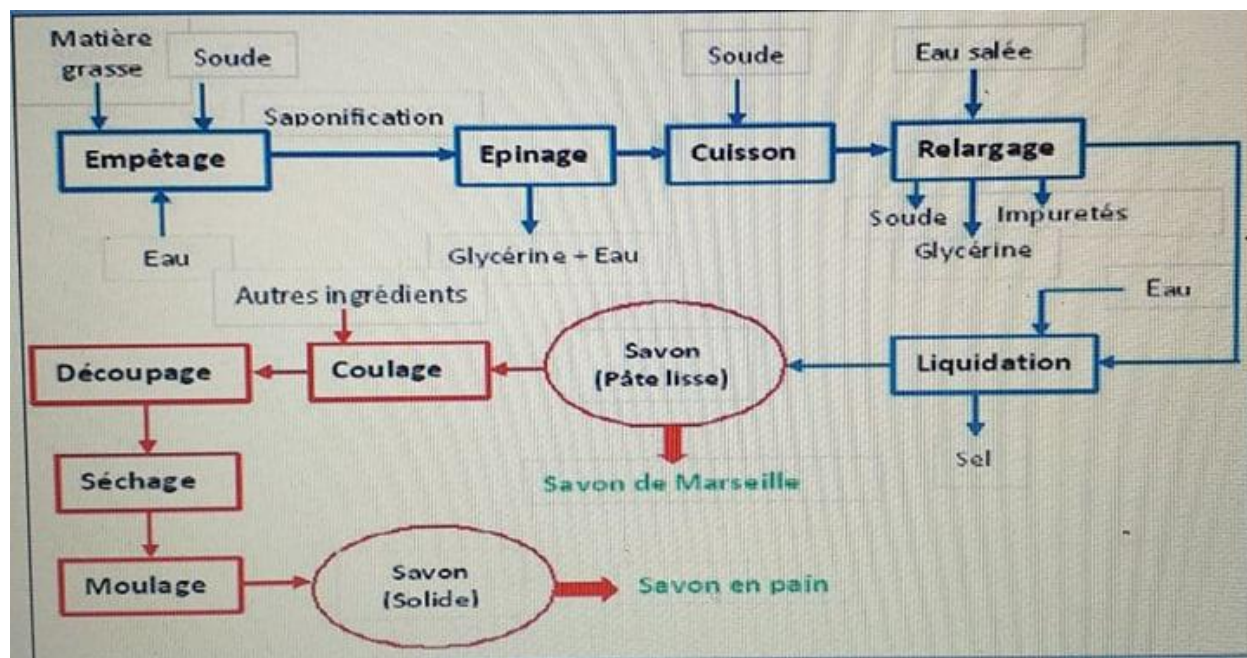


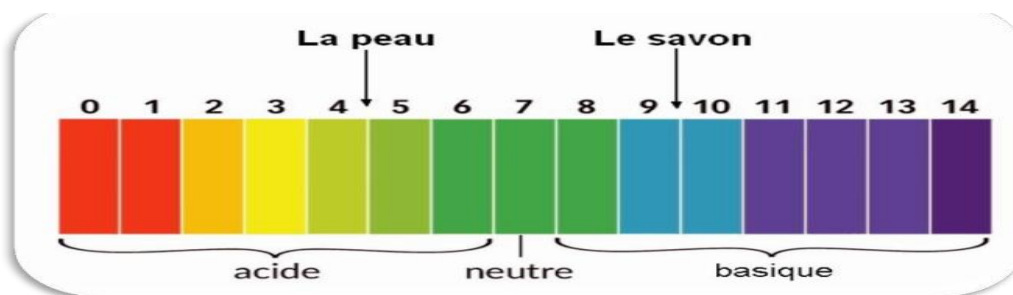
Figure5 : Production du savon de Marseille

1.3.5. L'influence du pH du savon sur le pH de la peau

Le PH de la peau est compris entre 4,5 et 5,75 alors que le PH du savon est compris entre 9 et 10. Cette différence de PH permet de bien nettoyer notre peau. Certains savons industriels abaissent leur PH, mais ils obtiennent ce résultat grâce à des détergents chimiques. Leur pH est entre 5 et 7 (neutre) mais ces produits sont agressifs et dangereux pour la peau et pour la santé en général [23]. Les produits utilisés pour le soin de la peau doivent être choisis, en accord avec le pH de notre épiderme. Ils doivent avoir un pH inférieur à 8 car au-delà de ce chiffre, la peau aura plus de difficultés à neutraliser les bactéries. Un produit alcalin, qu'il soit un savon ou une crème, va entraîner une réaction de défense de la peau, et par conséquent une sur production de sébum. Un lavage à l'eau aura l'effet d'alcaliniser la peau...D'où l'intérêt d'hydrater la peau après un produit nettoyant avec rinçage à l'eau. Pour cela, utilisez une crème ou une lotion nourrissante et hydratante avec un pH acide ou neutre. Si votre peau est sèche, elle est donc très acide et doit être énormément nourrie, préférez des produits où le pH est proche de 6,5. Si la peau est grasse,

son pH se trouvera alors au-delà de 6,5 : il faudra la rendre plus acide, avec des crèmes et soins au pH plus bas.[24]

Figure 6: Axe de pH



2. ETUDE EXPERIMENTALE

2.1. MATERIELS ET METHODES

2.1.1. Caractéristiques physico-chimiques des huiles usagées

1-Présentation des échantillons

Les matières premières utilisées pour la réalisation de ce travail représentent une huile de table avant son usage (HP), deux types d'huile végétale usagées de friture, à fréquence d'usage ne dépassant pas 5 fois pour l'huile des pommes de terre (HT), et plus de 5 fois pour l'huile de Chbakya(HC) .

2-Contrôle de qualité des huiles usagées :

Dans le but de déterminer les caractéristiques physico-chimiques des différentes huiles usagées utilisées. Dans notre étude, nous avons déterminé: les indices de réfraction, d'acide, de saponification et de peroxyde.

Dans notre étude ont été déterminé selon les méthodes données suivantes :

Indice de réfraction :

L'indice de réfraction est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des huiles essentielles et de composés liquides divers. Chaque substance a son indice de réfraction spécifique. Plus l'indice de réfraction d'un produit est près de la valeur attendue, plus sa pureté est grande.



Figure 7 : Photo d'un refractomètre

Indice d'acide et l'acidité :

- Ensuite, on neutralise cette solution par une solution de NaOH 0.1N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle.
- Puis, on pèse à peu près 10 g d'huile et on titre par une solution d'hydroxyde de sodium de normalité 0.1 N.

$$\% \text{ acidité} = TB * N * PM / PE * 100$$

$$\% \text{ acidité} = TB(i) * 0,1 * 28.2 / PE$$

$$\text{Indice d'acide} = (40 * N * T) / PE$$

Avec : • TB = tombée de burette. • PE = prise d'essai en gramme. • N = Normalité de NaOH = 0.1 N. • PM = poids moléculaire de l'acide oléique = 282 g/ mol. [14]

Indice de saponification :

C'est la quantité d'hydroxyde de sodium en mg nécessaire pour saponifier 1g de cette substance.

Mode opératoire :

- ⇒ Introduire dans un bécher 10 ml de solution de corps gras.
- ⇒ Ajouter 25 ml de solution de NaOH alcoolique.
- ⇒ Mettre au bain-marie bouillant pendant 45 à 60 min.
- ⇒ Ajouter 2 ou 3 gouttes de phénolphthaléine.
- ⇒ Doser l'excès de NaOH par la solution titrée d'acide chlorhydrique 0.1 N en agitant constamment jusqu'au virage à l'incolore de la phénolphthaléine.
- ⇒ Faire deux essais

$$Is = (VT - VE) * c_{HCl} * 40 / m$$

Avec :

- ⇒ Is : indice de saponification ;
- ⇒ VT : volume versé au témoin, en ml;

- ⇒ VE : volume versé à l'essai, en ml ;
- ⇒ cHCl : concentration de la solution titrée d'acide chlorhydrique, en mol/L ;
- ⇒ 40 : (g/mol) masse molaire de NaOH ;
- ⇒ m : masse de corps gras analysée, en g.

Indice de peroxyde :

C'est le nombre de milliéquivalents d'oxygène par kilogramme de produit. Par un traitement du corps gras en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium, ensuite un titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

Mode opératoire :

- ⇒ Prendre une prise d'essai dans un flacon de 250 ml
- ⇒ Ajouter 25ml du mélange solvant, (15ml d'acide acétique +10ml de chloroforme) puis 1ml de solution saturée d'iodure de potassium
- ⇒ Ajout d'huile dans le ballon à mesurer et laisser un blanc
- ⇒ Boucher aussitôt le flacon, agiter pendant 1min et l'abandonner 5min à l'abri de la lumière.
- ⇒ Ajouter 75ml d'eau distillée, et titrer l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium 0.01N en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon 0.5 à 1% récemment préparée et chauffée.
- ⇒ L'indice de peroxyde en milliéquivalent d'oxygène par kg d'huile est :

$$IP = ((V - V') \cdot 2)$$

Avec

V : le volume de thiosulfate utilisé dans l'essai V' : celui utilisé dans l'essai à blanc PE : prise d'essai [15].

2.1.2. Production du savon

1-Effet de nombre d'utilisations du bain de friture sur le rendement en savon

Dans cette partie de notre travail, la production du savon a été réalisée par saponification des huiles végétales (vierge et usées) à froid. Les conditions opératoires mises en jeu de la réaction ont été établies suite à une étude préliminaire. Dans cette partie, nous avons jugé utile d'étudier l'influence de nombre d'utilisation de bain de friture et la nature de l'huile utilisée sur le rendement et la qualité du savon sera étudiée. La réaction de saponification des huiles a été réalisée en présence d'un catalyseur basique à différents nombres de fritures. Cette synthèse a été réalisée avec du NaOH à 8mol /L

Mode opératoire :

- ⇒ Dans un premier lieu on réalise la saponification en utilisant l'huile de table avant l'utilisation dans la friture selon la méthode suivante :
- ⇒ Dans un bécher on met 100 ml d'huile avec l'ajout de 50 ml de NaOH à 8mol /l
- ⇒ On réalise une agitation pendant 30 min pour accélérer la réaction de saponification.
- ⇒ Puis on fait le relargage avec de l'eau salée saturée (360g/l) et qui a pour but d'éliminer l'excès en soude et tous les composants insaponifiables,
- ⇒ Ensuite on réalise une filtration par aspiration, on garde le filtre, on le sèche à l'étuve ensuite on le pèse.
- ⇒ On porte l'huile à une température de 180° C à une durée de friture de 20min, puis on laisse refroidir l'huile et on réalise la saponification.
- ⇒ On prend une proportion de la même huile et on porte la température à 180°C pour la 2ème fois, puis on la laisse refroidir et on réalise la deuxième saponification. Ensuite on prend la même huile qui a subi deux fritures et on la porte à la même température pour la troisième fois pendant 20 min, on refroidit puis on réalise la saponification.



Figure 8 : Changement de la coloration des huiles pendant la friture

2-Valorisation des huiles usagées par l'ajout de l'acide sulfonique

L'acide alkylbenzènesulfonique linéaire (LABSA) est préparé dans le commerce par sulfonation d'un alkyl benzène linéaire (LAB). L'alkylbenzènesulfonate linéaire (LAS), l'agent tensio-actif synthétique le plus volumineux au monde, comprenant les divers sels d'alkylbenzènes sulfonés, est largement utilisé dans les détergents domestiques ainsi que dans de nombreuses applications industrielles. Comme intermédiaire, il est généralement neutralisé avec diverses bases pour produire des sulfonates utilisés dans de nombreuses industries, le plus souvent dans la production de détergents liquides et en poudre, de produits de nettoyage, de produits de lavage, de produits pour lave-vaisselle, de produits pour lave-auto, de nettoyants pour surfaces dures, etc. Outre ces produits. Sa formule chimique est la suivante [16] :

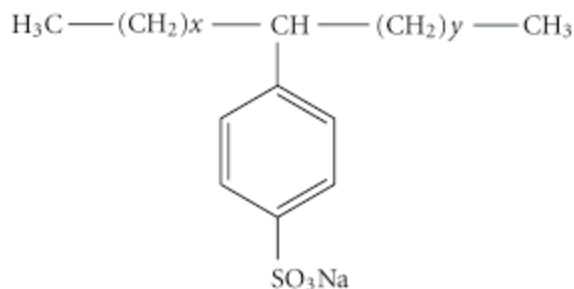


Figure 9 : Formule chimique de l'acide sulfonique

Parcequ'on ne connaît pas exactement la composition chimique de ces huiles usées parfois la réaction de saponification n'aura pas lieu ou bien le rendement est très faible parce que cette huile a subi plusieurs dégradations et ses composés chimie sont complexés et sont devenu insaponifiable et pour résoudre ce problème et pour garantir le recyclage de ces huiles on utilise un agent tensioactif (L'acide sulfonique) et qui a pour but de rendre miscibles les bulles de graisse plutôt de ces huiles dans la solution de l'hydroxyde de sodium .

Savon industriel :

Dans un bécher on met 20 ml d'acide sulfonique et dans une burette on met une solution de soude à 8mol /L puis on verse en agitant jusqu'à PH=8 , on ajoute de l'eau jusqu'à une viscosité acceptable, puis on ajoute à notre mélange un agent moussant ,du parfum citron ,une goutte de colorant alimentaire(facultatif) .

Savon à base des huiles de friture (Savon liquide) :

c'est le même protocole qu'auparavant sauf qu'on va ajouter une huile qui a subi plus de 3 fritures à une proportion de 30% du volume précédant (20ml) :

6ml d'huile de friture

14ml de d'acide sulfonique

Savon solide :

Dans un bécher on met 20 ml d'un mélange d' (une huile qui a subi plus de trois fritures à une portion de 70% et l'acide sulfonique à une portion de 30%) , on ajoute de la soude à l'aide d'une burette jusqu'à un PH=8 en agitant pendant 30 min, on chauffe pendant 5min pour déclencher la réaction , Le savon obtenu contient encore de la soude, pour ceci on le rince avec l'eau salée qui va diminuer l'alcalinité du mélange puis on remet l'aspiration , en gardant le filtre ,on ajoute à ce dernier Na₂CO₃ pour éliminer les traces d'eau dans le savon ,on ajoute à ce savon un agent moussant (cocodiethanolamide),une goutte de colorant .

Savon gélatineux :

Après avoir solidifier le savon obtenu avec les ingrédients et les méthodes précédents on solubilise le savon dans 60% de son poids en eau en agitant jusqu'à obtention d'un gel homogène.

Pour la persistance de la gélification on peut ajouter des agents gélifiants comme l'Agar.

3- Les additifs de notre savon

- ⇒ PARFUM : il s'agit d'un Parfum citron des détergents
- ⇒ Colorant alimentaire

Un colorant est une substance utilisée pour apporter une couleur à un objet à teinter. En chimie, les groupements d'atomes dont l'absorption lumineuse cause la couleur s'appelle un chromophore. Un colorant soluble se désigne comme teinture, sinon c'est un pigment. Dans les techniques d'application, comme la pharmacie ou la cuisine, un colorant peut contenir une combinaison de molécules solubles et de particules insolubles. En biologie, on parle de pigments plus que de colorants, dans tous les cas [17] .

- ⇒ AGENT MOUSSANT
- ⇒ Le cocamide DEA,

Le Cocamide DEA, ou diéthanolamine de cocamide, est un diéthanolamide obtenu par réaction du mélange d'acides gras d'huile de coco avec de la diéthanolamine. Il s'agit d'un liquide visqueux utilisé comme agent moussant dans les produits de bain comme les shampoings et les savons pour les mains, et dans les cosmétiques comme agent émulsifiant.[18]

- ⇒ Na_2CO_3

C'est un composé chimique minéral correspondant à l'espèce minérale naturelle dénommée la natrite. Il s'agit d'un sel de sodium de l'acide carbonique, il représente un des grands produits polyvalents de la chimie moderne. Dans le langage courant, ce solide ionique, le plus souvent sous forme poudreuse, et ses solutions aqueuses sont dénommés respectivement cristaux de soude et soude, utilisé précocement dans l'industrie verrière antique. C'est un agent desséchant.

Il faut pas confondre le carbonate de sodium avec la soude caustique NaOH (hydroxyde de sodium) ou encore avec le bicarbonate de sodium NaHCO_3 , autrefois nommé communément bicarbonate de soude.[19]

2.1.3. Etude des caractéristiques et propriétés du savon obtenu

caractère moussant	• Dans un tube à essai on met 5 ml d'eau de robinet • on ajoute 5g de savon et on agite
caracère moussant	• Dans un tube à essai on met 5 ml d'eau distillée • on ajoute 5g de savon et on agite
l'action de l'acide chlorhydrique	• dans un tube à essai on met 5 ml de l'acide chlorhydrique • on ajoute 5g de savon et on agite
l'action de l'eau salée	• dans un tube à essai on met 5ml de l'eau salée • on ajoute 5g de savon et on agite

2.1.4. Caractérisation du savon obtenu par la spectroscopie infrarouge

Les vibrations moléculaires sont à l'origine de l'absorption du rayonnement infrarouge par la matière, car les niveaux d'énergie moléculaires vibrationnels sont séparés par des énergies qui tombent dans le domaine infrarouge du spectre électromagnétique. La partie infrarouge du rayonnement électromagnétique est partagée en trois domaines : le proche infrarouge (le plus énergétique) qui s'étend de 14 000 à 4000 cm^{-1} (0,7-2,5 m en longueurs d'onde) ; l'infrarouge moyen qui va de 4000 à 400 cm^{-1} (2,5-25 m) et enfin l'infrarouge lointain, qui couvre le domaine spectral de 400 à 10 cm^{-1} (25-1000 m). La mise en œuvre de l'interaction d'un rayonnement infrarouge avec un échantillon, puis la détection et l'analyse spectrale (par transmission ou par réflexion) de ce rayonnement après qu'il ait interagi avec la matière est l'objet de la spectroscopie infrarouge. Cette spectroscopie, très sélective, est couramment utilisée pour l'identification de composés mais elle permet également d'obtenir des informations très importantes sur les interactions inter- et/ou intramoléculaires, sur la conformation des molécules, sur l'organisation de la matière [21] .

2.2. RESULTATS ET INTERPRETATIONS

2.2.1. Caractéristiques physicochimiques des huiles usagées

Le tableau suivant résume le calcul des caractéristiques physico chimiques des trois échantillons :huile avant utilisation pour la friture, huile de friture des pommes de terre , huile de friture de “Chabbakya”

Tableau 5 : Caractéristiques physico-chimiques des trois échantillons d’huile

Echantillons	HP(huile avant la friture)	HT(huile de friture de pomme de terre)	HC(huile de friture de Chabbakya)	Normes
Indice de réfraction	1.472	1.474	1.473	1.473
Acidité(%)	0.0423	0.084	0.775	<0.05
Indice de saponification(mgNaO H/g)	133	168	800	<190
Indice de peroxyde (Meq O2/kg)	0.1	2.3	5.2	<1

Pour les trois huiles étudiées, la valeur obtenue de l’indice de réfraction varie peu d’une huile à l’autre et ceci pourrait être due à une variation dans la composition de chaque huile.

L’indice d’acide est fonction d’acides gras libres et caractérise l’état d’altération de l’huile par hydrolyse. Le démontre que l’huile pure présente une acidité assez faible par rapport aux huiles usagées qui sont des huiles oxydées et contiennent des acides gras libres formés durant la cuisson ou le stockage, alors une huile de bonne qualité a un faible taux d'acidité.

En effet, un indice de saponification faible correspond donc à des acides gras comportant une chaîne de carbone plus longue. Un indice de saponification élevé se traduit par un taux élevé d'acides gras à courte chaîne et une teneur en glycérol plus importante

L’indice de peroxyde des deux huiles usagées dépasse la valeur de l’indice de peroxyde des huiles avant la friture cela implique que ces huiles usagées sont plus oxydées ; ils ont subi des oxydations énormes durant la friture.

L'examen du tableau montre que nos huiles usagées présentent des caractéristiques non conformes aux normes.

Alors il est déconseillé de les réutiliser encore pour la friture et leur utilisation menace la santé du consommateur.

2.2.2. Effet de nombres d'utilisations de bain de friture sur le rendement en savon

Analyses et calculs:

Tableau 6: Quelques données pour le calcul du rendement

Masse volumique de l'huile (g/l)	Volume de l'huile (ml)	Densité de l'huile	Masse molaire de l'huile (g/mol)	Masse molaire de savon (g/mol)
900	15	0.895	884	304

Tableau 7: Avancement de la réaction de saponification

Avancement (X en mole)	L'oléine	+ 3NaOH Glycérine	3Savon	+
Initial (X=0)	0.05	0.4	0	0
En cours (X=X)	0.05 - X	0.4 - 3X	3X	X
Fin (X=X _{max})	0.05 - X _{max}	0.4 - 3X _{max}	3X _{max}	X _{max}

⇒ Le nombre de mol de la soude : $n = c \cdot v = 8 \cdot 50 \cdot 0.001 = 0.4 \text{ mol}$

⇒ Le nombre de mol d'oléine : $n = m/M = e \cdot v / M = 900 \cdot 50 \cdot 0.001 / 884 = 0.05 \text{ mol}$

Le réactif limitant

⇒ Si l'oléine est le réactif limitant donc : $0.05 - X_{\text{max}} = 0$ d'où : $X_{\text{max}} = 0.05 \text{ mole}$

⇒ Si l'hydroxyde de sodium est le réactif limitant donc : $0.4 - 3X_{\text{max}} = 0$ d'où : $X_{\text{max}} = 0.13 \text{ mole}$

⇒ Donc le réactif limitant est l'oléine ou le corps gras : $X_{\text{max}} = 0.05 \text{ mole}$

La masse théorique du savon :

$$3 \cdot X_{\text{max}} \cdot M = 3 \cdot 0.05 \cdot 304 = 45.6 \text{ g}$$

- ⇒ Le rendement de la réaction de saponification : $R = (\text{la masse expérimentale} / \text{la masse théorique}) * 100$.
- ⇒ Le rendement de la saponification des huiles avant l'utilisation : $R = (41.5 / 45.6) * 100 = 91\%$
- ⇒ Le rendement de la saponification des huiles de la première friture : $R = (39.124 / 45.6) * 100 = 85.8\%$
- ⇒ Le rendement de la saponification des huiles de la deuxième friture : $R = (22.135 / 45.6) * 100 = 48.54\%$
- ⇒ Le rendement de la saponification des huiles de la troisième friture : $R = (13.87 / 45.6) * 100 = 30.41\%$

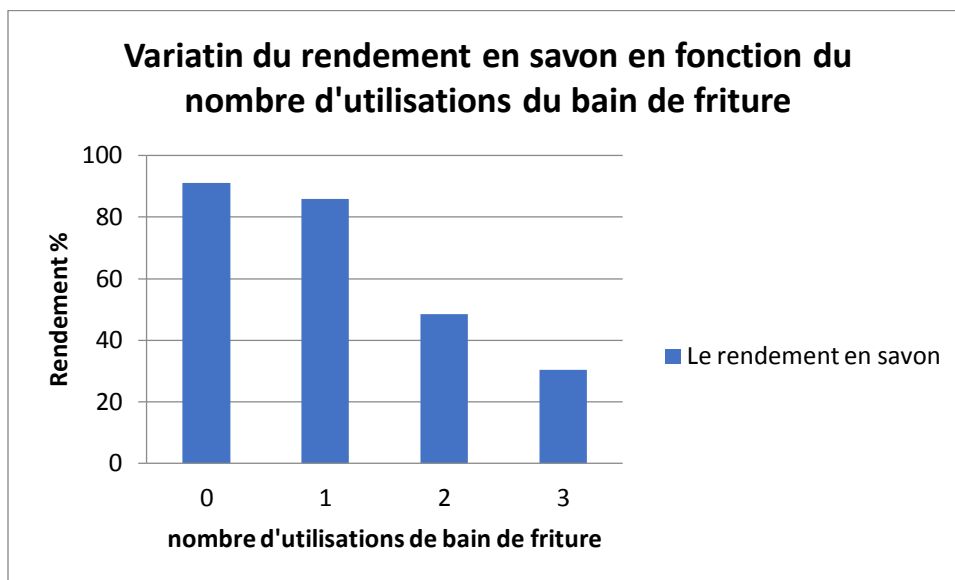


Figure 10 : Variation de rendement en savon en fonction de nombre d'utilisation du bain de friture

Interprétation :

La figure 11 ci-dessus montre que le rendement en savon en utilisant des huiles végétales est inversement proportionnel au nombre d'utilisations du bain de friture .

On peut justifier ces résultats par la présence des composés chimiques insaponifiables Dans les huiles ; issues de l'hydrolyse puis l'oxydation des triglycérides du bain de friture et la polymérisation des Composés issues de cette oxydation.

2.2.3. Valorisation des huiles de friture par l'ajout de l'acide sulfonique :

SAVON LIQUIDE :



Figure11: Savons liquides obtenus

La différence de coloration est due à un manque de précision de l'égouttage du colorant

SAVON SOLIDE :



Figure 12 : Savon solide à base des huiles de friture

SAVON GELATINEUX :



Figure 13 : Gel à base des huiles de friture

2.2.4. Etude des caractéristiques et propriétés du savon obtenu :

Observations

**Caractère
moussant**

- On observe l'apparition d'une mousse dans l'eau distillée plus condensée que dans l'eau de robinet due à la douceur de l'eau.

**L'action de l'eau
salée**

- On observe que le savon flotte sur la surface de l'eau salée, sans aucune apparition de la mousse c'est encore du relargage

**L'action del'acide
chlorhydrique**

- On observe une précipitation d'un précipité de couleur jaune par conséquent le milieu acide st indésirable à l'action du savon



Figure 14 : Tubes à essai des différentes analyses

2.2.5. Caractérisation du savon obtenu par la spectroscopie infrarouge

Le spectre suivant représente la caractérisation par spectroscopie infrarouge de deux échantillons d'huiles une avant l'utilisation et l'autre après son utilisation deux fois pour la friture.

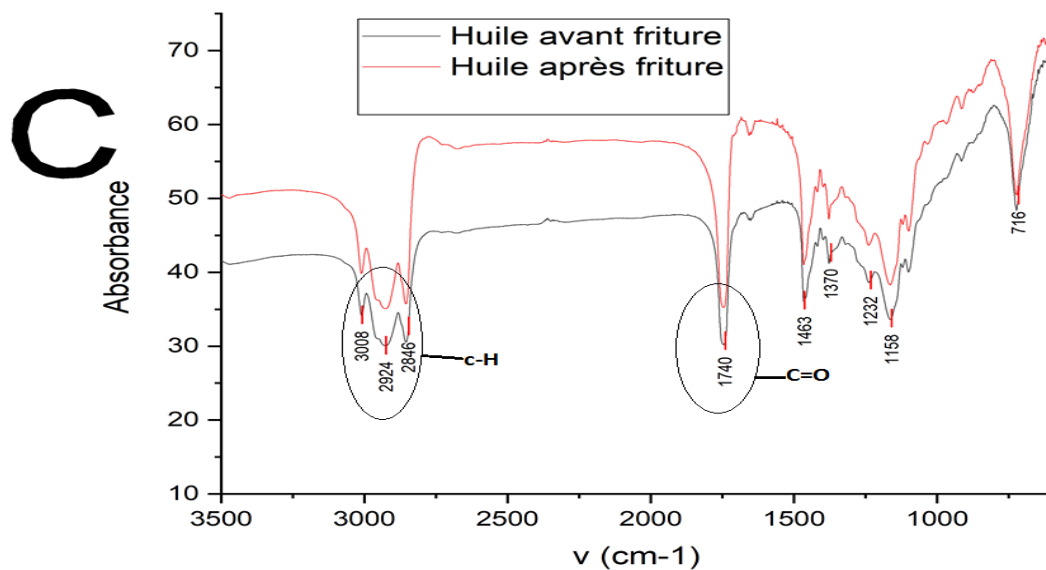


Figure 15 : Spectre infrarouge des deux échantillons d'huile

Les deux spectres sont superposés ; la figure 16 ci-dessus montre que la friture avec une huile une ou deux fois ne modifie pas ses groupements fonctionnels ; donc le rendement de saponification en utilisant ces huiles sera maximal et important.

Le spectre suivant représente la caractérisation par spectroscopie infrarouge de deux échantillons de savon un qui contient un colorant et l'autre ne le contient pas.

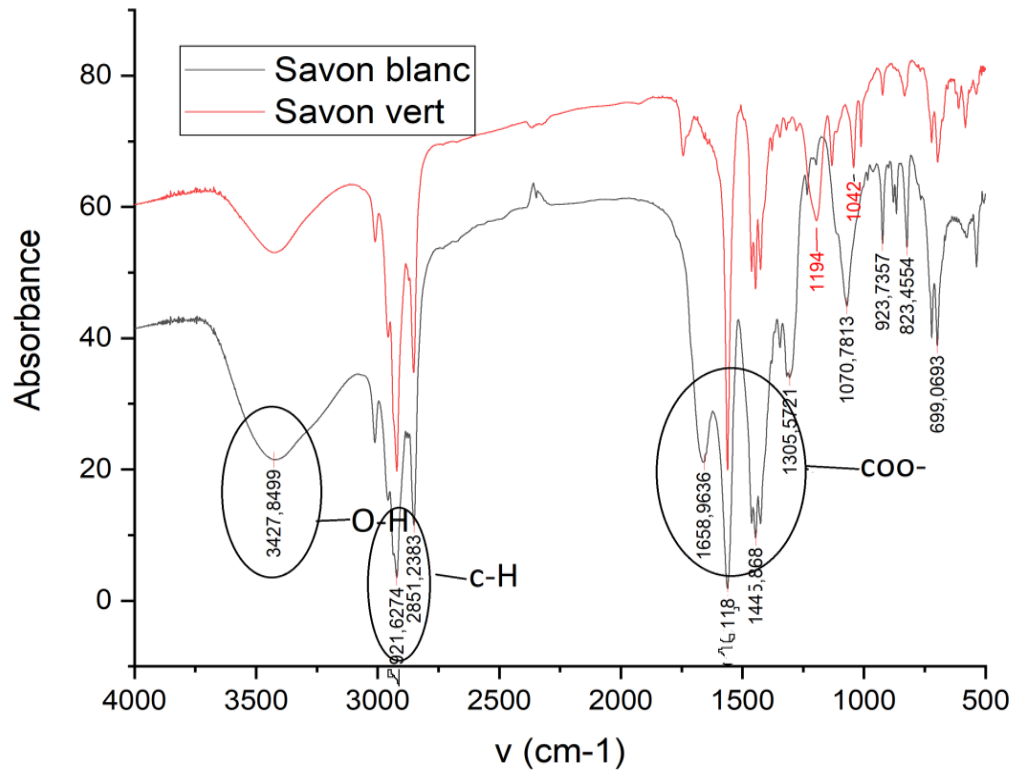


Figure 16 : Spectre infrarouge des deux échantillons de savon

- ⇒ Les deux échantillons de savon contiennent les mêmes groupements fonctionnels.
- ⇒ L'analyse de deux échantillons est seulement pour la vérification de résultats.

Tableau 8: Numéros d'ondes de quelques fonctions chimiques

Liaison	Type de liaison	Type spécifique de liaison	Pic d'absorption cm^{-1} (nm)
C=O	Acides carboxyliques (Dérivés)	<u>carboxylates</u> (sels)	1 550–1 610 cm^{-1} (6 211–6 452 nm)
		acides carboxyliques saturés	1 710 cm^{-1} (5 848 nm)
		acides carboxyliques saturés, insat./aromatiques	1 680–1 690 cm^{-1} (5 917–5 952 nm)
C-H	ALKYLES	METHYLES	1 260 cm^{-1} (7 937 nm)
			2 870 cm^{-1} (3 484 nm)
			2 960 cm^{-1} (3 378 nm)
O-H	Acide carboxyliques	à faible concentration	3 500–3 560 cm^{-1} (2 809–2 857 nm)
		à faible concentration	3 000 cm^{-1} (3 333 nm)

CONCLUSION

Le savon s'impose depuis longtemps comme objet nécessaire dans tous les foyers, et élément indispensable dans la vie quotidienne grâce à ses propriétés nettoyantes.

Dans ce travail on a Identifié les caractéristiques du savon et su le fabriquer à partir de composants facilement accessibles en valorisant ainsi les huiles de fritures en une véritable possibilité industrialisation.

L'étude des propriétés de l'huile et du savon a permis d'illustrer le phénomène de tensioactivité, c'est-à-dire la capacité de certains corps à modifier la tension superficielle des liquides dans lesquels on les introduit.

L'ajout des produits tels les surfactants et les renforçateurs de mousse tel que le CDEA a augmenté la capacité de savon à nettoyer.

Ce projet, a été preuve de possibilité de production de savon à partir des huiles de fritures et d'obtenir plusieurs types de savon (liquide, gel et solide) si on suit des formulations particulières en se basant sur les normes internationales Par l'analyse des huiles et les savons en utilisant différentes méthodes Chimiques et physiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 2- Finance News, Hebdo , Lamiae Boumahrou .(Article)
- 21-Patrick CANCOUËT DG.- ATOMER Technopôle du V.O. - Expert près la cour d'appel de Versailles
- 24- Ruffien-Ciszak, A., Baur, J., Gros, P., Questel, E., & Comtat, M. (2008). Electrochemical microsensors for cutaneous surface analysis: Application to the determination of pH and the antioxidant properties of stratum corneum. IRBM, 29(2-3), 162–170
- 4-Combe, N., & Rossignol-Castera, A. (2010). Huiles végétales et friture. Cahiers de Nutrition et de Diététique, 45(6), S44–S51.
- 17- Rapport consulté ,diplôme universitaire de technologie ,Etudiante ;SOUKINA BOUTAZAT ET SMAHANE ADMER

REFERENCES WEBOGRAPHIQUES

- 1-<http://equiterre.eu/lhuile-de-cuisine-usagee-un-dechet-naturel-trompeur/>
- 3-<http://www.nutritionnistes.be/huiles%20vegetales%20fabrication.htm>
- 5- https://fr.wikipedia.org/wiki/Huile_alimentaire
- 6-https://www.passeportsante.net/fr/Actualites/Dossiers/ArticleComplementaire.aspx?doc=gras_satures_in_satures_dohttps://fr.wikipedia.org/wiki/St%C3%A9ro%C3%AFde_anabolisant
- 7-https://fr.wikipedia.org/wiki/Point_de_fum%C3%A9
- 8-<file:///C:/Users/poste/Documents/Blocs-notes%20OneNote/interpretation.pdf>
- 9-http://docnum.univ-lorraine.fr/public/INPL/2006_GORNAY_J.pdf
- http://bibfac.univ-tlemcen.dz/snvstu/opac_css/doc_num.php?explnum_id=2228
- 10-<https://fr.wikipedia.org/wiki/Saponification>
- 11-<http://lysblancsdevenus.canalblog.com/archives/2007/02/19/4005467.html>
- 12- <http://lysblancsdevenus.canalblog.com/archives/2007/02/19/4005467.html>
- 13- <http://docplayer.fr/38501630-Fabrication-des-savons.html>
- 14- https://fr.wikipedia.org/wiki/Indice_d%27acide
- 15- <http://www.memoirepfe.fst-usmba.ac.ma/get/pdf/1009>
- 16-<https://www.solostocks.ma/vente-produits/produits-chimiques-organiques-base/acides-organiques/acide-linear-alkyl-benzene-sulfonique-labsa-1577703>
- 18- https://en.wikipedia.org/wiki/Cocamide_DEA
- 19- https://fr.wikipedia.org/wiki/Carbonate_de_sodium
- 20- <http://mathias.borella.fr/2-1-La-spectroscopie-infrarouge.html>