

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université 8 mai 1945 Guelma  
Faculté des sciences et de la technologie  
Département de Génie des Procédés

## **Mémoire de Projet de Fin d'Études**

**2<sup>ème</sup> Année Master**

**Filière : Génie des Procédés**

**Spécialité : Génie chimique**

---

### ***Production durable de savon solide à partir d'huile végétale usagée***

---

Présenté par :

**BOUHDICHE Samiya**

**AMEUR Hadil**

Sous la direction de :

**Dr. TAIBI Ahmed**

**Année universitaire : 2024/2025**

## شكر

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

( رَبِّ أَوْزِعْنِي أَنْ أَشْكُرَ نِعْمَتَكَ الَّتِي أَنْعَمْتَ عَلَيَّ وَعَلَى وَالِدَيَّ وَأَنْ أَعْمَلَ صَالِحًا تَرْضَاهُ وَأَدْخِلْنِي بِرَحْمَتِكَ فِي عِبَادِكَ الصَّالِحِينَ )  
سورة النمل الآية 19

الحمد لله الذي بفضله تتم النعم والصالحات  
الحمد لله الذي أنار قلوبنا وعقولنا  
الشكر لله واهب عقولنا .. رازقنا نعمه  
الشكر لله أولاً وأخيراً على حسن توفيقه وكرم عونه

الشكر لله لمن علمنا حرفاً.. لكل من أنار لنا درباً ولم ييخل علينا بعلم  
الشكر لوالدينا الأعزاء.. شكراً لثقتكم ودعمكم

الشكر الجزيل لمشرفنا.. لمن زرع ثقته قلباً وثررنا ثقتنا به  
الشكر الجزيل للدكتور أحمد طابقي

الشكر الجزيل لكل طاقم هندسة الطيران بكل طاقمه التدريسي  
الشكر لطلاب هندسة الطيران وخاصة طلاب الهندسة الكيميائية  
الشكر لكل زميلات خاصة رانيا

الشكر لكل من مد لنا يد العون .. لمن لم تسعفنا الذاكرة بشكرهم  
جزاكم الله عنا خير جزاء

# الأهداء

بسم الله الرحمن الرحيم

( قل أعملوا فسيرى الله عملكم ورسوله والمؤمنون )  
صدق الله العظيم

إلهي لا يطيب الليل إلا بشرك.. و لا يطيب النهار إلا بطاعتك  
و لا تطيب اللحظات إلا بذكرك ،، و لا تطيب الآخرة الا بعفوك.. و لا تطيب  
الجنة إلا برويتك

إلى من كلله الله بالهبة و الوقار.. إلى من علمني العطاء بدون إنتظار  
إلى من أحمل إسمه بكل فخر.. أرجوا من اله أن يمد في عمرك لتري ثمار  
قد حان قطافه إلا بعد طول إنتظار و ستبقى كلماتك نجوما أهدي بها في  
حياتي والذي العزيز

إلى ملاكي في الحياة.. إلى معنى الحب و معنى الحنان.. إلى بسمه الحياة و  
سر الوجود.. إلى من كان دعاءها سر نجاحي و حنانها بلسم لجراحي  
إلى أغلى أحبابي أمي الحبيبة

إلى كل من علمني حرفا في جامعة 08 ماي 1945

إلى أصدقاء الأعراء

إلى طلبة هندسة الطرائق و خاصة طلبة الهندسة الكيميائية

إلى كل من سقط من قلبي سهوا

أهدي هذا العمل



## *Dédicace*

Je dédie le fruit de ce travail et l'essence de cet ouvrage à celle qui m'a donné la lumière de la vie, s'est engagée à accompagner mes pas et a façonné mes rêves avec moi : ma mère bien-aimée.

Que Dieu prolonge sa vie et la garde comme une source pure pour moi, avec laquelle je peux effacer les difficultés de la vie.

À celui qui a implanté dans mon cœur l'amour du savoir et a placé en moi la force et la détermination. Mon cher père, qui m'a toujours encouragé et aidé à terminer mes études

. Que Dieu le protège pour nous tous.

À mon cher frère Abdel-Bari, que Dieu lui accorde la réussite dans sa vie.

À mes estimés professeurs. À toute ma famille, mes amis et mes camarades de classe.

Hadil



---

## Résumé

---

La gestion des huiles végétales usagées (HVV) constitue un enjeu environnemental et économique. Ce travail évalue le potentiel de valorisation des HVV pour la production de savons solides par saponification. Les propriétés physico-chimiques des huiles (vierge HV et usagée HVV) et des savons fabriqués par des méthodes semi-chaude (SC) et à froid (FR) ont été caractérisées et comparées à un savon commercial (COM). Les résultats ont confirmé une dégradation de l'HVV, marquée par une augmentation de l'indice d'acidité (de 0,283 à 1,122 mg KOH/g) et une baisse significative de l'indice de saponification (de 262,93 à 190,59 mg KOH/g), sans pour autant compromettre sa capacité à être saponifiée. Les savons préparés en laboratoire ont démontré une qualité supérieure en termes de douceur, avec une teneur en alcali caustique libre et un pH (9,22-9,64) bien plus faibles que ceux du savon commercial (pH 10,23). Le procédé a influencé la dureté du savon, la méthode semi-chaude produisant un savon moins mou que la méthode à froid. La formulation s'est avérée cruciale pour le pouvoir moussant, l'ajout d'huile de coco l'ayant considérablement amélioré. Finalement, tous les savons produits ont montré un pouvoir nettoyant efficace, comparable au témoin. Cette étude confirme que la transformation des HVV est une approche viable et écologique pour obtenir des savons ménagers de qualité.

---

**Mots clés :** Huiles végétales usagées (HVV) ; Saponification ; Savon solide ; Valorisation des déchets ; Caractérisation physico-chimique.

---

---

## Abstract

---

The management of used vegetable oils (UVOs) represents an environmental and economic challenge. This work assesses the potential of valorizing UVOs for the production of solid soaps via saponification. The physicochemical properties of the oils (virgin VO and used UVO) and of soaps made by semi-hot (SC) and cold (FR) process methods were characterized and compared to a commercial soap (COM). The results confirmed a degradation of the UVO, marked by an increase in the acid value (from 0.283 to 1.122 mg KOH/g) and a significant decrease in the saponification value (from 262.93 to 190.59 mg KOH/g), without compromising its suitability for saponification. The laboratory-prepared soaps demonstrated superior quality in terms of mildness, with significantly lower free caustic alkali content and pH values (9.22-9.64) than the commercial soap (pH 10.23). The process influenced the soap's hardness, with the semi-hot method yielding a less soft soap than the cold process method. The formulation proved crucial for foaming power, as the addition of coconut oil considerably improved it. Finally, all produced soaps exhibited effective cleaning power, comparable to the control sample. This study confirms that transforming UVOs is a viable and ecological approach to obtaining quality household soaps.

---

**Keywords:** Used Vegetable Oils (UVO), Saponification; Solid soap; Waste valorization; Physicochemical characterization.

---

---

## الملخص

---

تمثل إدارة الزيوت النباتية المستعملة (UVOs) تحديًا بيئيًا واقتصاديًا. يهدف هذا العمل إلى تقييم إمكانية تثمين هذه الزيوت من خلال إنتاج صابون صلب بعملية التصبن. تم توصيف الخصائص الفيزيائية والكيميائية لكل من الزيوت (الزيت النباتي البكر VO والزيت المستعمل UVO)، وكذلك الصابون المحضّر في المختبر باستخدام طريقتين: التصبن شبه الساخن (SC) والبارد (FR)، ومقارنتهما بصابون تجاري (COM). أظهرت النتائج أن الزيت المستعمل قد تعرّض لتدهور، يتجلى في ارتفاع قيمة الحموضة (من 0.283 إلى 1.122 ملغ KOH/غ) وانخفاض ملحوظ في قيمة التصبن (من 262.93 إلى 190.59 ملغ KOH/غ)، دون أن يؤثر ذلك على قابليته للتصبن. وقد أظهرت أنواع الصابون المحضّرة في المختبر جودة عالية من حيث النعومة، حيث سجلت نسبًا أقل من القلوي الحر وقيم pH منخفضة (9.22–9.64) مقارنةً بالصابون التجاري (pH 10.23). كما أثر نوع العملية على صلابة الصابون، حيث أنتجت طريقة التصبن شبه الساخن صابونًا أقل ليونة من طريقة التصبن البارد. وتبيّن أن التركيبة لها دور حاسم في قوة الرغوة، إذ ساهمت إضافة زيت جوز الهند في تحسينها بشكل ملحوظ. وأخيرًا، أظهرت جميع أنواع الصابون المنتجة قدرة تنظيف فعّالة، مماثلة للعينة المرجعية. تؤكد هذه الدراسة أن تحويل الزيوت النباتية المستعملة إلى صابون منزلي عالي الجودة يُعدّ خيارًا بيئيًا مجديًا.

---

**كلمات مفتاحية:** الزيوت النباتية المستعملة (HUV)، التصبن، الصابون الصلب، تثمين النفايات، التوصيف الفيزيائي الكيميائي.

---

# Table des matières

## Résumé

|                        |           |
|------------------------|-----------|
| Table des matières     | <i>i</i>  |
| Liste des Tableaux     | <i>iv</i> |
| Liste des Figures      | <i>v</i>  |
| Liste des abréviations | <i>ix</i> |

## Introduction Générale 01

|                                                                                |    |
|--------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Chapitre I. Revue de la littérature</b>                                     |    |
| I.1. Introduction                                                              | 04 |
| I.2. Huiles végétales                                                          | 04 |
| I.2.1. Composition des huiles végétales                                        | 06 |
| I.2.1.1. Composants majeurs des huiles végétales                               | 06 |
| I.2.1.2. Composants Mineurs des Huiles Végétales                               | 07 |
| I.3. Huiles végétales usagées                                                  | 11 |
| I.3.1. Production et gestion des Huiles végétales usagées (HVU)                | 11 |
| I.3.2. Sources de Génération des HCU                                           | 12 |
| I.3.3. Réglementations et Restrictions Affectant les HCU                       | 13 |
| I.3.4. Impacts Environnementaux des HCU                                        | 15 |
| I.3.5. Composition et Prétraitements des HCU                                   | 16 |
| I.3.6. Applications Potentielles                                               | 18 |
| I.4. Production du savon                                                       | 19 |
| I.4.1. Matières Premières Utilisées dans la Fabrication du Savon               | 20 |
| I.4.1.1. Graisses et Huiles                                                    | 20 |
| I.4.1.2. Sels Alcalins et Autres Bases                                         | 23 |
| I.4.1.3. Autres Additifs                                                       | 23 |
| I.4.2. Procédé de Saponification                                               | 25 |
| I.4.3. Types de Savon Basés sur le Procédé, les Propriétés et les Compositions | 29 |
| I.4.3.1. Savons Durs                                                           | 29 |
| I.4.3.2. Savon Transparent                                                     | 29 |
| I.4.3.3. Savons Liquides                                                       | 30 |
| I.4.4. Classification des Savons par Usage                                     | 31 |
| I.4.4.1. Savons Antiseptiques                                                  | 31 |
| I.4.4.2. Savons de Bain                                                        | 31 |
| I.4.5. Procédés de Fabrication de Savon                                        | 32 |
| I.4.5.1. Procédé à Froid                                                       | 32 |
| I.4.5.2. Procédé semi- chaud                                                   | 33 |
| I.4.5.3. Procédé à Chaud                                                       | 33 |
| I.5. Caractéristiques Physico-chimiques des Graisses et des Huiles             | 34 |
| I.5.1. Indice de Saponification (Is)                                           | 34 |

|                                                  |    |
|--------------------------------------------------|----|
| I.5.2. Indice d'Iode ( $I_I$ )                   | 34 |
| I.5.3. Indice d'Acide ( $I_A$ )                  | 35 |
| I.5.4. Densité Relative                          | 35 |
| I.6. Caractéristiques Physico-chimiques du Savon | 35 |
| I.6.1. Teneur en Humidité                        | 35 |
| I.6.2. Matière Grasse Totale (MGT)               | 35 |
| I.6.3. pH                                        | 35 |
| I.6.4. Alcalinité Caustique Libre                | 36 |
| I.6.5. Capacité de Moussage                      | 36 |
| I.6.6. Alkali Total                              | 36 |
| I.6.7. Propriétés détergentes du savon           | 36 |
| I.7. Les HVU pour la Production du savon         | 37 |
| I.8. Conclusion                                  | 39 |

|                                                                |    |
|----------------------------------------------------------------|----|
| <b>Chapitre III. Matériels et Méthodes</b>                     |    |
| II.1. Introduction                                             | 40 |
| II.2. Collecte et prétraitement de l'HVU                       | 40 |
| II.2.1. Collecte de l'HVU                                      | 40 |
| II.2.1. Prétraitement de l'HVU                                 | 41 |
| II.3. Analyses physico-chimiques des huiles                    | 42 |
| II.3.1. Détermination de la teneur en humidité                 | 43 |
| II.3.2. Mesure du pH                                           | 44 |
| II.3.3. Détermination de l'indice d'acidité                    | 45 |
| II.3.4. Détermination de l'indice de saponification            | 46 |
| II.3.5. Détermination de la densité                            | 48 |
| II.3.6. Indice de Réfraction                                   | 49 |
| II.3.7. Analyse FTIR                                           | 51 |
| II.4. Fabrication et caractérisation physico-chimique du savon | 51 |
| II.4.1. Fabrication du savon                                   | 51 |
| II.4.1.1. Formulation du mélange d'huiles                      | 52 |
| II.4.1.2. Préparation de l'extrait d'écorce d'orange           | 52 |
| II.4.1.3. Procédé de saponification                            | 53 |
| II.4.2. Analyses physico-chimiques du savon                    | 58 |
| II.4.2.1. Détermination de la teneur en alcali caustique libre | 59 |
| II.4.2.2. Teneur en humidité                                   | 60 |
| II.4.2.3. Mesure du pH                                         | 61 |
| II.4.2.4. Test d'émulsification                                | 62 |
| II.4.2.5. Détermination du Degré de Ramollissement             | 63 |
| II.4.2.6. Détermination du Pouvoir Moussant                    | 63 |
| II.4.2.7. Caractérisation de la Texture et de la Couleur       | 65 |
| II.4.2.8. Capacité Nettoyante du Savon                         | 65 |
| II.5. Conclusion                                               | 66 |

|                                              |  |
|----------------------------------------------|--|
| <b>Chapitre III. Résultats et discussion</b> |  |
|----------------------------------------------|--|

|                                                                 |    |
|-----------------------------------------------------------------|----|
| III.1. Introduction                                             | 67 |
| III.2. Analyses physico-chimiques des huiles                    | 67 |
| III.2.1. Teneur en humidité                                     | 67 |
| III.2.2. pH et indice d'acidité                                 | 68 |
| III.2.3. Indice de saponification                               | 69 |
| III.2.4. La densité                                             | 71 |
| III.2.5. Indice de Réfraction                                   | 71 |
| III.2.6. Analyse FTIR                                           | 72 |
| III.3. Fabrication et caractérisation physico-chimique du savon | 74 |
| III.3.1. Les savons préparés                                    | 74 |
| III.3.2. Analyses physico-chimiques du savon                    | 75 |
| III.3.2.1. Teneur en alcali caustique libre                     | 75 |
| III.3.2.2. Teneur en humidité                                   | 76 |
| III.3.2.3. Mesure du pH                                         | 78 |
| III.3.2.4. Test d'Émulsification                                | 79 |
| III.3.2.5. Degré de Ramollissement                              | 79 |
| III.3.2.6. Pouvoir Moussant                                     | 80 |
| III.3.2.7. Texture et Couleur des savons                        | 82 |
| III.3.2.8. Pouvoir Nettoyant du Savon                           | 82 |
| III.3.2.8. Comparaison avec les résultats d'autres études       | 83 |
| III.4. Conclusion                                               | 84 |

|                                   |    |
|-----------------------------------|----|
| <b>Conclusion et perspectives</b> | 85 |
|-----------------------------------|----|

|                   |    |
|-------------------|----|
| <b>References</b> | 86 |
|-------------------|----|

---

## *Liste des tableaux*

---

### **Chapitre I. Revue de la littérature**

**Tableau I.1.** Caractéristiques physico-chimiques des huiles végétales et des HVU dérivées

**Tableau I.2.** Liste des huiles et graisses couramment utilisées dans la fabrication du savon

**Tableau I.3.** Additifs utilisés dans la fabrication des savons

**Tableau I.4.** Indices de saponification de certaines huiles et graisses courantes

**Tableau I.5.** Principales propriétés physico-chimiques des savons obtenus à partir des HCU

### **Chapitre II. Matériels et Méthodes**

**Tableau II.1.** Ingrédients et quantités utilisés dans la fabrication des échantillons de savon

**Tableau II.2.** Caractéristiques des échantillons de savon utilisés pour l'étude

### **Chapitre III. Résultats et discussion**

**Tableau III.1.** Évolution de PH en fonction d'huiles

**Tableau III.2.** Résumé des paramètres physico-chimique des huiles.

**Tableau III.3.** Comparaison des propriétés physico-chimiques des savons issus de ce travail et de la littérature.

## *Liste des figures*

| <b>Chapitre I. Revue de la littérature</b>                                                                     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Figure I.1.</b> Consommation mondiale d'huiles végétales de 2013/14 à 2024/25                               |
| <b>Figure I.2.</b> Principaux composants des différentes huiles végétales                                      |
| <b>Figure I.3.</b> Composants mineurs dans les huiles végétales                                                |
| <b>Figure I.4.</b> Distribution géographique de la production mondiale d'HCU                                   |
| <b>Figure I.5.</b> Part des HCU générées par les différentes sources                                           |
| <b>Figure I.6.</b> Impacts des HCU sur les Écosystèmes Aquatiques                                              |
| <b>Figure I.7.</b> Réactions chimiques de l'huile fraîche lors de la friture à haute température               |
| <b>Figure I.8.</b> Principales utilisations des HCU dans le monde                                              |
| <b>Figure I.9.</b> Réaction de saponification des huiles                                                       |
| <b>Figure I.10.</b> Schéma de procédé généralisé pour la fabrication de savon par la méthode de saponification |
| <b>Figure I.11.</b> Savon Solide                                                                               |
| <b>Figure I.12.</b> Savon Transparent                                                                          |
| <b>Figure I.13.</b> Savon liquide                                                                              |
| <b>Figure I.14.</b> Savon antiseptique                                                                         |
| <b>Figure I.15.</b> Savon de Bain                                                                              |
| <b>Figure I.16.</b> Comportement des détergents dans l'eau                                                     |

| <b>Chapitre II. Matériels et Méthodes</b>                                                                                                |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Figure II.1.</b> Comparaison d'huiles : a) Huile de soja fraîche (témoin) ; b) HVU                                                    |
| <b>Figure II.2.</b> Les étapes de prétraitement de HVU                                                                                   |
| <b>Figure II.3.</b> a) Séchage des échantillons d'huile dans l'étuve ; b) Refroidissement des échantillons dans le dessiccateur          |
| <b>Figure II.4.</b> Mesure du pH à l'aide d'un papier pH                                                                                 |
| <b>Figure II.5.</b> Détermination de l'indice d'acidité par titrage colorimétrique : a) Avant l'équivalence et b) Après l'équivalence    |
| <b>Figure II.6.</b> Montage à reflux                                                                                                     |
| <b>Figure II.7.</b> Mesure de la densité par pycnomètre : a) Pycnomètre vide, b) Pycnomètre rempli d'eau et c) Pycnomètre rempli d'huile |
| <b>Figure II.8.</b> Réfractomètre utilisé pour la mesure de l'indice de réfraction                                                       |
| <b>Figure II.9.</b> Spectromètre FTIR-8400                                                                                               |
| <b>Figure II.10.</b> Matière première : a) Huile de coco, b) Huile de palme et c) NaOH                                                   |
| <b>Figure II.11.</b> Étapes de la préparation de l'extrait d'écorce d'orange.                                                            |
| <b>Figure II.12.</b> Préparation du savon                                                                                                |
| <b>Figure II.13.</b> Mélanges des Huiles                                                                                                 |
| <b>Figure II.14.</b> Préparation de la solution de NaOH                                                                                  |
| <b>Figure II.15.</b> Procédé de saponification : a) Méthode à froid et b) Méthode semi-chaud                                             |
| <b>Figure II.16.</b> Extrait d'écorce d'orange                                                                                           |
| <b>Figure II.17.</b> Pâte de savon dans des moules en silicone                                                                           |
| <b>Figure II.18.</b> Démoulage et séchage.                                                                                               |

|                                                                                                           |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Figure II.19.</b> Savon commercial                                                                     |
| <b>Figure II.20.</b> Dosage de l'alcali caustique libre : a) Avant l'équivalence ; b) Après l'équivalence |
| <b>Figure II.21.</b> Préparation des échantillons afin de mesurer la teneur en humidité                   |
| <b>Figure II.22.</b> Mesure du pH avec un pH-mètre                                                        |
| <b>Figure II.23.</b> Test du pouvoir moussant d'un savon                                                  |

|                                                                                                              |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Chapitre III. Résultats et discussion</b>                                                                 |
| <b>Figure III.1</b> Teneur en humidité d'huile végétale usagée (HVU) comparé à l'huile végétale fraîche (HV) |
| <b>Figure III.2.</b> Évolution d'Indice d'acidité en fonction d'huiles                                       |
| <b>Figure III.3.</b> Évolution d'indice de saponification en fonction d'huiles                               |
| <b>Figure III.4.</b> Évolution de la densité en fonction d'huiles                                            |
| <b>Figure II.5.</b> Évolution d'indice de réfraction en fonction d'huiles                                    |
| <b>Figure III.6.</b> Analyse FTIR de HV et HVU                                                               |
| <b>Figure III.7.</b> Les savons préparés                                                                     |
| <b>Figure III.8.</b> Évolution Alkali caustique libre des savons                                             |
| <b>Figure III.9.</b> Évolution du teneur en humidité des savons                                              |
| <b>Figure III.10.</b> Évolution du pH des savons                                                             |
| <b>Figure III.11.</b> Test d'émulsification                                                                  |
| <b>Figure III.12.</b> Évolution du degré de ramollissement des savons                                        |

**Figure III.13.** Pouvoir moussant des savons

**Figure III.14.** Texture et couleur du savon.

**Figure III.15.** Pouvoir nettoyant du savon : a) Solution savonneuse et tissu taché à la sauce tomate ; b) Immersion du tissu dans la solution ; c) Résultat du nettoyage.

## *Liste des abréviations*

|                            |                                                      |
|----------------------------|------------------------------------------------------|
| <b>HVU :</b>               | Huile végétale Usagées                               |
| <b>HV :</b>                | Huile Végétale                                       |
| <b>HCU :</b>               | Huile de cuisson usagées                             |
| <b>UE :</b>                | Union Européenne                                     |
| <b>PL :</b>                | Phospholipides                                       |
| <b>AG</b>                  | Acides Gras                                          |
| <b>AGS</b>                 | Acides gras saturés                                  |
| <b>AGI :</b>               | Acides gras insaturés                                |
| <b>AGL :</b>               | Acides Gras Libres                                   |
| <b>EPA :</b>               | Environmental Protection Agency                      |
| <b>I<sub>I</sub> :</b>     | Indice d'Iode                                        |
| <b>d:</b>                  | Densité                                              |
| <b>Ir :</b>                | Indice de Réfraction                                 |
| <b>I<sub>s</sub> :</b>     | Indice de Saponification                             |
| <b>I<sub>A</sub> :</b>     | Indice d'Acide                                       |
| <b>FTIR :</b>              | la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier |
| <b>MGT :</b>               | Matière Grasse Totale                                |
| <b>PM<sub>NaOH</sub> :</b> | Le poids moléculaire de l'hydroxyde de sodium        |
| <b>PM<sub>KOH</sub> :</b>  | le poids moléculaire de l'hydroxyde de potassium     |
| <b>WCO :</b>               | Waste Cooking Oil                                    |

---

# *Introduction Générale*

---

## Introduction Générale

Les huiles et graisses végétales sont des composants fondamentaux de notre régime alimentaire en raison de leur apport énergétique significatif de leur richesse en acides gras essentiels et en vitamines liposolubles. Au-delà de leur rôle nutritionnel leurs propriétés biologiques leur confèrent un intérêt thérapeutique notable. Elles contribuent à la prévention de diverses pathologies soutiennent la croissance et le développement de l'organisme et offrent une protection contre les maladies cardiovasculaires et l'inflammation. De plus des études suggèrent leur potentiel anticancéreux. Parallèlement à leurs applications nutritionnelles et culinaires notamment pour la cuisson y compris la friture les huiles végétales sont largement exploitées dans diverses industries. On les retrouve ainsi en pharmacie en cosmétique dans la fabrication de détergents et bien d'autres secteurs. Leur polyvalence souligne leur double rôle crucial à la fois pour la santé humaine et dans l'innovation industrielle [1-3].

Lorsque les aliments sont frits à des températures de 180°C ou plus, les huiles de cuisson subissent diverses réactions. On observe notamment des processus d'hydrolyse, de décomposition thermique et oxydative, ainsi que de polymérisation. Malheureusement, ces transformations peuvent entraîner la formation de composés hautement toxiques. Bien qu'une partie des huiles usagées provenant de l'industrie, des restaurants et des ménages soit collectée et recyclée, des quantités significatives finissent encore par être éliminées de manière inappropriée. Le déversement dans les égouts, par exemple, provoque le colmatage des systèmes de drainage et engendre des conséquences écologiques néfastes, telles que la génération de composés toxiques et d'odeurs désagréables. De plus, le traitement de ces déchets est énergivore en raison de l'accumulation d'huile sur les équipements de nettoyage et de la corrosion qu'elle provoque [4, 5].

La fabrication de savon à partir d'huiles de friture usagées représente une solution particulièrement intéressante sur le plan environnemental. Ce processus se caractérise par sa faible consommation d'énergie et l'absence de sous-produits indésirables, ce qui réduit considérablement son impact par rapport à l'élimination classique de ces huiles. Ainsi, transformer les huiles de friture en savon constitue une approche technologique résolument écologique. C'est un excellent exemple de valorisation des déchets qui contribue à la fois à la réduction de la pollution et à la production d'un bien utile [4,5].

Les détergents, incluant le savon, sont omniprésents dans notre quotidien, que ce soit pour l'hygiène personnelle, le nettoyage domestique ou les applications industrielles. Le savon traditionnel, réputé pour son efficacité et son origine naturelle, peut être fabriqué selon deux méthodes principales : la fusion ou le processus à froid. Parallèlement, les détergents modernes comme les lessives en poudre et les détergents liquides ont gagné en popularité grâce à leur facilité d'emploi et leur performance. Quel que soit leur type, tous ces détergents fonctionnent sur un principe similaire : leurs molécules possèdent à la fois des groupes polaires et non polaires. Cette particularité leur permet d'interagir efficacement avec les graisses et la saleté, facilitant ainsi leur élimination lors du nettoyage [6, 7].

La fabrication du savon repose sur une réaction chimique fondamentale appelée saponification. Ce processus implique la combinaison d'un acide (généralement une graisse ou une huile) et d'une base forte, comme une solution d'hydroxyde de sodium. Cette réaction aboutit à la formation de savon (qui est chimiquement un sel), d'eau et de glycérine. L'avantage de la saponification est sa polyvalence : en utilisant une base aqueuse appropriée, il est possible de transformer pratiquement n'importe quel type de graisse ou d'huile en savon [4].

En résumé, les huiles et graisses végétales sont indispensables à notre alimentation grâce à leur valeur nutritionnelle et leurs bienfaits pour la santé. Leur utilisation s'étend également à de multiples secteurs industriels. Cependant, la friture à haute température pose un défi : elle peut générer des substances toxiques, soulevant ainsi des préoccupations environnementales. Pour y remédier et prévenir les déversements inappropriés, il est crucial d'optimiser le recyclage des huiles de friture usagées. Ces déchets peuvent être efficacement valorisés et transformés en divers produits utiles, tels que le biodiesel, les lubrifiants, les savons et d'autres matières. Cette approche permet de minimiser leur impact négatif tout en créant de la valeur.

Ce travail se concentre sur la réutilisation des huiles végétales usagées. Son objectif principal est de résoudre les problèmes environnementaux découlant de leur élimination inappropriée. Pour ce faire, l'étude vise à produire du savon à partir de ces huiles et à en évaluer la qualité.

Ce manuscrit est composé de 3 chapitres :

- **Le premier chapitre**, intitulé Revue de la littérature, présente un état de l'art consacré aux huiles et graisses végétales, en mettant en évidence leur importance sur les plans nutritionnel et industriel. Il aborde également les problèmes environnementaux posés par

les huiles de friture usagées ainsi que les différentes méthodes de leur valorisation. La dernière partie de ce chapitre est consacrée aux principes de la fabrication du savon par saponification.

- **Le deuxième chapitre**, Matériels et méthodes, décrit les équipements et les protocoles expérimentaux utilisés dans cette étude. Il expose les principales techniques mises en œuvre pour la production de savon à partir d'huiles végétales usagées, ainsi que les méthodes d'évaluation employées.
- **Le troisième chapitre**, Résultats et discussion, présente les principaux résultats issus des analyses réalisées. Chaque série de résultats est suivie d'une discussion détaillée permettant d'interpréter les observations et de les confronter aux données de la littérature scientifique.

Ce travail se termine par une conclusion générale récapitulant les principaux apports de l'étude. Cette section ouvre également sur des perspectives suggérant des pistes pour de futures recherches.

---

# *Chapitre I*

## *Revue de la littérature*

---

## **I.1. Introduction**

Les huiles végétales sont fondamentales dans divers aspects de la vie humaine, de leur rôle dans la nutrition et la préparation des aliments à leur utilisation étendue dans les applications industrielles. À l'échelle mondiale, la production de ces huiles ne cesse d'augmenter, tirée par des demandes diverses. Cependant, cette utilisation généralisée conduit également à la génération de quantités importantes d'huiles végétales usagées (HVV). Traditionnellement considérées comme des déchets, les HVV posent des défis environnementaux considérables si elles ne sont pas gérées correctement, notamment la pollution de l'eau et la contamination des sols. En réponse à ces préoccupations, et reconnaissant la précieuse ressource que représentent les HVV, un intérêt croissant pour des approches durables de leur valorisation a émergé. Cette revue de littérature vise à synthétiser les recherches existantes sur le potentiel des HVV en tant que matière première durable pour la production de savon. Nous commencerons par explorer le paysage mondial de la production d'huiles végétales et leur composition fondamentale. Par la suite, nous nous pencherons sur les spécificités des HVV, couvrant leurs sources de production, les réglementations actuelles, les impacts environnementaux, ainsi que leur composition caractéristique et leurs méthodes de prétraitement. Une partie importante de cette revue sera consacrée à la science de la production de savon, détaillant les matières premières impliquées, le processus de saponification, les différents types de savons et leurs techniques de fabrication. Nous examinerons également les caractéristiques physico-chimiques cruciales des graisses et des huiles et leur lien avec les propriétés du produit savonneux final. Enfin, cette revue consolidera la compréhension actuelle de l'utilisation des HVV pour la production de savon, en soulignant les avantages et les défis de cette solution durable prometteuse.

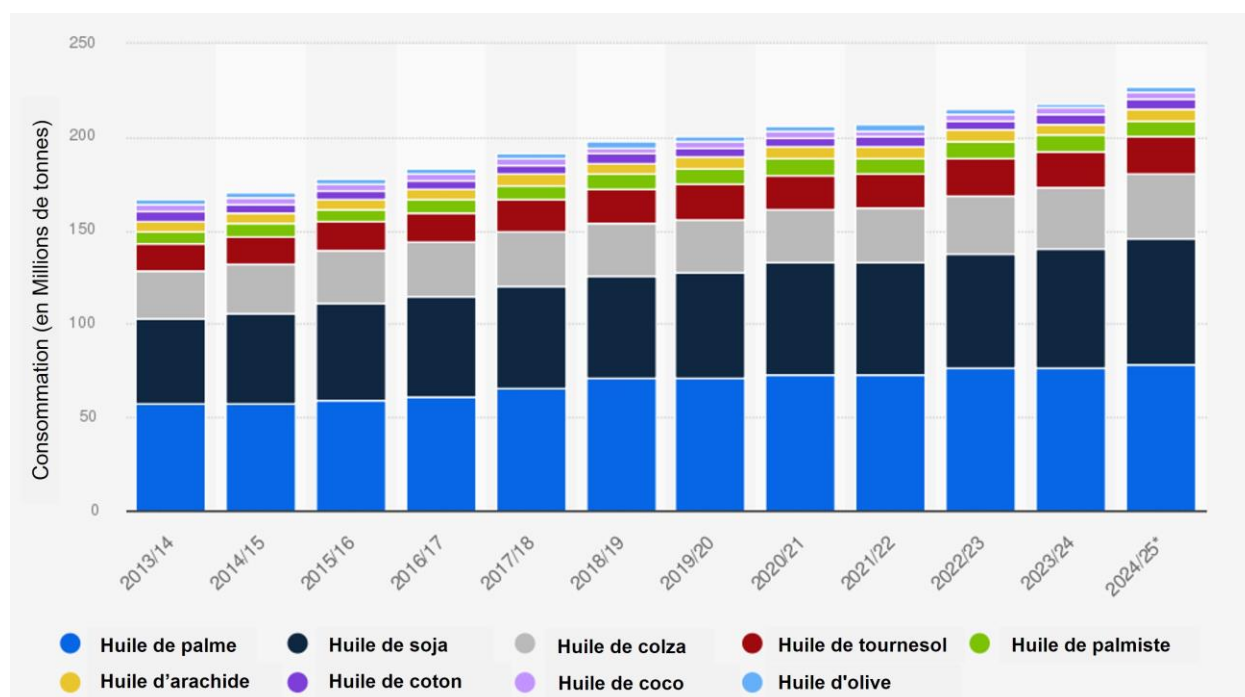
## **I.2. Huiles végétales**

Les huiles végétales représentent l'un des principaux produits extraits des plantes. Elles sont présentes dans les organites cellulaires des fruits ou des graines oléagineuses, appelés corps lipidiques. Selon la qualité de la matière première ou les caractéristiques de l'huile, ce produit peut être obtenu par des méthodes mécaniques telles que la pression à froid et la presse à expulser, ainsi que par des méthodes d'extraction par solvant qui incluent les extractions solide-liquide et l'extraction par fluide supercritique, entre autres [8].

Les huiles végétales sont des substances insolubles dans l'eau (hydrophobes) et appartiennent à la classe chimique des lipides. Ces derniers constituent le groupe le plus abondant

dans la nature, étant composés essentiellement d'un mélange de différents composés chimiques, dont les plus importants sont les acides gras et leurs dérivés [9].

Parmi leurs propriétés, les huiles végétales peuvent servir de véhicule pour les vitamines liposolubles et constituent une source d'énergie et d'acides gras essentiels, indispensables à l'organisme [10, 11]. De plus, les huiles sont également responsables de la palatabilité, du goût et de la texture de plusieurs produits alimentaires. Elles peuvent aussi se substituer aux graisses animales et être obtenues à partir de diverses espèces végétales. Cette variété fait des huiles des produits largement consommés et produits à travers le monde, devenant une composante importante de notre régime alimentaire, dont la diversité et la consommation dépendent de la disponibilité dans chaque pays ou région. La production mondiale des principales huiles est illustrée dans la Figure I.1, où les huiles de palme, de soja et de colza sont les plus produites.



**Figure I.1.** Consommation mondiale d'huiles végétales de 2013/14 à 2024/25 [12].

Dans ce contexte, les avantages de l'introduction des huiles dans l'alimentation ont été étudiés de manière approfondie. Plusieurs études ont rapporté que les huiles jouent un rôle important dans la prévention des maladies cardiovasculaires, l'amélioration de la fonction cérébrale et le maintien de niveaux de cholestérol sains [13-15]. D'autres travaux ont affirmé que les propriétés chimiques, physiques et physiologiques de certains composés présents dans les huiles les rendent adaptées à diverses applications alimentaires, pharmaceutiques et nutraceutiques [16]. À titre d'exemple, des niveaux significatifs de composés bioactifs tels que les tocophérols, les composés phénoliques, les phytostérols et les caroténoïdes peuvent contribuer à la prévention

des maladies cardiovasculaires. En particulier, les propriétés antioxydantes des tocophérols et des composés phénoliques dans les huiles sont liées à la protection des biomolécules contre l'action des radicaux libres [13, 17].

De plus, les huiles sont également reconnues comme une source importante d'acides gras essentiels, que l'organisme requiert pour ses fonctionnalités de base et qui doivent être apportés uniquement par ingestion [18]. La composition des huiles varie considérablement en termes de contribution des acides gras saturés, monoinsaturés et polyinsaturés, et particulièrement en ce qui concerne la teneur en acides gras oméga-6 et oméga-3 [13, 19].

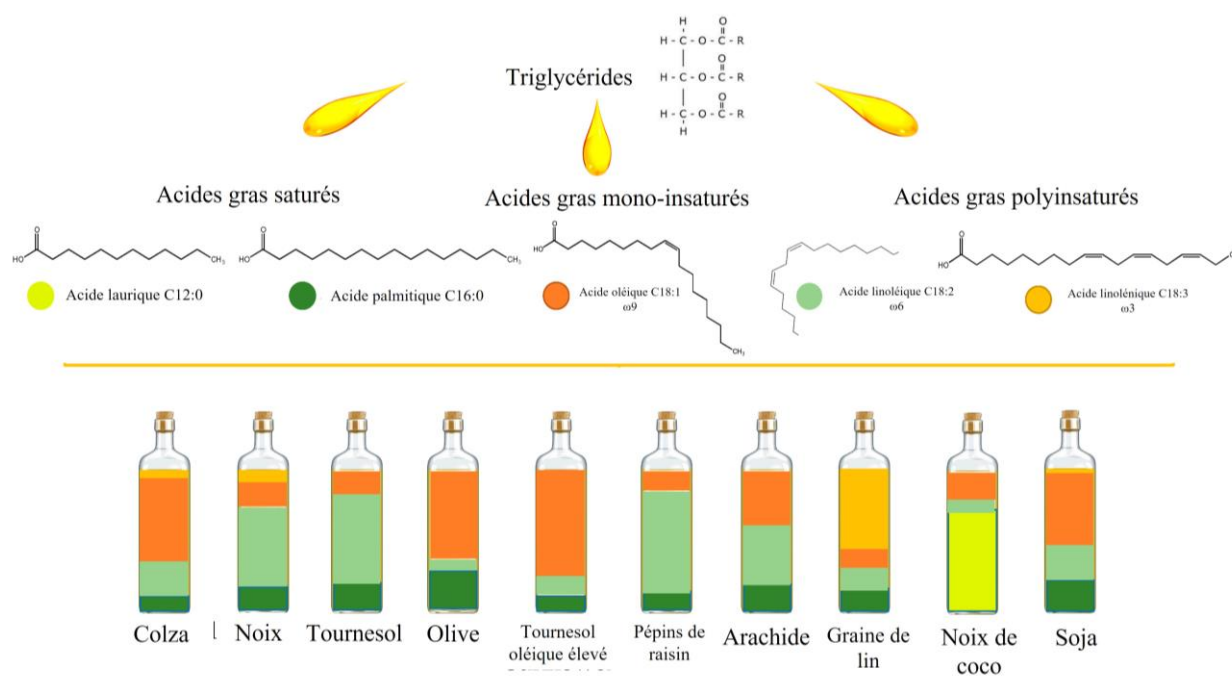
Afin d'optimiser l'utilisation des huiles végétales dans les applications à valeur ajoutée, il est essentiel d'étudier leur composition, leur fonctionnalité et leur stabilité. Ces facteurs jouent un rôle critique dans la détermination de la performance, de la qualité et de la durée de conservation des produits finaux dérivés de ces huiles.

### **I.2.1. Composition des huiles végétales**

#### **I.2.1.1. Composants majeurs des huiles végétales**

Les huiles végétales sont généralement produites à partir de graines ou de fruits de plantes (par exemple, le colza, le tournesol, l'olive, etc.), simplement par pression et/ou extraction par solvant. Elles sont considérées comme des systèmes non polaires et lipophiles dont la composition est très variable et complexe, selon leur origine, leur qualité et leurs méthodes de production. Les huiles végétales ont un point d'éclair relativement élevé, un pouvoir solvant sélectif et un prix attractif [20].

Les triglycérides (Figure I.2), qui sont composés de trois molécules d'acides gras estérifiées à une molécule de glycérol, constituent les principaux éléments constitutifs des huiles végétales (95 à 98 %). Les caractéristiques des triglycérides sont déterminées par les types, les proportions et les positions des acides gras sur le squelette glycérol. La composition en acides gras des triglycérides dans les huiles végétales varie en fonction des variétés, des cultures et des conditions agronomiques et climatiques. Typiquement, les atomes de carbone à nombre pair dominent la longueur des chaînes d'acides gras dans les huiles végétales en raison de leurs voies de biosynthèse. Selon leur degré de saturation, les acides gras peuvent être généralement classés en acides gras saturés, mono-insaturés et polyinsaturés, qui peuvent avoir différentes configurations, entraînant des propriétés physiques et chimiques distinctes [20].



**Figure I.2.** Principaux composants des différentes huiles végétales [20].

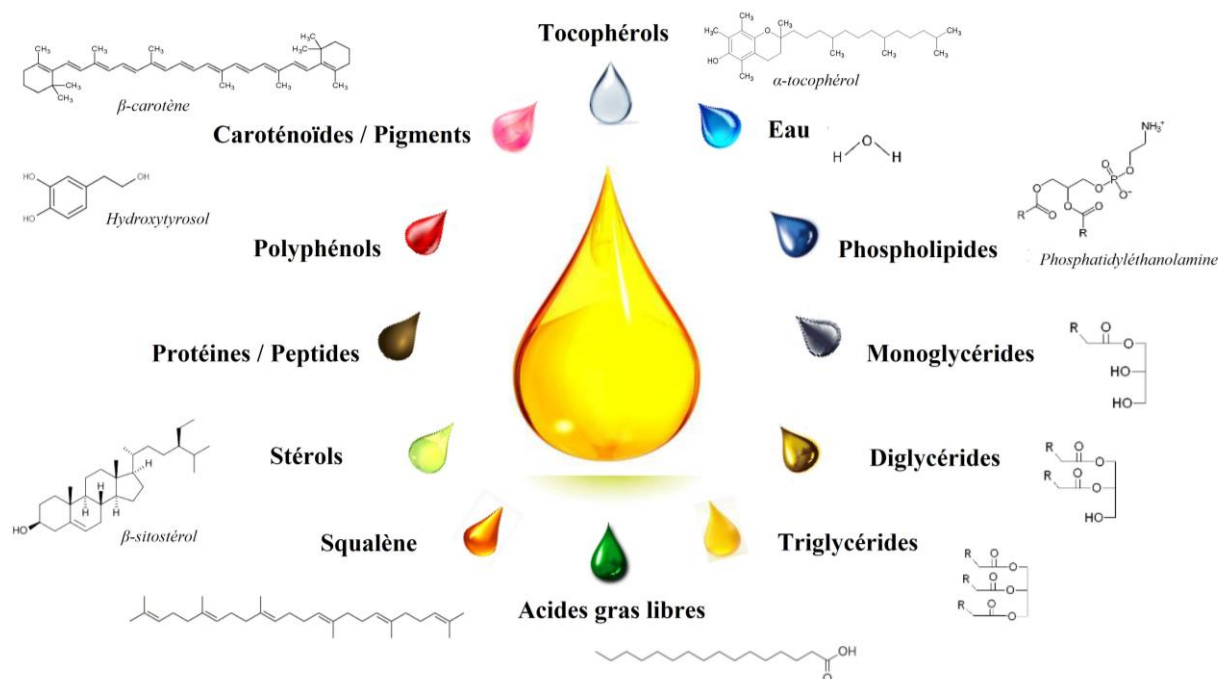
### I.2.1.2. Composants Mineurs des Huiles Végétales

En plus des triglycérides, la présence de composants mineurs (moins de 5 %) dans les huiles végétales (Figure I.3) ne peut être ignorée en raison de leurs propriétés biologiques et de leurs valeurs nutritionnelles intéressantes pour les industries pharmaceutiques et nutraceutiques, particulièrement dans les huiles vierges [21,22].

Ces composants peuvent être divisés en deux types :

- **Les glycérolipides**, tels que les mono- et diglycérides, et les phospholipides.
- **Les non-glycérolipides**, incluant les stérols, les tocophérols/tocotriénols, les acides gras libres, les vitamines, les pigments, les protéines, les composés phénoliques, l'eau, etc. [23,24].

Bien que certains composants mineurs indésirables doivent être éliminés par la plupart des consommateurs et des fabricants de produits alimentaires lors des processus de raffinage, il n'existe pas de processus complètement efficace et sélectif. Cela donne lieu à la formation de structures colloïdales conséquentes, dues aux composants mineurs résiduels dans les huiles [25].



**Figure I.3.** Composants mineurs dans les huiles végétales [20].

### ✓ Mono- et Di-glycérides

Les glycérides partielles, c'est-à-dire les mono- et diglycérides, sont des mono- ou diesters de glycérol avec des acides gras (Figure I.3), bien connus pour leurs propriétés émulsifiantes. Ce sont des additifs alimentaires autorisés (E471) que l'on peut obtenir par hydrolyse partielle des triglycérides lors de l'extraction des huiles végétales. Ils sont naturellement présents dans les huiles vierges en raison de l'action des lipases endogènes dans les fruits ou les graines oléagineuses.

L'hydrolyse enzymatique conduit à la formation de glycérides partiels et d'acides gras libres, les glycérides partiels représentant 1 à 6 % en poids selon les types d'huiles. Par exemple, la concentration de diglycérides varie de 1 à 2,8 % dans l'huile d'olive vierge, tandis que les monoglycérides sont présents à des niveaux beaucoup plus faibles (moins de 0,25 %) [27]. La teneur en diglycérides dans les huiles d'olive et de palme est plus élevée que dans les huiles vierges. De plus, les étapes de neutralisation et de lavage dans les processus de raffinage de l'huile ne peuvent pas éliminer les glycérides partiels sous leurs formes raffinées.

Les mono- et diglycérides sont des molécules amphiphiles en raison de la présence d'hydroxyle libres, ce qui leur confère une certaine hydrophilie avec une balance hydrophile-lipophile (HLB) d'environ 3,4 à 3,8 et 2 à 5, respectivement [27,28].

### ✓ **Phospholipides**

Les phospholipides sont considérés comme des lipides polaires présents dans les membranes des cellules végétales. Ils sont co-extraits avec les triglycérides neutres lors du pressage ou des extractions par solvant des graines et des huiles vierges de déchets, notamment en utilisant de l'hexane. Les principales sources végétales sont le soja, le colza et le tournesol. La plupart des phospholipides sont éliminés lors de l'étape de dégommage du processus de raffinage de l'huile afin d'éviter la formation de mousse ou le brunissement pendant les opérations de transformation technologique destinées aux huiles alimentaires. Les phospholipides se composent d'un squelette de glycérol, de deux acides gras et d'un groupe phosphate polaire associé à un aminoalcool (choline, éthanolamine, sérine) ou à un sucre (inositol), comme illustré à la Figure I.3. Les lécithines (phosphatidylcholine) sont des additifs alimentaires autorisés (E322) avec de larges applications, particulièrement dans l'industrie de la boulangerie. Cette caractéristique est due à leur effet tensioactif significatif ( $HLB \approx 2-8$ ) [27, 29]. De plus, des structures lamellaires difficiles à caractériser peuvent se former en présence de phospholipides et d'autres composés tensioactifs comme les stérols.

### ✓ **Acides Gras Libres**

Les acides gras libres (AGL) sont générés par l'hydrolyse des triglycérides ou des phospholipides. Ils sont généralement éliminés lors des processus de désodorisation et de raffinage physique en raison de leur impact sur la formation de mousse et le point de fumée des huiles. Normalement, les huiles végétales ou graisses vierges et raffinées ont des teneurs en acides gras libres inférieures à 5 % et 0,1 % respectivement. Cependant, leurs teneurs sont plus élevées lorsque les huiles présentent des pourcentages élevés de mono- et diglycérides. Les acides gras libres, avec une faible valeur HLB d'environ 1,0, peuvent faciliter la formation de micelles inverses afin de stabiliser les émulsions eau-dans-huile. La plupart des acides gras d'origine naturelle possèdent une chaîne alkyle comprenant entre 4 (C4) et 22 (C22) atomes de carbone. Les acides gras insaturés les plus courants sont le C16 et le C18. Les acides gras à chaîne courte ou moyenne sont normalement reconnus en dessous de ces longueurs, tandis que les chaînes d'acides gras de plus de 18 carbones sont souvent considérées comme des acides gras à longue chaîne [30].

### ✓ **Stérols**

Outre la très faible teneur en cholestérol dans les huiles végétales, les stérols végétaux, appelés phytostérols, ne sont pas seulement des composés mineurs importants dotés d'activités biologiques considérables [31,32], mais aussi les composés prédominants dans la fraction insaponifiable des

huiles végétales. En général, le  $\beta$ -sitostérol est le phytostérol le plus abondant dans les huiles végétales, accompagné de quantités variables d'autres stérols (par exemple, le stigmastérol, le campestérol, le  $\Delta^5$ -avénastérol, le brassicastérol, etc.) selon le type d'huile [33]. Les phytostérols sont affectés par plusieurs processus de raffinage de l'huile, la désodorisation pouvant réduire significativement la teneur totale en stérols en raison des distillations et des estérifications des stérols libres [22]. Étant donné que les phytostérols sont plutôt hydrophobes et peu solubles dans les graisses, ils sont généralement estérifiés pour les rendre liposolubles et faciliter leur manipulation dans les industries alimentaires [34].

#### ✓ Tocophérols et Tocotriénols

Les tocophérols et les tocotriénols sont des composés bien connus de la vitamine E, essentiels pour améliorer la stabilité oxydative des huiles végétales en raison de leurs puissants effets inhibiteurs contre l'oxydation lipidique [35,36]. Naturellement, les tocophérols se présentent sous forme d'alcools libres, tandis que les tocotriénols sont sous formes estérifiées [37]. Il existe quatre types courants de tocophérols et de tocotriénols ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$ ), dont le nombre et la position des groupes méthyle sur les squelettes de chromanol sont différents. La teneur en tocophérols et tocotriénols varie selon le type d'huile, ce qui peut également être influencé par leur élimination involontaire lors du raffinage de l'huile, notamment lors de la désodorisation [38,39].

#### ✓ Eau

Une teneur en eau inférieure à 0,05 % est généralement contrôlée dans les huiles végétales commerciales. Cette teneur peut toutefois varier pendant les périodes de conservation après ouverture, en raison de l'absorption ou de la perte d'humidité selon l'environnement de stockage [40]. Puisque l'eau est reconnue pour son immiscibilité avec les huiles, elle peut potentiellement créer des interfaces huile-eau au sein des huiles végétales. C'est là que des composés tensioactifs endogènes ou exogènes à faible valeur HLB migrent et se concentrent préférentiellement pour former et stabiliser des colloïdes d'association tels que les micelles inverses et les structures lamellaires [41]. Ces structures, énergétiquement préférentielles, permettent la coexistence de composés à la fois hydrophiles et lipophiles, ce qui pourrait inspirer une nouvelle solution pour l'extraction de composés hydrosolubles dans les huiles végétales.

#### ✓ Autres Composants Mineurs

Une vaste gamme de composés phénoliques a été rapportée à des niveaux variés dans les huiles végétales (particulièrement dans les huiles d'olive), en fonction du type d'huile, de la maturité, du stockage et des conditions de traitement [42]. Ces composés polaires, possédant une activité de

piégeage des radicaux libres, sont importants pour la stabilité oxydative des acides gras polyinsaturés dans les huiles végétales. Ils ont tendance à se localiser dans la région polaire des colloïdes d'association. Le squalène est un hydrocarbure triterpénoïde de trente carbones, présent à très faible teneur dans les huiles végétales [43]. Il peut être utilisé dans les aliments sains et sa forme hydrogénée peut être appliquée comme agent hydratant en cosmétique. Les pigments tels que les caroténoïdes, présents dans la plupart des huiles vierges, apparaissent comme un système conjugué avec des doubles liaisons alternées dans une longue chaîne de quarante carbones. Ils peuvent être classés en caroténoïdes non polaires (par exemple,  $\alpha$ - ou  $\beta$ -carotène et lycopène) et en caroténoïdes plus polaires possédant de l'oxygène à une ou aux deux extrémités. Les chlorophylles masquent généralement la couleur des caroténoïdes dans les huiles vierges fraîchement pressées, dont les teneurs variables sont déterminées par la maturité de la graine oléagineuse et la méthode d'extraction de l'huile. De plus, la présence de protéines et peptides a également été étudiée comme composants mineurs dans les huiles vierges, ce qui a suscité des préoccupations croissantes concernant la stabilité et l'allergénicité des huiles [44,45]. Par ailleurs, des traces d'autres composants tels que les métaux, les hydrocarbures et les produits d'oxydation lipidique amphiphiles sont délétères pour la qualité de l'huile et doivent donc être réduites au minimum [33].

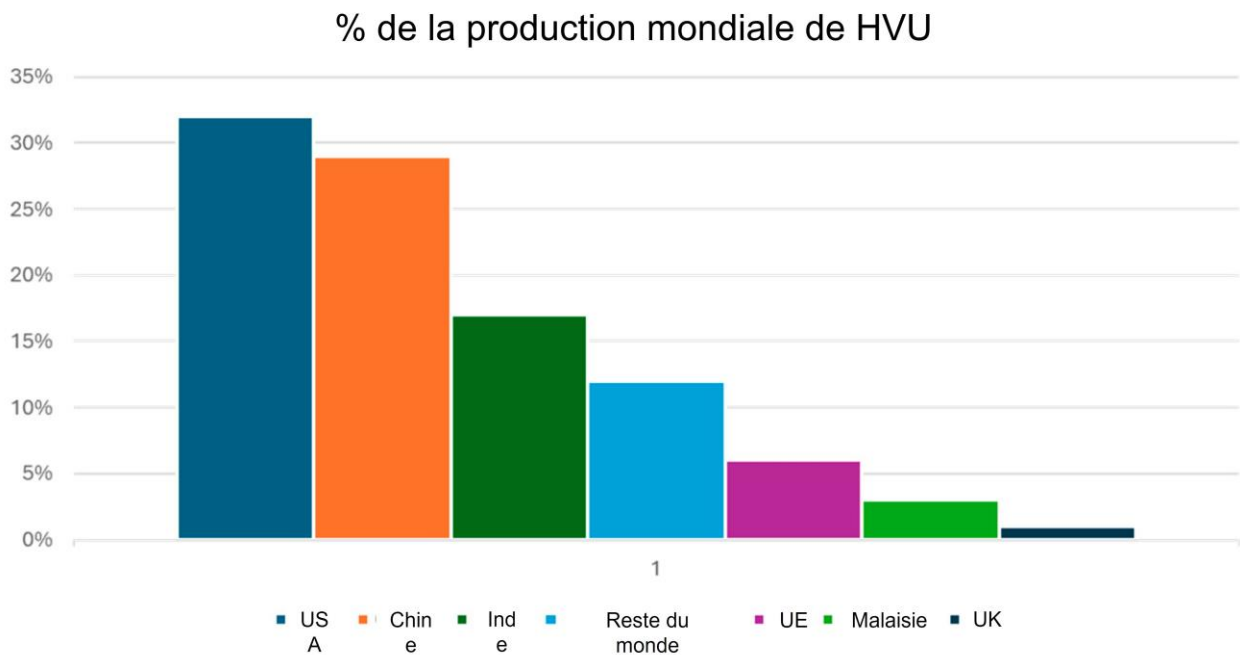
### **I.3. Huiles végétales usagées**

#### **I.3.1. Production et gestion des Huiles végétales usagées (HCU)**

Bien qu'une information exhaustive soit disponible sur la production mondiale d'huiles végétales (HV), l'obtention de données précises sur le volume d'huiles de cuisson usagées (HCU) générées et disponibles pour le recyclage reste un défi. Selon Teixeira et al., environ 320 kg d'HCU sont générés pour chaque tonne d'huile utilisée en cuisine, avec des taux de récupération variant de 23 % à 75 % selon la région [46]. De manière alarmante, l'analyse de Teixeira a révélé que plus de 85 % des 23 régions étudiées ne disposaient pas de réglementations spécifiques pour la gestion des HCU. Zhao et al. ont corroboré ces conclusions dans une étude plus récente, soulignant que les progrès dans l'adoption de pratiques de gestion durable des HCU ont stagné, l'élimination inappropriée dans l'environnement restant l'alternative prédominante [47].

Aux États-Unis, les données de l'Environmental Protection Agency indiquent que les restaurants produisent annuellement environ 11,4 millions de tonnes (Mt) d'HCU, mais seule une fraction est gérée de manière responsable [46]. La production totale d'HCU aux États-Unis est estimée à environ 15 Mt [46]. Même dans l'Union Européenne, considérée comme progressiste en matière

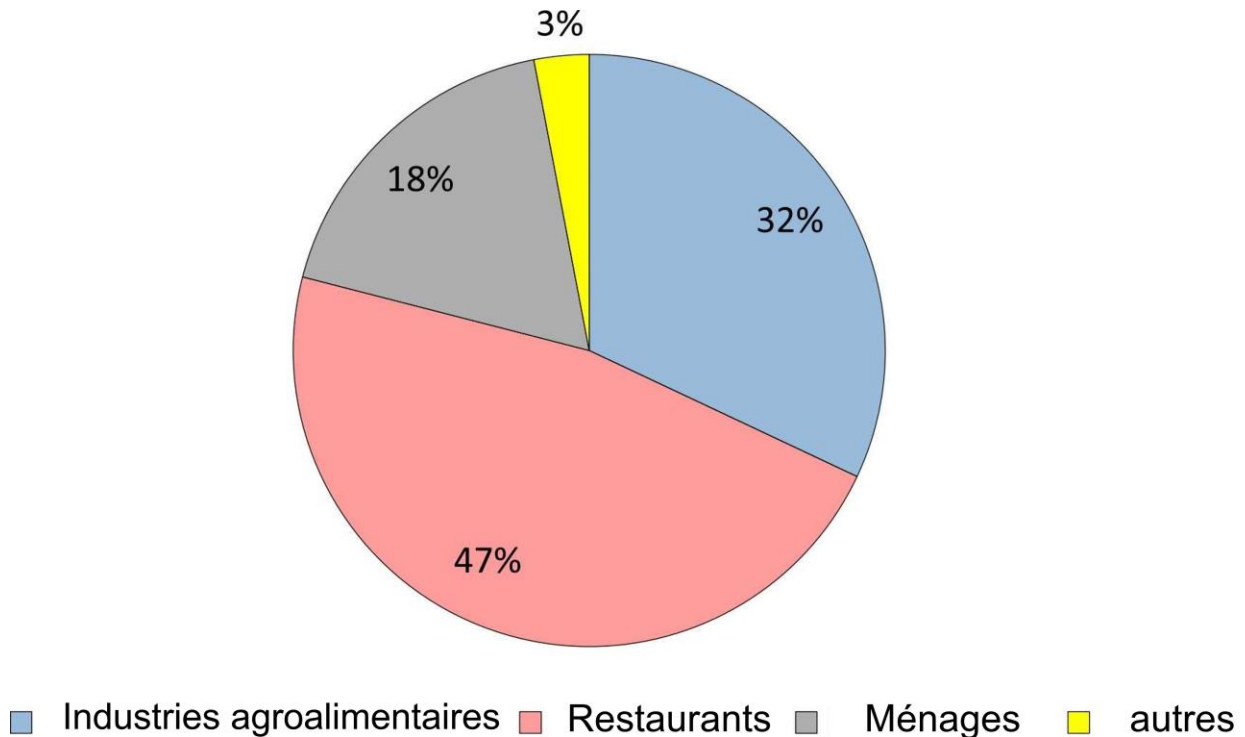
de gestion des déchets, des lacunes importantes persistent. Les estimations suggèrent que la production par habitant d'HCU est de 8 L par an, ce qui représente environ 4 Mt annuellement pour une population de 500 millions d'habitants. Ce montant est quatre fois supérieur au volume actuellement collecté [46]. En considérant la consommation annuelle d'huiles végétales de l'UE (24 Mt) et l'estimation de Teixeira selon laquelle 32 % sont jetés, la production annuelle d'HCU pourrait être encore plus élevée, atteignant potentiellement 7,7 Mt [46]. Ces divergences concordent avec la disparité mondiale entre la consommation d'huiles végétales (220 Mt) et les quelque 50 Mt d'HCU collectées dans le monde [46], comme le montre la Figure I.4.



**Figure I.4.** Distribution géographique de la production mondiale d'HCU [46].

### I.3.2. Sources de Génération des HCU

Généralement, les huiles de cuisson usagées (HCU) sont collectées auprès des industries de transformation alimentaire, des restaurants et des ménages, dont les parts en pourcentage sont illustrées à la Figure I.5. Les restaurants et les industries alimentaires contribuent collectivement à environ 80 % de cette production. Ceci s'explique par les changements de mode de vie dans de nombreuses régions du monde, favorisant les produits alimentaires transformés, ce qui a également stimulé la demande en huiles et graisses. Par exemple, en 2016, par rapport au début des années 1990, la consommation d'huiles et de graisses comestibles avait augmenté de plus de deux fois et demie [48]. Évidemment, suite à l'augmentation de la consommation d'huiles comestibles, la production d'HCU a également augmenté, accentuant les menaces posées par l'élimination des HCU.



**Figure I.5.** Part des HCU générées par les différentes sources [49].

### I.3.3. Réglementations et Restrictions Affectant les HCU

Le cadre réglementaire des Huiles de Cuisson Usagées (HCU) a considérablement évolué, notamment au sein de l'Union Européenne (UE) et aux États-Unis, dans le but de réduire les risques environnementaux, de promouvoir la durabilité et de s'aligner sur les objectifs plus larges de l'économie circulaire.

Dans l'UE, la réglementation des huiles usagées a débuté avec la Directive 75/439/CEE, qui a initié les politiques de collecte, de recyclage et d'atténuation des dangers des huiles usagées. Au cours de la dernière décennie, ce cadre a été renforcé par de nombreuses mises à jour législatives concernant la classification, le stockage et le traitement des HCU. Un développement essentiel a été la Décision 2014/955/UE de la Commission, qui a modifié la Directive 2008/98/CE et la Décision 2000/532/CE afin de fournir un système de classification des déchets harmonisé et dynamique. Selon ce système, les types de déchets sont encodés via le Catalogue Européen des Déchets (CED), où les HCU peuvent porter différents codes (par exemple, 200125 pour les huiles comestibles provenant des déchets municipaux, 190809 pour les mélanges d'eaux usées et 0203 pour les résidus du secteur agroalimentaire), reflétant leur origine et leur composition [49].

Il est crucial de noter que l'inclusion dans le CED ne détermine pas définitivement le statut d'un matériau en tant que déchet ; celui-ci est régi par la définition des déchets de la Directive

75/442/CEE, Article 1(a). Bien que les HCU labellisées sous le code CED 200125 ne soient pas intrinsèquement dangereuses pour la santé humaine, une élimination inappropriée les rend environnementalement néfastes. Pour y remédier, la Directive 2008/98/CE impose aux États membres de l'UE d'adopter des plans de gestion des déchets structurés, mettant l'accent sur la prévention, le réemploi et la valorisation [49].

Cependant, des approches internationales disparates et des inégalités d'infrastructures – mises en évidence par une mise en œuvre incomplète en 2018 – ont entravé une stratégie européenne cohérente. Cela a conduit à l'adoption de la Directive 2018/851, modifiant la Directive 2008/98/CE, afin d'améliorer l'efficacité des ressources en matière de déchets, de limiter la surcapacité de traitement des déchets résiduels et de soutenir la transition de l'UE vers une économie circulaire et la neutralité carbone d'ici 2050. Un cadre juridique harmonisé est ainsi jugé essentiel pour opérationnaliser des systèmes quasi-zéro déchet au sein de l'UE [49].

Parallèlement, le système réglementaire des États-Unis pour les HCU, en particulier les huiles animales et végétales, a évolué grâce à la règle du Plan d'Intervention des Installations (FRP) (40 CFR 112.20-21). En 1997, l'Environmental Protection Agency (EPA) a rejeté une proposition visant à assouplir les normes d'intervention en cas de déversement pour les huiles végétales et animales. En réponse, la révision du FRP de 2000 a introduit des exigences spécifiques d'évaluation des risques et de planification des déversements pour ces substances, les distinguant des huiles de pétrole en vertu de l'Edible Oil Regulatory Reform Act [49].

La règle révisée a établi des méthodologies adaptées pour le calcul des volumes de déversement dans le pire des cas et a exigé des plans d'intervention sectoriels. En outre, la règle SPCC de 2002 (40 CFR Partie 112) a été divisée en sous-parties traitant des dispositions générales, des huiles de pétrole et non-pétrolières, et spécifiquement des huiles animales et végétales (Sous-partie C), y compris celles d'origine marine ou végétale. Les règles mises à jour ont reconnu l'impact écologique des déversements d'huile sur les sols et ont souligné l'importance d'adopter des stratégies circulaires et d'upcycling [49].

Un jalon législatif crucial de l'UE est les critères de « Statut de Fin de Vie du Déchet » en vertu de la Directive 2008/98/CE, qui permet la reclassification des déchets en tant que ressource si des critères spécifiques sont remplis : utilité prouvée, demande du marché existante, conformité aux normes techniques/de produit, et absence d'effets néfastes sur l'environnement ou la santé. Les définitions de « valorisation » et de « recyclage » soutiennent davantage cette transition,

différenciant la réutilisation matérielle de la production d'énergie ou des opérations d'enfouissement [49].

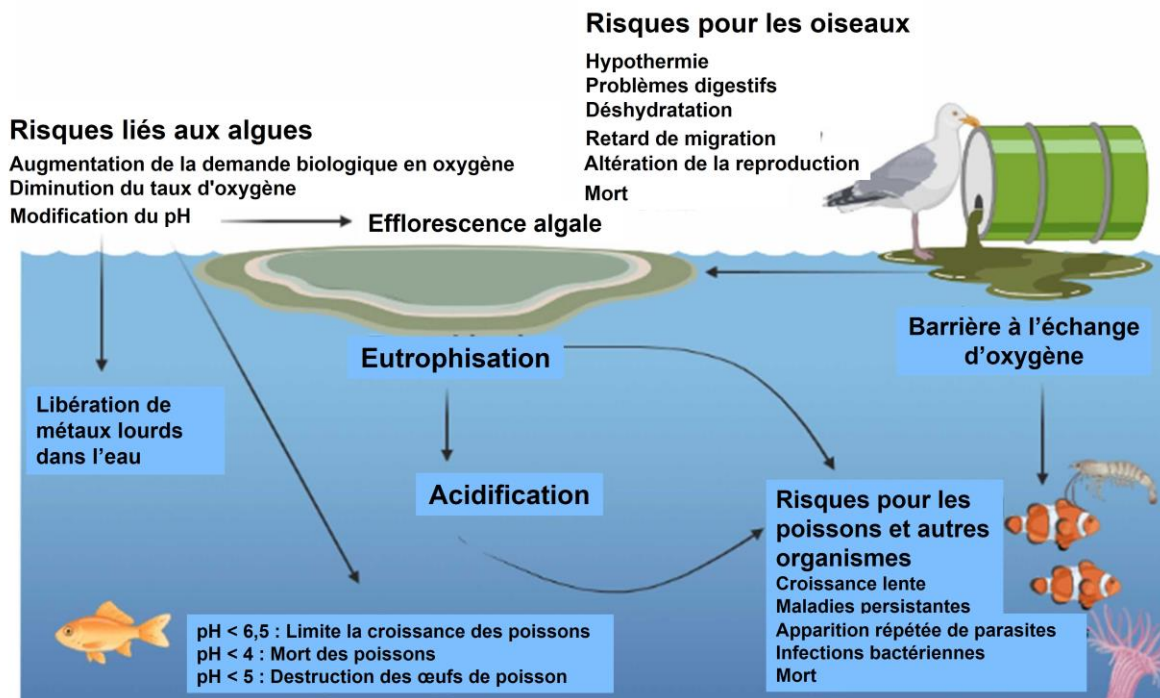
Ensemble, ces cadres dans l'UE et aux États-Unis reflètent une emphase internationale croissante sur la gestion globale des déchets, la durabilité et l'alignement réglementaire avec les principes de l'économie circulaire.

### **I.3.4. Impacts Environnementaux des HCU**

Les impacts environnementaux découlant de l'élimination inadéquate des Huiles de Cuisson Usagées (HCU) sont nombreux et proviennent de leur rejet accidentel ou délibéré, entraînant des altérations environnementales et biologiques. Les impacts environnementaux les plus importants des HCU se produisent lorsqu'elles sont déversées dans des plans d'eau ou qu'elles y pénètrent indirectement après avoir été déversées dans les systèmes d'égouts [50].

Les HCU sont immiscibles avec l'eau et génèrent un film mince, réduisant l'oxygénation, limitant la filtration de la lumière et affectant la vie des plantes aquatiques et des êtres vivants. On estime que 1 kg d'huile végétale usagée peut se répartir uniformément pour couvrir une superficie de 1000 m<sup>2</sup>. De même, les HCU ont tendance à former un film hydrophobe autour des particules terrestres et des racines des plantes, créant une barrière à l'eau et, par conséquent, empêchant l'absorption des nutriments. De plus, les HCU qui pénètrent le sol peuvent atteindre les puits d'eau potable, qui deviennent alors impropres à la consommation humaine. Pour cette raison, il est essentiel de prendre les précautions appropriées pour protéger les eaux souterraines et les puits, mais aussi les eaux de surface qui peuvent être en contact avec les réservoirs d'eau plus profonds. De plus, comme les huiles synthétiques et les produits d'origine fossile, les HCU peuvent recouvrir les surfaces des organismes vivants (par exemple, les oiseaux et les animaux aquatiques), formant un film isolant qui diminue leur capacité à respirer, à échanger de la chaleur et, dans certains cas, à se déplacer (Figure I.6).

Les grands risques associés à l'élimination inappropriée de ces substances ont conduit au développement de différentes réglementations, à la création de Consortiums dédiés à la collecte des HCU, même si ces derniers ne sont actuellement obligatoires que pour les activités industrielles, tandis que la gestion des HCU produites par les citoyens, définies comme des « déchets urbains », est à la charge des municipalités [50].

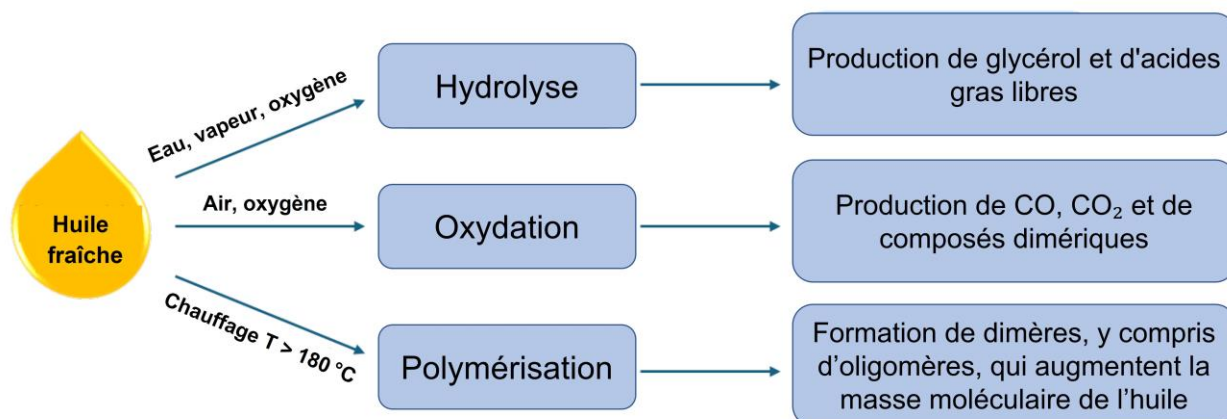


**Figure I.6.** Impacts des HCU sur les Écosystèmes Aquatiques [50].

### I.3.5. Composition et Prétraitements des HCU

En général, les huiles de cuisson usagées (HCU) sont principalement composées à 95 % de triglycérides dont les chaînes aliphatiques varient de 16 à 18 atomes de carbone. Elles proviennent d'huiles de palme, de soja, de colza, de tournesol, d'arachide, de coton, de noix de coco, d'olive et de maïs (Figure 1.7).

Les HCU sont majoritairement produites lors de la friture d'aliments à des températures comprises entre 150 °C et 200 °C, et ne peuvent être réutilisées pour la transformation alimentaire. En effet, pendant leur utilisation, les huiles végétales subissent trois principales réactions chimiques : l'hydrolyse, l'oxydation et la polymérisation, qui altèrent leurs caractéristiques physico-chimiques (Figure I.7). L'hydrolyse se produit en présence de l'humidité des aliments, entraînant la formation de glycérol et d'acides gras libres (AGL), ce qui provoque des changements de couleur et la production de fumée. Les réactions d'oxydation se produisent naturellement lorsque les doubles liaisons de l'huile végétale interagissent avec l'oxygène atmosphérique, conduisant à la formation d'hydroperoxydes hautement réactifs. De plus, des réactions de polymérisation ont lieu entre les groupes acyles gras insaturés, formant des triglycérides dimères ou oligomères. En outre, le craquage thermique des acides gras insaturés, suivi d'une oxydation à haute température, peut également favoriser les réactions de polymérisation, formant une variété de composés toxiques tels que les hétérocycliques [50].



**Figure I.7.** Réactions chimiques de l'huile fraîche lors de la friture à haute température [50].

Les Huiles de Cuisson Usagées (HCU) varient en couleur, viscosité, densité, pH, point d'éclair, nombre de liaisons insaturées, composition chimique et en composants toxiques, en raison de leur dégradation chimique. Les données rapportées dans la littérature mettent clairement en évidence des changements au niveau du pH (de 5,34 à 7,38), de la viscosité cinématique (de 28,744 mm<sup>2</sup>/s à 68,568 mm<sup>2</sup>/s) et du poids moléculaire des HCU produites à partir de différentes huiles végétales et dans diverses conditions de cuisson (Tableau I.1). Pour cette raison, de nombreux procédés de prétraitement des HCU avant leur recyclage, tels que la filtration, l'extraction et la distillation pour éliminer l'eau et les impuretés, ont été décrits dans la littérature [50].

**Tableau I.1.** Caractéristiques physico-chimiques des huiles végétales et des HVU dérivées [50].

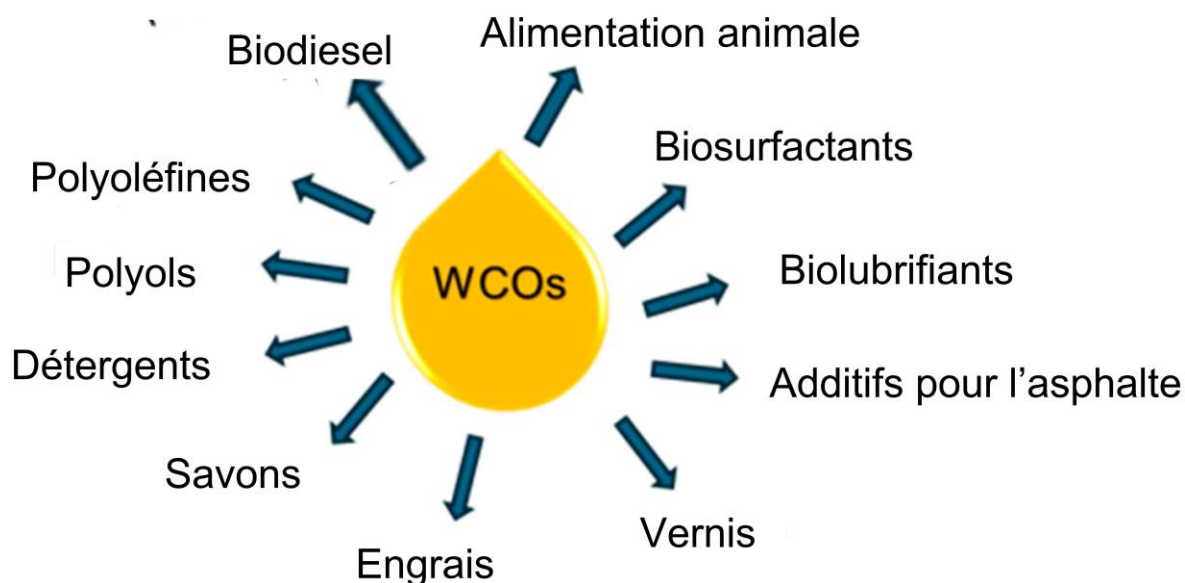
| Composant                                          | Huile de tournesol | Huile de tournesol usagée (HVU) | Huile de colza | Huile de colza (HVU) | Huile de palme | Huile de palme (HVU) |
|----------------------------------------------------|--------------------|---------------------------------|----------------|----------------------|----------------|----------------------|
| Acides gras saturés                                | 71.5               | 32.0                            | -              | -                    | -              | 80.0–93.0            |
| Acides gras monoinsaturés                          | -                  | 62.0                            | -              | -                    | -              | 20.0–7.0             |
| Acides gras polyinsaturés                          | 28.5               | 6.0                             | -              | -                    | -              | -                    |
| Indice d'acidité (mg KOH/g d'huile)                | 0.30               | 2.29                            | 0.06           | 1.06                 | -              | 0.66–1.13            |
| pH                                                 | 7.38               | 5.34                            | -              | -                    | 6.34           | 5.73–6.19            |
| Densité à 20 °C (kg/m <sup>3</sup> )               | 919.21             | 920.40                          | 918.00         | 929.00               | 919.48         | 923.2–913.4          |
| Viscosité cinématique à 40 °C (mm <sup>2</sup> /s) | 28.744             | 31.381                          | 63.286         | 68.568               | 27.962         | 44.254–38.407        |
| Masse moléculaire (g/mol)                          | 670.82             | 51.94                           | 869.16         | 871.01               | 535.08         | 135.66–586.05        |

### I.3.6. Applications Potentielles

L'huile de cuisson usagée (HCU), un sous-produit des activités culinaires quotidiennes dans les foyers et les entreprises, est une ressource précieuse souvent négligée. Grâce à sa composition chimique avantageuse, l'HCU suscite un intérêt croissant en tant que matériau durable pour la création de divers produits biosourcés et de sources d'énergie alternatives. La valorisation des HCU réduit considérablement les émissions de gaz à effet de serre (GES) et diminue les dommages environnementaux causés par une élimination inappropriée. Cela est particulièrement vrai pour les écosystèmes aquatiques, qui souffrent grandement lorsque les HCU sont déversées dans les plans d'eau. En recyclant et en traitant systématiquement les HCU, nous pouvons les détourner de la chaîne alimentaire et les convertir en matériaux industriels à haute valeur ajoutée. Les applications clés des HCU incluent la production de biodiesel, de lubrifiants, de mousses de polyuréthane, de solvants verts, de biohydrogène (Figure I.8), d'additifs pour béton de ciment, d'énergie électrique

et de savon. Parmi celles-ci, la fabrication de savon se distingue comme une voie prometteuse et accessible pour la valorisation des HCU, offrant des avantages à la fois environnementaux et économiques [51].

Compte tenu de ce potentiel, les sections à venir se concentreront spécifiquement sur la production de savon à partir des HCU, en examinant sa faisabilité, ses aspects de sécurité et ses possibilités industrielles.



**Figure I.8.** Principales utilisations des HCU dans le monde [46].

#### **I.4. Production du savon**

Les savons destinés au nettoyage sont fabriqués en traitant des huiles et graisses végétales ou animales avec une solution fortement alcaline. Ils sont constitués de sels de sodium ou de potassium d'acides gras et sont obtenus par la réaction d'huiles ou de graisses courantes avec une solution alcaline forte, un processus connu sous le nom de saponification. Le savon appartient à la famille des détergents, substances qui améliorent les propriétés nettoyantes de l'eau.

Lors de la saponification, les graisses sont d'abord hydrolysées en acides gras libres, qui se combinent ensuite avec l'alcali pour former le savon brut. Le glycérol (glycérine) est libéré et peut soit être laissé dans le produit, soit être extrait et récupéré comme sous-produit utile, en fonction du processus employé [52].

Les graisses et les huiles sont composées de triglycérides ; trois molécules d'acides gras sont attachées à une seule molécule de glycérol. Les acides gras tels que l'acide stéarique, l'acide palmitique, l'acide myristique, l'acide laurique et l'acide oléique contribuent aux propriétés

moissantes et lavantes des savons. Les graisses sont des esters solides d'acides gras et de glycérine, tandis que les huiles sont des esters liquides de glycérol et d'acides gras à température ambiante.

Pendant la réaction de saponification des glycérides avec des alcalis, l'hydroxyde de sodium (NaOH) est utilisé pour les savons solides ou en barre, et l'hydroxyde de potassium (KOH) pour les savons mous. Ces savons sont caractéristiquement différents de ceux fabriqués à partir de métaux divalents comme le calcium, le magnésium, le fer ou l'aluminium, qui ne sont pas solubles dans l'eau.

L'huile de coco est une source d'acide laurique (12 carbones), qui peut être transformé en laurate de sodium. Ce savon est très soluble et moussera facilement même dans l'eau de mer. Les acides gras de 10 carbones ou moins ne sont généralement pas utilisés dans les savons car ils irritent la peau et ont des odeurs désagréables.

Pendant des siècles, le savon a été la seule substance nettoyante disponible. La rareté de certaines matières premières le rendait très cher, et seules les personnes aisées pouvaient se le permettre. Il est devenu abordable pour d'autres après que la fabrication du carbonate de sodium est devenue plus accessible pour la production de savon. À la fin du XIX<sup>e</sup> siècle, la première lessive en poudre a été fabriquée en utilisant du silicate de sodium comme liant. Bien que l'utilisation de carbonate de sodium ou de potassium conduise respectivement à un savon dur ou mou, la nature chimique de la partie lipophile du savon joue le rôle le plus important dans la détermination de la performance du produit fini [53].

#### **I.4.1. Matières Premières Utilisées dans la Fabrication du Savon**

Certaines des matières premières utilisées dans la fabrication du savon sont :

##### **I.4.1.1. Graisses et Huiles**

Les graisses et huiles utilisées dans la fabrication du savon proviennent, sans exception, d'origines végétales et animales. Ces graisses et huiles contiennent comme composant principal une substance appelée triglycéride, qui, lorsqu'elle réagit avec des sels alcalins, forme du savon. Les graisses et huiles couramment employées dans la fabrication de savon sont le suif, l'huile de coco, l'huile de palme et l'huile de palmiste. Le Tableau I.2 énumère les huiles et graisses qui ont été utilisées dans la fabrication de savon par le passé.

**Tableau 1.2.** Liste des huiles et graisses couramment utilisées dans la fabrication du savon [54].

| Huile/Gras                 | Source                      | Type d'acide gras                                                   | Avantage dans le savon                                                                                                                                |
|----------------------------|-----------------------------|---------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Huile d'amande douce       | Noix de l'amandier doux     | Acide oléique                                                       | Apporte un effet nourrissant supplémentaire à la peau                                                                                                 |
| Huile de noyau d'abricot   | Noyau d'abricot             | Acide oléique et acide linoléique                                   | Convient bien aux peaux sensibles                                                                                                                     |
| Huile d'avocat             | Noyau d'avocat              | Acides palmitique, stéarique, oléique et linoléique                 | Émolliente dans les savons. Possède un effet réparateur et hydratant sur la peau. Recommandée pour les peaux sèches.                                  |
| Beurre d'avocat            | Huile d'avocat hydrogénée   | Acides palmitique, stéarique, oléique et linoléique                 | Apporte une excellente sensation sur la peau                                                                                                          |
| Huile de calendula         | Graines de calendula        | Acide caléndique, acide linoléique, acide oléique, acide palmitique | Utile pour les affections cutanées telles que l'acné, l'eczéma, les ecchymoses, les varicosités et les furoncles. Possède des propriétés hydratantes. |
| Huile de ricin             | Graines de ricin            | Acide ricinoléique                                                  | Possède des propriétés émollientes, lubrifie la peau, agit comme humectant                                                                            |
| Beurre de cacao            | Fèves de cacao              | Acide oléique, acide palmitique, acide stéarique                    | Propriétés émollientes                                                                                                                                |
| Huile de jojoba            | Graines de jojoba           | Acide eicosénoïque, acide docosénoïque, acide oléique               | Propriétés anti-inflammatoires et antioxydantes                                                                                                       |
| Huile de noix de macadamia | Noix de l'arbre à macadamia | Acide palmitoléique                                                 | Excellentes propriétés hydratantes                                                                                                                    |
| Huile de tournesol         | Graine de tournesol         | Acide oléique                                                       | Émollient                                                                                                                                             |
| Huile de coco              | Coprah                      | Acide laurique, acide myristique, acide palmitique,                 | Mousse abondante, effet émollient, propriétés bronzantes                                                                                              |

|                                |                                  |                                                                                                   |                                                                                                 |
|--------------------------------|----------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                |                                  | acide oléique, acide caprique, acide caprylique, et autres                                        |                                                                                                 |
| Huile de pépins de raisin      | Graine de raisin (pépins)        | Acide linoléique                                                                                  | Huile de base utilisée en aromathérapie                                                         |
| Huile de graines de chanvre    | Graine de chanvre                | Acide linoléique (oméga-6), acide alpha-linolénique, acide gamma-linolénique, acide stéaridonique | Apaise et répare la peau sèche, protège la peau, hydrate, effet anti-inflammatoire              |
| Huile de noix de Kukui         | Noix de l'arbre Kukui            | Acide oléique, acide palmitique, acide alpha-linolénique, acide linoléique                        | Bénéfique pour l'eczéma, l'acné et autres affections cutanées. Également un excellent émollient |
| Beurre de mangue               | Noyau du fruit de la mangue      | Acide palmitique, acide stéarique, acide oléique                                                  | Bénéfique contre les éruptions cutanées, la peau sèche, l'eczéma et les piqûres d'insectes      |
| Huile de graines de meadowfoam | Graine de la plante meadowfoam   | Acide brassique, acide érucique, acide gadoléique, acide oléique                                  | Apporte une sensation douce, lisse et soyeuse au savon                                          |
| Huile de palme                 | Fruit du palmier (noix de palme) | Acide palmitique et acide oléique                                                                 | Huile de base pour la fabrication du savon                                                      |
| Huile de palmiste              | Graine de la noix de palme       | Acide laurique, acide myristique, acide oléique                                                   | Produit une mousse plus abondante, apporte de la dureté au savon, hydratant modéré              |
| Huile de carthame              | Graine de carthame               | Acide linoléique                                                                                  | Favorise la cicatrisation des plaies, agit comme émollient                                      |
| Beurre de karité               | Noix de l'arbre à karité         | Acide oléique, acide stéarique, acide linoléique, acide palmitique, acide arachidique             | Émollient, apaise la peau, protège la peau                                                      |
| Suif                           | Graisse animale (vache/mouton)   | Acide oléique, acide palmitique, acide stéarique                                                  | Corps gras de base pour la fabrication du savon, excellentes propriétés nettoyantes             |
| Huile de germe de blé          | Germe du grain de blé            | Acide linoléique, acide palmitique, acide oléique                                                 | Riche en antioxydants et en collagène, effet anti-âge                                           |

Les principaux composants des graisses et huiles qui réagissent pour former des savons sont les triglycérides. Ce sont des esters formés à partir de glycérol et d'un à trois acides gras. Dans un triglycéride simple, comme la palmitine ou la stéarine, les trois groupes d'acides gras sont identiques. Dans les triglycérides mixtes, deux ou les trois groupes d'acides gras sont différents. La plupart des graisses et huiles contiennent des triglycérides mixtes [54].

Les trois acides gras de la structure du triglycéride, à savoir  $\text{RCOOH}$ ,  $\text{R1COOH}$  et  $\text{R2COOH}$ , peuvent tous être différents, identiques ou seulement deux peuvent être identiques. La longueur de la chaîne alkyle des triglycérides naturels varie de 3 à 22 atomes de carbone, mais 16 et 22 sont les plus courants. Typiquement, les plantes et les animaux possèdent des acides gras naturels qui ne comprennent que des nombres pairs d'atomes de carbone. Cependant, l'action des bactéries peut entraîner la formation d'acides gras à chaîne impaire et ramifiée [54].

#### **I.4.1.2. Sels Alcalins et Autres Bases**

Les bases les plus courantes utilisées dans la fabrication du savon sont l'hydroxyde de sodium (soude caustique), l'hydroxyde de potassium (potasse caustique) et le carbonate de sodium (cendre de soude). D'autres bases comme les sels d'ammonium quaternaire et l'éthanolamine sont aussi employées. Le choix de la base dépend des propriétés spécifiques recherchées pour le savon. Par exemple, la soude caustique ( $\text{NaOH}$ ) est la base privilégiée pour la fabrication de savons en barre, car elle produit des savons durs. Pour les savons mous, plus solubles dans l'eau (et également les savons liquides), la potasse caustique ( $\text{KOH}$ ) et les sels d'ammonium sont les bases préférées [54].

#### **I.4.1.3. Autres Additifs**

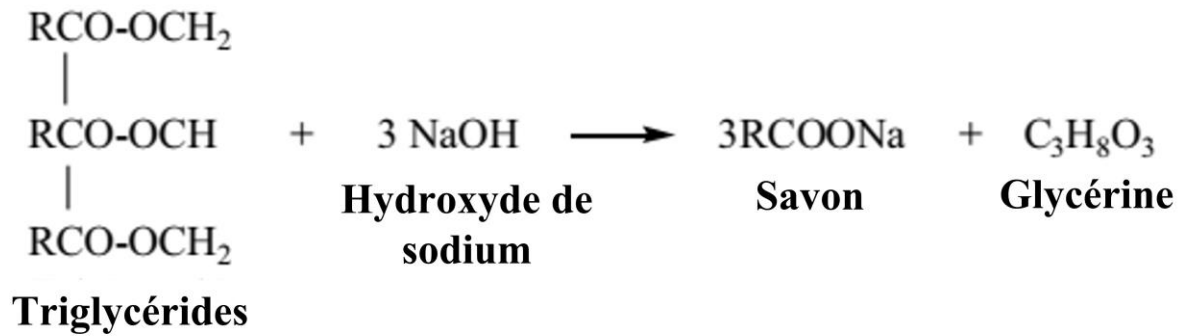
Plusieurs autres additifs sont souvent ajoutés au mélange pendant le traitement pour conférer aux savons commerciaux des propriétés spéciales et un attrait particulier. Le Tableau I.3 présente une liste des additifs utilisés dans la fabrication du savon.

**Tableau I.3.** Additifs utilisés dans la fabrication des savons [54].

| Additifs                   | Exemples                                                 | Effet dans le savon                                         |
|----------------------------|----------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| Agents renforçateurs       | Carbonate de sodium                                      | Renforce le pouvoir nettoyant du savon                      |
| Colorants                  | Racine d'alkanet, colorants, pigments                    | Donne de la couleur au savon                                |
| Parfums                    | Divers (huiles essentielles, extraits aromatiques, etc.) | Apporte une bonne odeur au savon                            |
| Chélatants                 | Acide citrique                                           | Contrôle les ions métalliques présents dans l'eau           |
| Antioxydants               | Acide citrique                                           | Ralentit la réaction du savon avec l'oxygène de l'air       |
| Agents antimicrobiens      | Sulfoamides                                              | Empêchent la prolifération des microbes                     |
| Alcools                    | Glycérol                                                 | Humectant, émollient                                        |
| Poudre d'avoine            | Poudre d'avoine                                          | Propriétés apaisantes dans le savon                         |
| Poudre de feuilles d'ortie | Poudre de feuilles d'ortie                               | Bénéfique pour les cheveux                                  |
| Poudre de varech           | Poudre de varech                                         | Effet exfoliant                                             |
| Miel                       | Miel                                                     | Humectant, apaisant, propriétés émollientes                 |
| Sel d'Epsom                | Sel d'Epsom                                              | Effet thérapeutique                                         |
| Acide citrique             | Acide citrique                                           | Ajusteur de pH                                              |
| Pétales de calendula       | Pétales de calendula                                     | Effet apaisant pour la peau                                 |
| Agents de charge           | Kaolin, bentonite                                        | Modifient la composition et réduisent le coût de production |

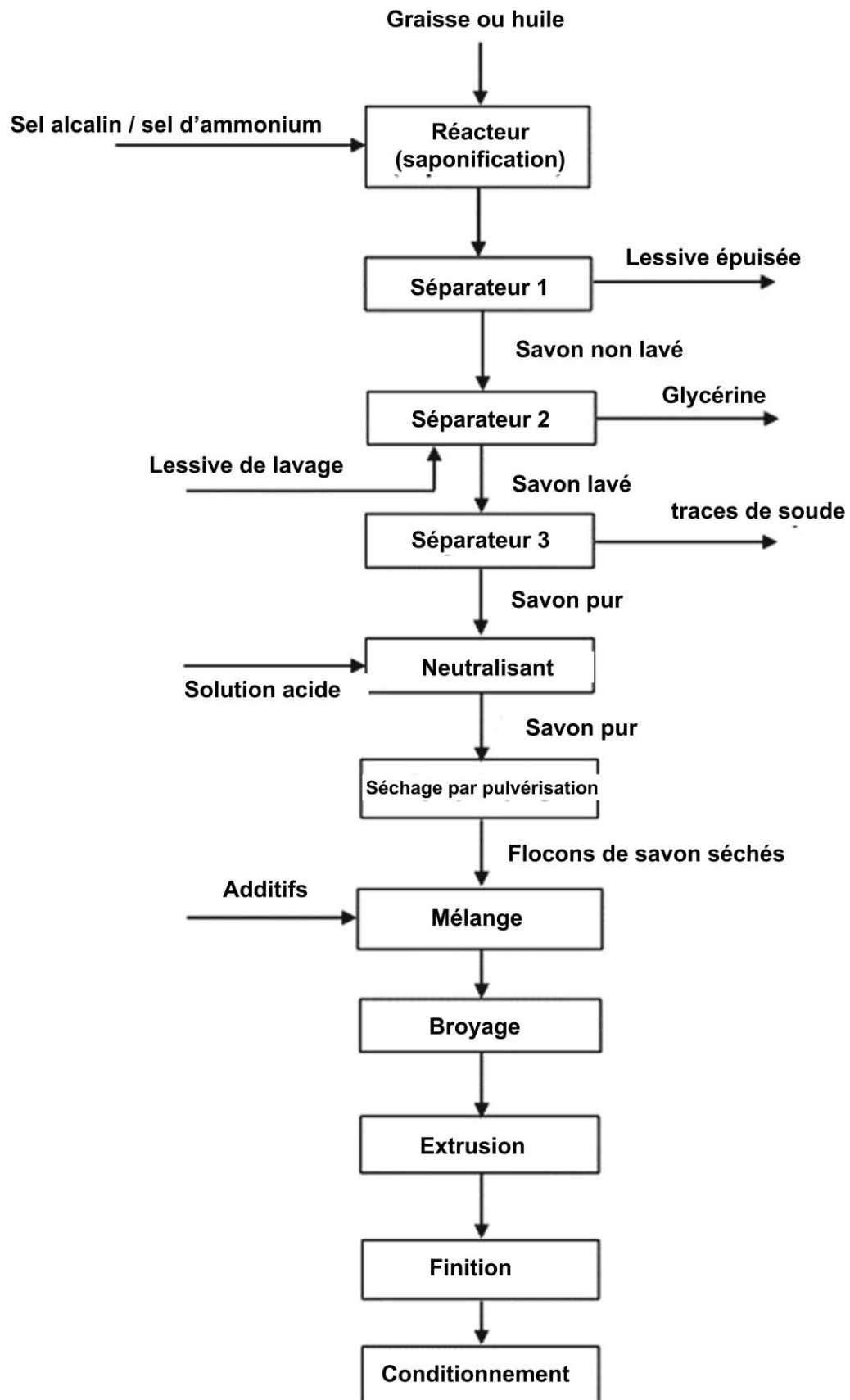
### I.4.2. Procédé de Saponification

La saponification est le processus chimique de fabrication du savon, impliquant une réaction exothermique entre l'hydroxyde de sodium (soude caustique) et une matière grasse (généralement des huiles). La Figure I.9 illustre une réaction simple de saponification.



**Figure I.9.** Réaction de saponification des huiles [54].

Le schéma de procédé pour la méthode de saponification est présenté à la figure I.10. Dans cette méthode, des quantités mesurées des matières premières principales introduites dans un réacteur. Ces matières peuvent être prétraitées pour éliminer les impuretés, les odeurs, les couleurs indésirables et pour ajuster les propriétés du produit final. Le mélange est soumis à une agitation intense, car les réactifs sont initialement non miscibles. Une source de chaleur externe est appliquée pour maintenir la température à un niveau suffisant, ce qui favorise une saponification rapide et complète [54].



**Figure I.10.** Schéma général du procédé de fabrication du savon par saponification [54].

La quantité de base nécessaire pour saponifier une quantité donnée de mélange de triglycérides est estimée à partir de la relation ci-dessous.

$$m_{NaOH} = \left[ IS * m_{huile/graisse} * \left[ \frac{PM_{NaOH}}{PM_{KOH}} \right] \right] \quad (1)$$

Où  $m_{NaOH}$  est la masse d'hydroxyde de sodium nécessaire à la saponification du triglycéride,  $m_{huile/graisse}$  est la masse d'huile ou de graisse qui doit être saponifiée, IS est l'indice de saponification du triglycéride,  $PM_{NaOH}$  est le poids moléculaire de l'hydroxyde de sodium et  $PM_{KOH}$  est le poids moléculaire de l'hydroxyde de potassium.

L'indice de saponification est la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) en milligrammes requise pour saponifier 1 g de matière grasse ou d'huile. Le Tableau I.4 liste les indices de saponification de certaines huiles et graisses courantes.

Les valeurs des deux dernières colonnes du tableau I.4 indiquent la quantité, en grammes, de NaOH et de KOH respectivement, requise pour saponifier 1 g d'huile ou de graisse. Pour appliquer l'Éq. (1.10), utilisez les valeurs de IS pour l'hydroxyde de sodium figurant dans le tableau I.4. Notez que cette équation peut également servir à calculer la masse d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier une quantité donnée d'huile ou de graisse.

Il est à noter qu'en pratique, un excès d'huile ou de graisse, de l'ordre de 5 à 8 % (en poids), est généralement utilisé pour la réaction de saponification. Dans ce cas, il restera de l'huile ou de la graisse non réagie dans le produit savonneux. Cette approche est délibérée afin de produire un savon plus doux pour la peau. Si une quantité excessive d'huile est utilisée, le savon obtenu rancit rapidement. Si, en revanche, une quantité stœchiométrique de soude est employée, le savon produit est souvent agressif pour la peau. Le fait de laisser un certain pourcentage de graisses et d'huiles non saponifiées dans votre recette est appelé le surgras.

**Tableau I.4.** Indices de saponification de certaines huiles et graisses courantes [54].

| Huile/Graisse             | Indice de saponification<br>(mg KOH/g d'huile ou de graisse) | NaOH (g) | KOH (g) |
|---------------------------|--------------------------------------------------------------|----------|---------|
| Huile d'aloë vera         | 185–200                                                      | 0.135    | 0.191   |
| Suif de bœuf              | –                                                            | 0.140    | 0.196   |
| Huile de canola           | –                                                            | 0.123    | 0.173   |
| Beurre de cacao           | 188–200                                                      | 0.136    | 0.192   |
| Huile de cacao            | 173–188                                                      | 0.127    | 0.179   |
| Huile de coco             | 250–264                                                      | 0.178    | 0.252   |
| Huile de foie de morue    | –                                                            | 0.132    | 0.185   |
| Huile de maïs             | –                                                            | 0.135    | 0.190   |
| Huile de coco fractionnée | 325–340                                                      | 0.234    | 0.329   |
| Suif de chèvre            | –                                                            | 0.139    | 0.195   |
| Jojoba                    | 91–93                                                        | 0.065    | 0.091   |
| Margarine                 | –                                                            | 0.136    | 0.190   |
| Huile de neem             | 175–205                                                      | 0.134    | 0.188   |
| Huile de palmiste         | 220                                                          | 0.155    | 0.218   |
| Huile de palme            | 190–205                                                      | 0.139    | 0.195   |
| Beurre de karité          | 170–190                                                      | 0.126    | 0.178   |
| Huile de karité           | 170–195                                                      | 0.128    | 0.181   |
| Huile de soja             | 190                                                          | 0.134    | 0.188   |

### I.4.3. Types de Savon Basés sur le Procédé, les Propriétés et les Compositions

#### I.4.3.1. Savons Durs

Les savons en durs sont des savons solides couramment utilisés pour l'hygiène personnelle et le nettoyage domestique. Ils sont généralement produits par la saponification de graisses et d'huiles avec de l'hydroxyde de sodium (NaOH), ce qui entraîne la formation de savons durs, ou sels de sodium d'acides gras. Ces savons sont moulés en barres ou en tablettes, offrant commodité et durabilité dans l'usage quotidien. Les propriétés des savons en barre — telles que la dureté, le pouvoir moussant et la capacité nettoyante — dépendent des types d'huiles utilisées. Par exemple, l'huile de coco améliore le moussage, tandis que l'huile de palme contribue à la fermeté. Les savons en barre peuvent également contenir des additifs tels que des parfums, des agents hydratants ou des agents antibactériens pour améliorer leur qualité et l'expérience utilisateur [55].



Figure I.11. Savon Solide

#### I.4.3.2. Savon Transparent

Ce type de savon utilise des composants légèrement différents et généralement une forme d'alcool pour modifier le processus. Le processus est également mené à des températures plus élevées. Tous ces éléments (alcool et température plus élevée) altèrent le processus et, par conséquent, le produit résultant. Tous les savons transparents ne sont pas des savons à la glycérine. Le sirop de sucre (sucre dans de l'eau distillée) est un ingrédient alternatif pour remplacer l'alcool, mais il n'est pas aussi efficace que ce dernier. Certains producteurs de savon utilisent une base de savon déjà préparée pour fabriquer leur savon transparent [55].



**Figure I.12.** Savon Transparent

#### **I.4.3.3. Savons Liquides**

Les savons liquides sont en réalité assez difficiles à fabriquer, et nombre des savons liquides commerciaux sont en fait de simples détergents. Ils se présentent sous forme liquide. La fabrication de savon liquide est plus complexe que celle de savon en barre. Les savons liquides sont généralement produits par la méthode à chaud. Ils acquièrent leur forme liquide grâce à l'utilisation d'un type de lessive différent (hydroxyde de potassium au lieu d'hydroxyde de sodium) durant le processus de fabrication, ainsi qu'à l'ajout d'une plus grande quantité d'eau [55].



**Figure I.13.** Savon liquide

#### I.4.4. Classification des Savons par Usage

Les savons sont formulés avec des ingrédients spécifiques pour servir des objectifs distincts, allant du nettoyage général et de la lessive à l'hygiène personnelle et à la désinfection spécialisée. Cette section classe les savons en fonction de leurs applications principales.

##### I.4.4.1. Savons Antiseptiques

Les savons antiseptiques (ou antibactériens/antifongiques), sous forme liquide ou solide, contiennent des ingrédients actifs qui réduisent la charge microbienne sur la peau. Ces agents — tels que les alcools, le triclosan ou le tétrasodium EDTA — ciblent les bactéries, les virus ou les champignons en inhibant leur croissance ou en induisant la mort cellulaire. Les antiseptiques d'origine naturelle comme les terpènes de l'huile d'arbre à thé (tea tree oil) présentent également une efficacité à large spectre contre les agents pathogènes [53].



Figure I.14. Savon antiseptique.

##### I.4.4.2. Savons de Bain

Les savons de bain privilégient la compatibilité avec la peau et l'expérience sensorielle plutôt que l'action antimicrobienne. Leurs caractéristiques clés incluent :

- **Des Formulations au pH Équilibré** (pH 5,5–7,0) pour préserver le manteau acide de la peau.
- **Des Additifs Hydratants** (par exemple, glycérine, huiles végétales) pour prévenir la perturbation de la barrière cutanée.
- **Des Parfums et Amplificateurs de Mousse** pour l'attrait de l'utilisateur.

Contrairement aux variantes antiseptiques, ces savons se concentrent sur l'élimination de la saleté, de la sueur et des odeurs sans altérer le microbiote cutané [53].



**Figure I.15.** Savon de Bain

### **I.4.5. Procédés de Fabrication de Savon**

#### **I.4.5.1. Procédé à Froid**

Le procédé de fabrication de savon à froid (PF) est une méthode de saponification qui combine des graisses/huiles avec de l'hydroxyde de sodium (lessive de soude) à des températures basses contrôlées (45–50°C). Le terme "procédé à froid" désigne une application minimale de chaleur externe par rapport aux méthodes de cuisson traditionnelles, bien qu'une chaleur suffisante soit nécessaire pour liquéfier complètement les graisses solides avant la réaction [53].

##### **✓ Précision de la Formulation**

Des valeurs de saponification précises — uniques à chaque matière grasse — doivent être calculées pour déterminer les quantités exactes de lessive. Les praticiens modernes se réfèrent aux fiches de spécifications des huiles pour les valeurs testées en laboratoire, qui varient selon la saison et l'espèce. Un déficit de lessive de 2 à 5 % est standard pour tenir compte de la variabilité naturelle des huiles, évitant ainsi un excès d'alcalinité (irritation cutanée) ou de graisses non réagies (aspect gras). Historiquement, la puissance de la lessive était testée empiriquement par flottaison d'un œuf dans des solutions faites maison, méthode ensuite remplacée par l'hydroxyde de sodium standardisé après sa découverte par Davy au début du XIX<sup>e</sup> siècle [53].

##### **✓ Émulsification et Développement de la Trace**

Le processus implique la dissolution de la lessive dans l'eau et la fusion des huiles solides avant leur combinaison. Un mélange vigoureux induit l'émulsification, atteignant la "trace" — une phase critique d'épaississement marquée par une augmentation de la viscosité. Les additifs sont

incorporés en fonction de leur impact sur la trace : les huiles essentielles s'intègrent lors du mélange initial, tandis que les solides (par exemple, produits botaniques, avoine) sont incorporés à la trace légère. Les praticiens modernes accélèrent souvent la trace à l'aide de mélangeurs mécaniques [53].

#### ✓ Moulage, Phase de Gel et Démoulage

Le mélange émulsionné est versé dans des moules isolés (couvertures/serviettes) pendant 12 à 48 heures. Durant cette période, la saponification s'achève et déclenche une "phase de gel" transitoire, où le savon devient translucide avant de redevenir opaque. Les formulations riches en sucre (par exemple, les savons au lait) n'ont pas besoin d'isolation en raison de l'accélération exothermique de la réaction. Après le démoulage, les barres sont coupées mais nécessitent une période de cure.

#### ✓ Temps de la Cure

Une période de cure de 2 à 6 semaines permet :

- La consommation de lessive résiduelle via la saponification continue.
- L'évaporation de l'eau pour le durcissement de la barre.
- La carbonatation de surface (formation de poussière de carbonate de sodium par réaction avec le CO<sub>2</sub> atmosphérique), accélérée par le vent ou les basses températures. Bien que sûr après 48 heures, la cure optimise la douceur, la longévité et la stabilité du savon.

#### I.4.5.2. Procédé semi- chaud

Les étapes pour la fabrication du savon incluent le chauffage du mélange des corps gras à une température comprise entre 55 et 70°C, l'ajout lent et continu de la solution alcaline nécessaire tout en remuant, le refroidissement du mélange à environ 60°C avant d'ajouter les produits auxiliaires, et enfin le coulage du savon dans des moules pour le laisser refroidir pendant 24 à 36 heures.

En raison de leur simplicité d'exécution et de la qualité du produit obtenu, les deux procédés mentionnés précédemment sont très appropriés pour la fabrication artisanale de savons améliorés à l'échelle familiale [53].

#### I.4.5.3. Procédé à Chaud

La fabrication de savon par procédé à chaud est une méthode traditionnelle dans laquelle de la chaleur est appliquée pour accélérer la saponification des graisses et des alcalis (généralement l'hydroxyde de sodium ou de potassium). Le mélange est chauffé à environ 80–100 °C, juste en dessous du point d'ébullition, garantissant que le savon est entièrement saponifié avant le moulage.

Cela contraste avec le procédé à froid, où la saponification se produit principalement après le coulage.

Historiquement, les savonniers déterminaient l'achèvement de la réaction par des méthodes sensorielles telles que la dégustation (pour détecter la disparition du goût caustique) ou des indices visuels comme le stade de gel. La pratique moderne repose sur le contrôle de la température et les mesures de pH, car les hydroxydes non saponifiés sont très caustiques et dangereux à tester directement.

Un avantage majeur du procédé à chaud est sa tolérance aux impuretés alcalines, permettant l'utilisation d'alcalis naturels comme la cendre de bois (potasse) lorsque la lessive pure n'était pas disponible. Dans la variante "entièrement bouillie" (fully boiled), après saponification complète, du sel est ajouté pour précipiter le "savon pur" (neat soap), qui se sépare du liquide riche en glycérine. Ce processus élimine les impuretés, les colorants et la glycérine, produisant un savon plus blanc et plus pur. Le liquide résiduel peut être traité ultérieurement pour récupérer la glycérine, un sous-produit de valeur.

Cette méthode est particulièrement appréciée pour ses avantages de purification et sa flexibilité historique dans des conditions de faible pureté des matériaux [53].

## **I.5. Caractéristiques Physico-chimiques des Graisses et des Huiles**

Les graisses et les huiles sont les principales matières premières dans la production de savon. Leurs propriétés physico-chimiques influencent significativement le processus de saponification et la qualité finale du savon. Les paramètres clés pour évaluer ces caractéristiques incluent :

### **I.5.1. Indice de Saponification (Is)**

L'indice de saponification (IS) correspond aux milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaires pour saponifier un gramme de graisse ou d'huile (unités : mg KOH/g). Il permet d'estimer le poids moléculaire moyen des triglycérides – un IS plus élevé indique des acides gras à chaîne plus courte et des triglycérides de poids moléculaire plus faible [53].

### **I.5.2. Indice d'Iode (Ii)**

L'indice d'iode (II) mesure le degré d'insaturation (nombre de doubles liaisons). Il est défini comme les grammes d'iode (I<sub>2</sub>) absorbés pour 100 grammes de graisse/huile (unités : g I<sub>2</sub>/100g). La méthode standard de Wijs fait réagir l'échantillon avec du monochlorure d'iode (ICl) dans de l'acide acétique. L'excès d'ICl non réagi est traité avec de l'iodure de potassium (KI) pour libérer de l'iode (I<sub>2</sub>), qui est ensuite titré avec du thiosulfate de sodium. Un II plus élevé indique une plus

grande insaturation. Les huiles à II élevé tendent à produire des savons plus mous, tandis que celles à faible II donnent des savons plus durs [53].

### **I.5.3. Indice d'Acide ( $I_A$ )**

L'indice d'acide (IA) quantifie les acides gras libres (AGL) présents, indiquant le degré d'hydrolyse ou de rancidité. C'est le nombre de mg de KOH nécessaires pour neutraliser les AGL dans 1 g de graisse/huile (unités : mg KOH/g). Un  $I_A$  élevé signale une dégradation ou une faible stabilité au stockage [53].

### **I.5.4. Densité Relative**

La densité relative est le rapport de la densité d'une huile à celle de l'eau à une température spécifiée (par exemple, 25°C/40°C). Elle varie avec la température et la composition, et aide aux contrôles d'identité et de pureté des huiles [53].

## **I.6. Caractéristiques Physico-chimiques du Savon**

Les propriétés physico-chimiques du savon sont des indicateurs cruciaux de son efficacité nettoyante, de sa texture et de sa qualité globale. Ces propriétés sont influencées par :

- Le type et la qualité des graisses/huiles utilisées (longueur de chaîne, saturation),
- La pureté et la concentration de l'alcali,
- Le degré de saponification,
- La teneur en humidité,
- Les additifs (parfums, charges).

Les propriétés clés incluent :

### **I.6.1. Teneur en Humidité**

Il s'agit du pourcentage d'eau dans le savon fini. Une faible humidité contribue à des barres plus dures et plus durables (bien que la dureté primaire dépende du profil d'acides gras). Une humidité élevée donne un savon plus mou et se dissolvant rapidement [53].

### **I.6.2. Matière Grasse Totale (MGT)**

La MGT est le pourcentage de matière savonneuse anhydre (acides gras issus des huiles saponifiées) dans le produit fini. Une MGT plus élevée (60–80% dans les savons commerciaux en barre) est corrélée à une meilleure mousse, un nettoyage plus doux, moins de résidus et une qualité supérieure [53].

### **I.6.3. pH**

Le pH des savons traditionnels se situe généralement entre 9,5 et 10,5 (pouvant atteindre 11,0). Un pH élevé ( $>10,5$ ) peut provoquer une irritation cutanée ; un pH plus bas est plus doux mais peut compromettre le pouvoir dégraissant. Les savons Syndet (détergents synthétiques) ont souvent un pH quasi neutre [53].

### **I.6.4. Alcalinité Caustique Libre**

Indique la présence de NaOH/KOH non réagi dans le savon. Ceci peut provoquer une irritation cutanée et une mauvaise stabilité. Une formulation appropriée minimise les résidus alcalins libres [53].

### **I.6.5. Capacité de Moussage**

Mesure la performance de moussage du savon. La mousse améliore la suspension des salissures et la satisfaction de l'utilisateur, mais n'est pas directement proportionnelle au pouvoir nettoyant [53].

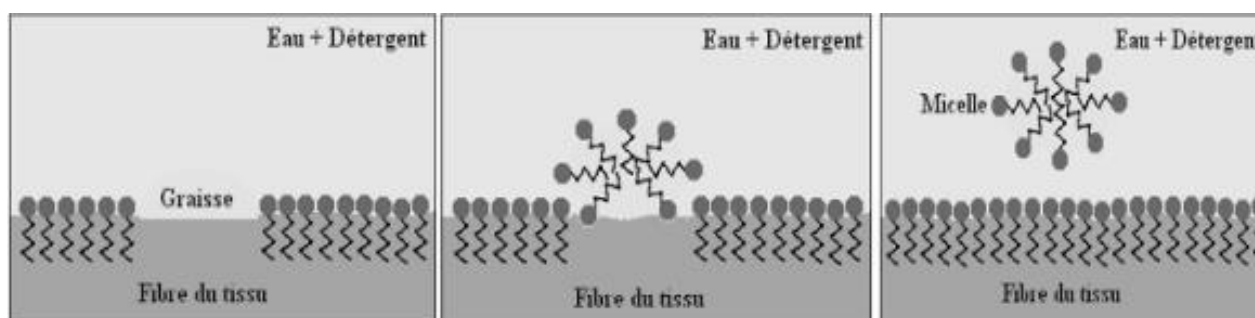
### **I.6.6. Alkali Total**

La concentration combinée des sels alcalins (liés dans le savon + alcali libre). Ce paramètre est surveillé pour garantir le respect des normes de sécurité et réglementaires [53].

### **I.6.7. Propriétés détergentes du savon**

Le savon possède des propriétés détergentes qui lui permettent de dissoudre les impuretés grasses et de les mélanger à l'eau, ce qui facilite leur élimination de la surface d'un matériau. En effet, les impuretés grasses sont hydrophobes et nécessitent un pont entre l'eau et les impuretés pour être détachées. C'est là que le savon intervient, grâce à sa partie lipophile et hydrophile qui lui permet de jouer ce rôle de pont. Lorsqu'on applique du savon en solution aqueuse sur une surface tachée de graisse, les ions carboxylate présents dans le savon vont entourer la salissure grasse. La partie lipophile de ces ions se liera à la graisse tandis que la partie hydrophile se liera à l'eau, ce qui permettra de dissoudre la salissure et de l'éliminer de la surface du matériau (figure I.16) [55].

En résumé, le savon est un excellent nettoyant grâce à sa capacité à former des ponts entre l'eau et les impuretés grasses, ce qui facilite leur élimination de la surface des matériaux.



**Figure I.16.** Comportement des détergents dans l'eau [55]

## I.7. Les HVU pour la Production du savon

Les savons traditionnels, fabriqués par la saponification des triglycérides, jouent un rôle essentiel dans l'histoire de l'humanité depuis au moins 4 000 ans. Ils restent une ressource indispensable pour l'hygiène personnelle et la santé publique dans diverses cultures. Encore aujourd'hui, les consommateurs les considèrent comme des produits naturels, biodégradables et efficaces, bien que le développement des détergents synthétiques (Syndets) ait largement remplacé les méthodes traditionnelles de fabrication du savon [56].

Cependant, en raison de leur pH et de leur composition, les savons naturels peuvent avoir un effet plus prononcé sur la peau que les Syndets. Ils sont susceptibles de provoquer une altération du pH, une sécheresse, et une perturbation de la barrière lipidique et de la microflore cutanée, augmentant ainsi le risque d'irritation, d'érythème et de démangeaisons [56].

L'impact environnemental de la production de savons en barre a également été remis en question en raison de l'effet d'eutrophisation élevé dans les eaux douces. D'autre part, les Syndets ont été critiqués pour leur impact environnemental. Au cours des dernières décennies, l'industrie des détergents s'est de plus en plus concentrée sur les questions environnementales. Des allégations telles que « naturel », « durable », « éthique », « personnalisé », « sûr », et les certifications biologiques exigent des ingrédients obtenus par des procédés à faible impact environnemental. Dans ce contexte, certains consommateurs perçoivent les Syndets comme non naturels, polluants et de faible biodégradabilité [56].

De plus, la production de savon à petite et moyenne échelle utilisant des réactions de saponification est souvent associée à des projets de développement local visant à renforcer l'économie des zones rurales. Le transfert de technologie, l'engagement communautaire et l'éducation environnementale sont des activités complémentaires associées à la production traditionnelle de savon, contribuant à la réalisation des Objectifs de Développement Durable de l'Agenda 2030 des Nations Unies [56].

Le Tableau I.5 présente les principales propriétés physico-chimiques des savons obtenus à partir des HCU.

**Tableau I.5.** Propriétés physico-chimiques principales des savons obtenus à partir d'HCU.

| Pays                      | Déchets huileux                                                       | Prétraitement de l'huile                                     | Composé cible                        | Alcali caustique libre | pH                       | Teneur en eau (%)                         | Matière grasse totale (%) | Alcali total (%)   | Acides gras libres | Réf. |
|---------------------------|-----------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|--------------------------------------|------------------------|--------------------------|-------------------------------------------|---------------------------|--------------------|--------------------|------|
| <b>Botswana</b>           | HCU et le suif de bœuf                                                | Lavage, blanchiment                                          | Savon de toilette ou de bain         | n.r.                   | n.r.                     | n.r.                                      | n.r.                      | n.r.               | n.r.               | [4]  |
| <b>République tchèque</b> | HCU                                                                   | n.r.                                                         | Savon solide                         | n.r.                   | 5.23-10-38               | n.r.                                      | n.r.                      | n.r.               | n.r.               | [57] |
| <b>Éthiopie</b>           | 1) HCU (80 cycles de friture)<br>2) HCU (95 cycles de friture)        | Chauffé à 60 °C, refroidi à température ambiante puis filtré | Savon de lessive de première qualité | 1) 0.0<br>2) 0.0       | 1)<br>9.52<br>2)<br>9.56 | 1) 4.51<br>2) 4.43                        | 1) 66.73<br>2) 66.73      | 1) n.r.<br>2) n.r. | 1) n.r.<br>2) n.r. | [58] |
| <b>Éthiopie</b>           | HCU (provenant d'hôtels, de restaurants et de vendeurs de nourriture) | Chauffé à 60 °C, refroidi à température ambiante puis filtré | Savon de lessive                     | 0.19-0.22              | 9.31-10.56               | 6.67-14.47                                | 75.42-85.52               | 0.78-1.09          | n.r.               | [59] |
| <b>Indonésie</b>          | HCU                                                                   | Processus de filtration et de trempage                       | Savon liquide pour la vaisselle      | 0.05                   | 9.00                     | n.r.                                      | n.r.                      | n.r.               | 0.32               | [60] |
| <b>Malaisie</b>           | HCU                                                                   | Filtration, lavage, blanchiment et désodorisation            | Savons en barre                      | n.r.                   | 9.0-9.5                  | n.r.                                      | n.r.                      | n.r.               | n.r.               | [61] |
| <b>Portugal</b>           | HCU                                                                   | Filtration, lavage et désodorisation                         | Savons                               | n.r.                   | n.r.                     | n.r.                                      | n.r.                      | n.r.               | n.r.               | [62] |
| <b>Algérie</b>            | HCU et graisse animale                                                | n.r.                                                         | Savon solide et liquide              | 0.032-0.088            | 9.14-9.93                | Solide :<br>9.22-10.51<br>Liquide :<br>83 | n.r.                      | n.r.               | n.r.               | [63] |

n.r. – non rapporté; HCU – huile de cuisson usagée

Les données du Tableau I.5 confirment que les HCU (Huiles de Cuisson Usagées) permettent facilement la saponification pour la production de savons de soin pour la peau et de détergents, tout en respectant les réglementations nationales respectives.

## **I.8. Conclusion**

Ce chapitre examine de manière exhaustive les multiples aspects entourant les huiles végétales, les huiles de cuisson usagées (HCU) et leur potentiel de transformation dans la production de savon. Nous avons établi l'ampleur mondiale significative de la production d'huiles végétales et les défis inhérents associés au volume croissant des HCU. Il est clair que les ramifications environnementales d'une élimination inappropriée des HCU nécessitent des solutions innovantes et durables. Notre revue a mis en évidence que, malgré leur statut de « déchet », les HCU conservent des composants précieux qui en font des candidats idéaux pour la valorisation. L'exploration détaillée de la production de savon — des subtilités du processus de saponification aux diverses méthodes de fabrication — souligne la faisabilité de convertir ces huiles usagées en un produit utile. De plus, l'analyse des caractéristiques physico-chimiques des huiles/grasses et du savon a fourni un cadre crucial pour comprendre comment les propriétés des HCU influencent directement la qualité et les caractéristiques du savon résultant. La littérature soutient majoritairement la viabilité de l'utilisation des HCU pour la production de savon, offrant un double avantage : l'atténuation de la pollution environnementale et la promotion d'une économie circulaire en transformant un produit de déchet en une marchandise précieuse. Bien que des défis liés à la collecte, au prétraitement et à la standardisation des HCU existent, la recherche continue et les avancées technologiques améliorent constamment l'efficacité et la mise à l'échelle de cette pratique durable. La conversion des HCU en savon ne présente pas seulement une voie économiquement attrayante, mais s'aligne également sur les efforts mondiaux en faveur de l'efficacité des ressources et de la gestion environnementale, ouvrant la voie à un avenir plus durable dans l'industrie oléochimique.

---

# *Chapitre II*

## *Matériel et Méthodes*

---

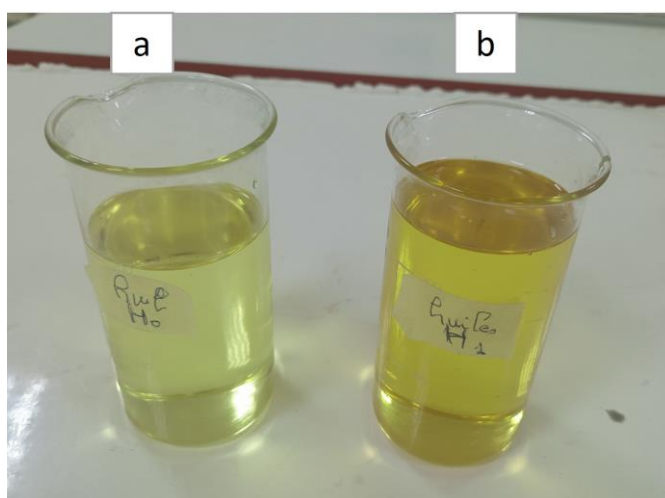
## II.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la description détaillée du protocole expérimental suivi au cours de notre étude. Nous y présenterons l'ensemble des matériels utilisés et des méthodes opératoires mises en œuvre. La première section décrira la démarche de collecte et de prétraitement de l'huile végétale usagée, notre matière première principale. Nous exposerons ensuite les différentes techniques d'analyses physico-chimiques employées pour caractériser cette huile. Par la suite, les procédés de fabrication du savon, par méthode à froid et semi-chaud, seront explicités en détail. Enfin, le chapitre se terminera par la présentation des protocoles d'analyse utilisés pour évaluer les propriétés et la qualité des savons finis.

## II.2. Collecte et prétraitement de l'HVU

### II.2.1. Collecte de l'HVU

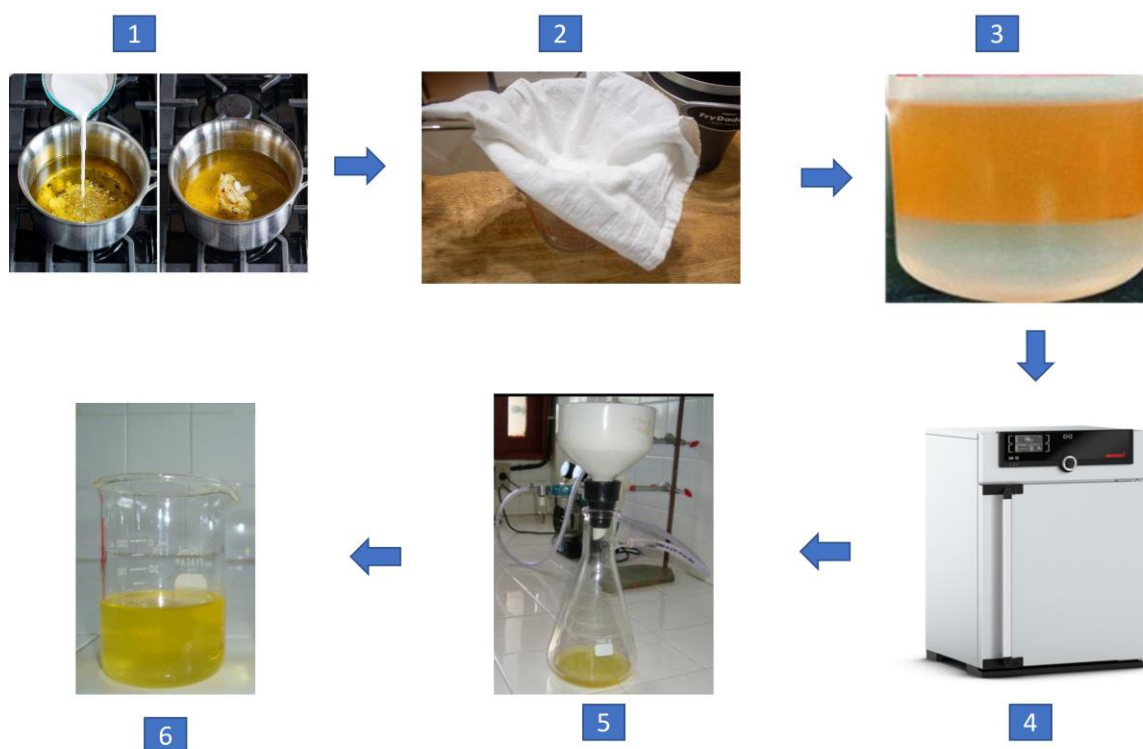
L'huile végétale usagée (HVU) constitue la matière première de cette étude dédiée à la production de savon. Sa collecte a été effectuée auprès de foyers domestiques, en ciblant spécifiquement des huiles ayant subi deux cycles de cuisson. Ce choix méthodologique vise à obtenir une huile représentative des déchets culinaires ménagers, tout en limitant les altérations excessives des triglycérides associées à une utilisation prolongée. La figure II.1 illustre l'aspect visuel des échantillons collectés avant prétraitement, mettant en évidence une variation de la coloration en fonction de l'origine des huiles. Après leur collecte, les huiles ont été conditionnées dans des récipients opaques, puis transportées au laboratoire à température contrôlée (20–25 °C) afin de limiter les phénomènes d'oxydation avant le début des traitements.



**Figure II.1.** Comparaison d'huiles : a) Huile de soja fraîche (témoin) ; b) HVU

### II.2.1. Prétraitement de l'HVU

Le prétraitement de l'HVU vise à éliminer les impuretés solides, hydratables et polaires, ainsi qu'à stabiliser la phase huileuse avant sa valorisation par saponification. Les opérations décrites ci-dessous ont été réalisées sur 1 L d'HVU brute (~ 920 g). La figure II.2 illustre les différentes étapes de ce prétraitement, depuis la décantation initiale jusqu'à la filtration finale. Chacune de ces étapes est ensuite détaillée afin de mettre en évidence leur rôle spécifique dans l'amélioration de la qualité de l'huile destinée à la fabrication du savon.



**Figure II.2.** Les étapes de prétraitement de HVU.

#### Matériels et réactifs

- Huile de cuisson usagée brute
- Amidon de maïs
- Chlorure de sodium (NaCl)
- Eau distillé
- Entonnoir Büchner et pompe à vide
- Tissu de coton propre (pour filtration)
- Papiers filtres (porosité fine: 5–10  $\mu\text{m}$ )
- Entonnoir décanteur

- Plaque chauffante, thermomètre, verrerie, étuve de séchage

## Protocole

### 1. Adsorption par amidon de maïs [64]

- Verser 1 L d'HCU dans un récipient et chauffer à 50–60 °C sous agitation.
- Préparer une bouillie amidonnée en mélangeant 40 g d'amidon de maïs avec 250 mL d'eau (soit 4 % m/m par rapport à l'huile, et 1:6 amidon:eau).
- Ajouter la bouillie dans l'huile chaude et maintenir l'agitation pendant 20 minutes.
- L'amidon capte les impuretés solides et certains composés polaires sous forme d'agréats visibles.

### 2. Filtration grossière

- Placer un tissu de coton propre et sec sur un entonnoir adapté.
- Verser lentement le mélange huile–amidon prétraité, laisser s'écouler sous gravité.
- Récupérer l'huile filtrée, en éliminant le tissu désormais chargé d'impuretés.

### 3. Dégommage par lavage à la saumure

- Préparer 150 mL de saumure à 10 % m/m (15 g NaCl dans 135 mL d'eau).
- Chauffer la saumure à 60–70 °C, puis verser dans l'entonnoir décanteur contenant l'huile préfiltrée.
- Agiter vigoureusement par retournement pendant 5 min, laisser décantation 1 h, puis drainer la phase aqueuse.

### 4. Séchage

- Séchage en étuve ventilée à 105–110 °C durant 20–30 min (surveiller l'oxydation en limitant la durée).

### 5. Filtration fine et stockage

- Effectuer une dernière filtration sous vide sur papier de porosité 5–10 µm pour éliminer les résidus restants.
- Stocker l'huile prétraitée dans un récipient opaque, à l'abri de la lumière et de la chaleur.

## II.3. Analyses physico-chimiques des huiles

Afin d'évaluer la qualité et l'aptitude à la saponification des matières premières, une série d'analyses physico-chimiques a été réalisée. Celles-ci ont porté à la fois sur l'huile végétale usagée (HUV) et sur une huile végétale (HV) fraîche, commerciale, de référence, de marque Elio. Cette comparaison vise à identifier les altérations subies par l'huile après usage, ainsi que leur impact potentiel sur le procédé de fabrication du savon.

### II.3.1. Détermination de la teneur en humidité [7]

#### Principe

Cette méthode repose sur la détermination de la perte de masse par évaporation thermique afin d'estimer la teneur en humidité. Lors du chauffage à température contrôlée, l'eau et les composés volatils présents dans l'échantillon s'évaporent progressivement. La différence de masse entre l'échantillon initial et l'échantillon séché permet de quantifier ces pertes. La répétition des cycles de chauffage et de pesée jusqu'à obtention d'une masse constante garantit la fiabilité de la mesure.

#### Mode opératoire

- Peser à vide un bécher propre et sec ( $m_0$ ).
- Introduire environ 10 g d'huile de friture usagée dans le bécher.
- Peser l'ensemble (bécher + huile) et noter la masse ( $m_1$ ).
- Placer le bécher dans une étuve à  $103 \pm 2$  °C pendant 1 heure.
- Transférer le bécher dans un dessiccateur pour refroidissement à température ambiante.
- Peser à nouveau avec une précision de 0,001 g.
- Répéter des cycles de chauffage de 30 minutes, suivis de refroidissement et de pesée.
- Poursuivre jusqu'à ce que la variation entre deux pesées consécutives soit  $\leq 4$  mg.
- Noter la masse finale stable ( $m_2$ ).

Calculer la moyenne des trois résultats obtenus. La teneur en humidité ( $H(\%)$ ) est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$H(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} * 100$$

La Figure II.3 illustre les étapes à suivre pour la mesure de la teneur en humidité et en matières volatiles.



**Figure II.3.** a) Séchage des échantillons d'huile dans l'étuve ; b) Refroidissement des échantillons dans le dessiccateur.

### II.3.2. Mesure du pH

#### Principe

La détermination du pH permet d'évaluer l'acidité ou la basicité d'un échantillon d'huile. Bien que les huiles soient peu aqueuses, leur pH peut être estimé grâce à l'utilisation de papier indicateur, notamment en présence de composés polaires issus de leur dégradation. Cette mesure donne une indication sur l'état de l'huile, en particulier lorsqu'elle est usagée.

#### Mode opératoire

- Verser une petite quantité d'huile dans un bécher propre et sec.
- Tremper une bandelette de papier indicateur de pH dans l'échantillon.
- Retirer la bandelette après quelques secondes et observer immédiatement la couleur obtenue.
- Comparer la couleur à l'échelle fournie par le fabricant du papier pH afin de déterminer la valeur approximative du pH.

La figure II.4 illustre les étapes à suivre pour la mesure du pH à l'aide d'un papier pH.



**Figure II.4.** Mesure du pH à l'aide d'un papier pH.

### II.3.3. Détermination de l'indice d'acidité [7]

#### Principe

L'indice d'acidité ( $I_A$ ) quantifie les acides gras libres dans une matière grasse via un titrage colorimétrique avec du KOH en milieu éthanolique, où le point final est révélé par un changement de couleur. En savonnerie, cet indice (mg KOH/g) est indispensable car il détermine la dose précise de soude requise pour transformer simultanément les acides libres et les triglycérides en savon, éliminant les risques de causticité ou de rancissement prématuré.

#### Réactifs ou solutions

- Éthanol, neutralisé à pH 7.
- KOH 0.1 M dans l'éthanol (étalonné).
- Indicateur : Phénolphtaléine.

#### Mode opératoire

- Peser 3 g d'huile dans un erlenmeyer.
- Ajouter 50 mL d'éthanol. Chauffer à 40–50°C sous agitation.
- Refroidir à 25°C. Ajouter 2-3 gouttes de phénolphtaléine.
- Titrer avec KOH 0.1 M jusqu'au virage rose persistant (15 sec).

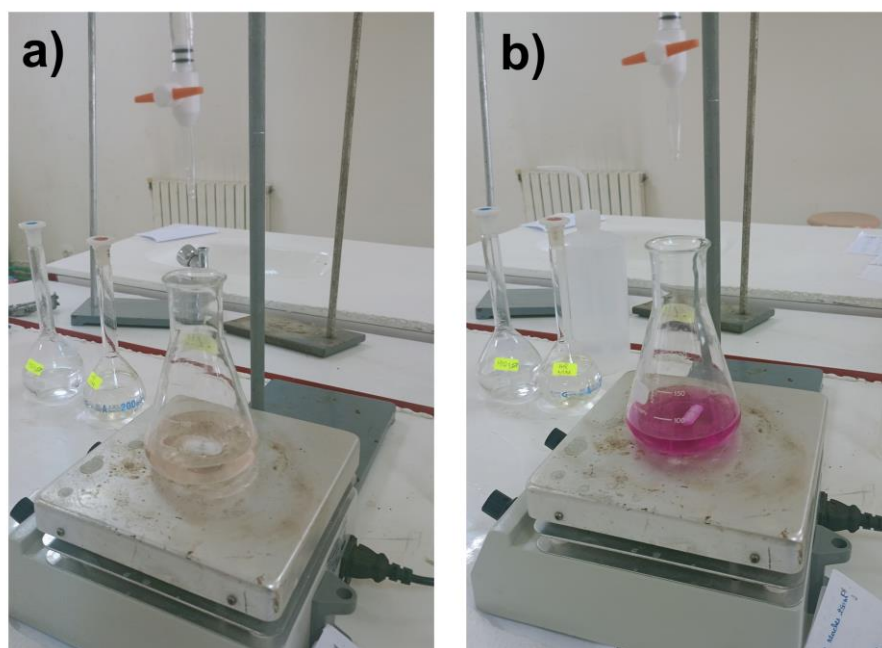
L'indice d'acide  $I_A$  a été calculé selon l'équation (2) :

$$I_A = \frac{56.1 * C * V}{m}$$

où :

- $I_A$  : indice d'acide, exprimé en mg KOH/g ;
- $C$  : concentration de la solution de KOH, en mol/L ;
- $V$  : volume de solution de KOH consommé lors du titrage, en mL ;
- $m$  : masse d'huile analysée, en grammes (g).

La figure II.5 illustre le montage expérimental mis en place pour la détermination de l'indice d'acidité.



**Figure II.5.** Détermination de l'indice d'acidité par titrage colorimétrique : a) Avant l'équivalence et b) Après l'équivalence.

#### II.3.4. Détermination de l'indice de saponification [65]

##### Principe

L'indice de saponification ( $I_S$ ) représente la quantité de potasse (KOH) nécessaire pour saponifier 1 gramme de matière grasse. Il est déterminé en chauffant l'échantillon avec un excès de KOH alcoolique, suivi du titrage de l'excès de KOH non consommé par une solution standard d'acide chlorhydrique (HCl). La différence entre le volume de HCl utilisé pour l'échantillon et le témoin à blanc permet de calculer l'indice de saponification ( $I_S$ ).

### Réactifs ou Solutions

- Solution de KOH éthanolique : 0.5 mol/L (standardisée).
- Solution titrante d'HCl : 0.5 mol/L (standardisée).
- Indicateur : Phénolphtaléine.

### Mode opératoire

- Peser précisément 2 g d'huile de friture usagée dans un ballon conique de 100 mL.
- Ajouter 25 mL de solution de KOH éthanolique 0.5 mol/L et quelques zéolites.
- Monter le ballon sur un dispositif de reflux (avec réfrigérant à eau).
- Chauffer doucement jusqu'à ébullition et maintenir 60 minutes à reflux constant.
- Retirer du chauffage et laisser refroidir légèrement.
- Ajouter 2-3 gouttes de solution de phénolphthaléine.
- Titrer avec la solution d'HCl 0.5 mol/L jusqu'à décoloration complète du rose.
- Noter le volume  $V_1$  d'HCl consommé.
- Pour le témoin à blanc, répéter la procédure sans huile en utilisant uniquement 25 mL de solution éthanolique de KOH, puis noter le volume  $V_0$  d'HCl consommé.

L'indice de saponification  $I_s$  est donné par :

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) * C * 56.1}{m}$$

où :

- $V_0$  : Volume d'HCl pour le blanc (mL),
- $V_1$  : Volume d'HCl pour l'échantillon (mL),
- $C$  : Concentration de HCl (mol/L),
- $m$  : Masse d'huile (g).

La figure II.6 illustre le montage a reflux pour la détermination de l'indice de saponification.



**Figure II.6.** Montage a reflux.

### II.3.5. Détermination de la densité [7]

#### Principe

La densité de l'huile usagée est déterminée à l'aide d'un pycnomètre, en comparant la masse d'un volume fixe d'échantillon à celle d'un même volume d'eau distillée à température contrôlée. La densité relative est calculée via le rapport des masses mesurées.

#### Réactifs ou Solutions

- Eau distillée : Liquide de référence.
- Éthanol absolu : Pour nettoyer le pycnomètre.
- Huile végétale : Filtrée et exempte de bulles d'air.

#### Procédure

- Nettoyer le pycnomètre avec l'éthanol, sécher à l'étuve.
- Peser le pycnomètre vide et sec et noter la masse  $m$  (g).
- Remplir le pycnomètre avec eau distillée.
- Essuyer soigneusement, peser : noter la masse  $m_1$  (g)
- Remplir le même pycnomètre avec l'huile.
- Essuyer, peser : noter la masse  $m_2$  (g).

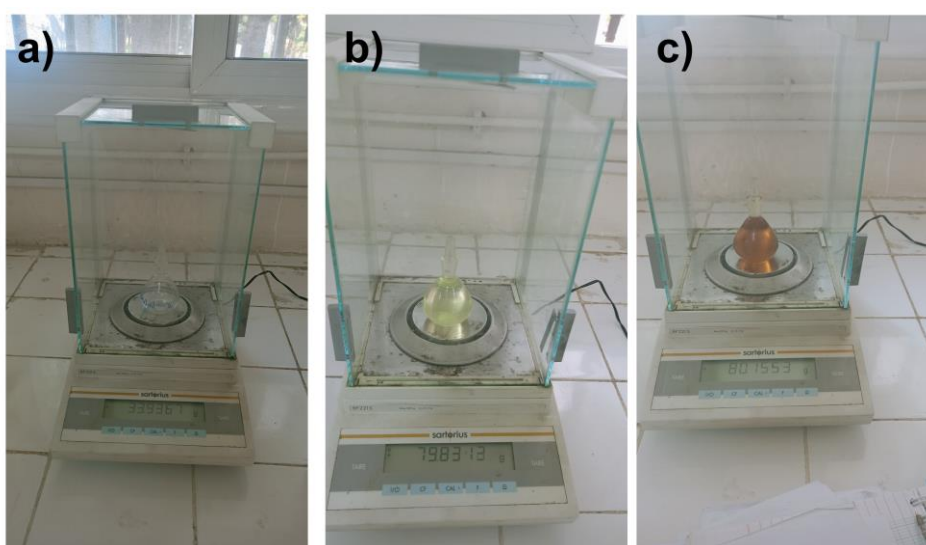
La densité de l'huile est ensuite calculée en utilisant la relation suivante :

$$d = \frac{m_1 - m}{m_0 - m}$$

où :

- $m$  : masse de pycnomètre vide
- $m_1$  : masse de pycnomètre pleine d'eau
- $m_0$  : masse de pycnomètre pleine d'huile

La figure II.7 illustre les étapes à suivre pour la mesure de la densité.



**Figure II.7.** Mesure de la densité par pycnomètre : a) Pycnomètre vide, b) Pycnomètre rempli d'eau et c) Pycnomètre rempli d'huile.

### II.3.6. Indice de Réfraction

#### Principe

C'est un nombre ( $n$ ) sans dimension, qui permet d'identifier un produit ou une espèce chimique, de contrôler leurs puretés, et déterminer leurs fractions molaires. Sa définition repose sur le résultat du rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide, avec la vitesse de la lumière dans le milieu transparent considéré, qui dépend de la longueur d'onde et de la température.

### Mode opératoire

On commence par le nettoyage de la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant. En suite, on a étalonné l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égal à 1,33.

Par la suite, on dépose quelques gouttes d'huile à analyser dans la lame de réfractomètre et on règle le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié, enfin on fait la lecture des résultats en prenant compte de la température.

L'indice de réfraction est ensuite calculée en utilisant la relation suivante :

$$n_{20}^d = n_T^d + 0,00035(T - 20)$$

où :

- $n_{20}^d$ : L'indice de réfraction à 20°C.
- $n_T^d$ : L'indice de réfraction à la température de l'analyse.
- T : La température de l'échantillon pendant l'analyse.
- 0,00035: La variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de 20°C.

La figure II.8 illustre le réfractomètre utilisé pour la mesure de l'indice de réfraction.



**Figure II.8.** Réfractomètre utilisé pour la mesure de l'indice de réfraction

### II.3.7. Analyse FTIR [66]

L'étude par infrarouge (FTIR) est réalisée au niveau du de laboratoire du hall technologique de l'université de Médéa.

Le spectromètre IR à Transformée de Fourier utilisé pour cette étude est le Spectromètre FTIR-8400 (figure II.9) piloté par un micro-ordinateur menu d'un logiciel d'acquisition des données Spectrum permettant l'enregistrement des spectres dans le moyen infrarouge en fonction de la combinaison source/séparatrice/détecteur utilisée.



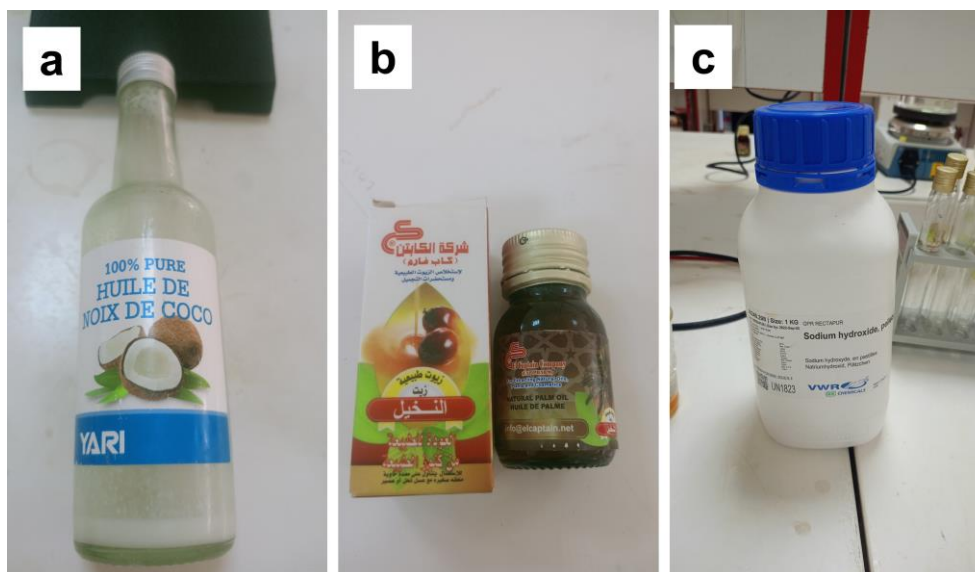
**Figure II.9.** Spectromètre FTIR-8400.

Une goutte d'huile est déposée et bien étalée sur la surface centrale de la pastille en KBr à l'aide d'un tube capillaire. Le nettoyage des deux pastilles après chaque mesure est effectué avec le chloroforme.

## II.4. Fabrication et caractérisation physico-chimique du savon

### II.4.1. Fabrication du savon

Cette section décrit la synthèse de savon à partir d'huile végétale usagée (HVV), d'huile de coco, d'huile de palme, d'hydroxyde de sodium (NaOH) et d'un extrait d'écorce d'orange. Le protocole comprend la préparation des matières premières, la saponification sous conditions thermiques contrôlées, ainsi que la phase de cure des savons obtenus. La figure II.10 illustre les matières premières utilisées pour la fabrication des échantillons de savon.



**Figure II.10.** Matière première : a) Huile de coco, b) Huile de palme et c) NaOH

#### II.4.1.1. Formulation du mélange d'huiles

Trois formulations ont été préparées (masse totale d'huile : 160 g chacune). Les huiles ont été mélangées à 50°C pour homogénéisation. Dans les procédés de fabrication du savon, les mesures ont été prises selon le tableau II.1.

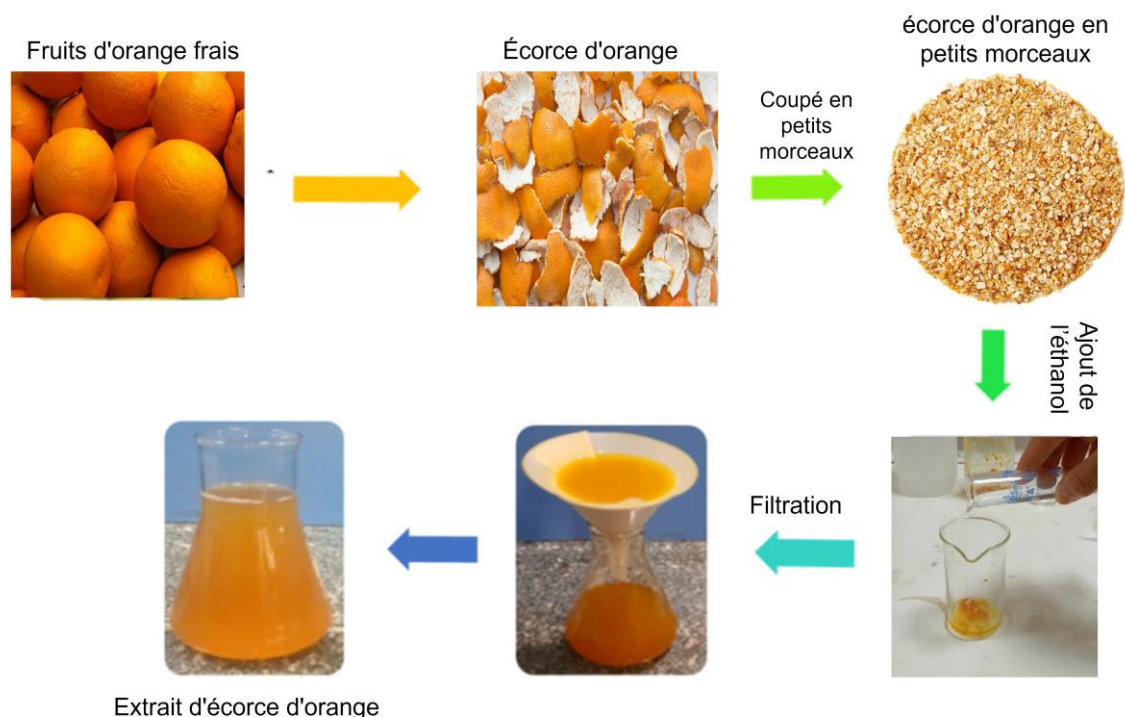
**Tableau II.1.** Ingrédients et quantités utilisés dans la fabrication des échantillons de savon

| Échantillon | Méthode    | HVU<br>(g)     | Huile de coco<br>(g) | Huile de Palme<br>(g) | NaOH<br>(g) | Eau<br>(g) |
|-------------|------------|----------------|----------------------|-----------------------|-------------|------------|
| 1           | à froid    | 112g<br>(70%)  | 32g<br>(20%)         | 16g<br>(10%)          | 23.2        | 54         |
| 2           | Semi-chaud | 112g<br>(70%)  | 32g<br>(20%)         | 16g<br>(10%)          | 23.2        | 54         |
| 3           | Semi-chaud | 160g<br>(100%) | -                    | -                     | 21.6        | 50         |

#### II.4.1.2. Préparation de l'extrait d'écorce d'orange

Pour préparer l'extrait d'écorce d'orange, nous avons utilisé des écorces fraîches de *Citrus sinensis*. Elles ont d'abord été découpées en petits morceaux d'environ 1-1,5 mm<sup>2</sup>. Ensuite, 15 g de ces petits morceaux ont été placés dans 100 ml d'éthanol absolu. Ce mélange a macéré pendant 24 h dans un flacon en verre ambré pour le protéger de la lumière. Après cette période, le mélange a été

soigneusement filtré et le filtrat obtenu a été stocké à 4 °C à l'abri de la lumière afin de garantir la conservation de ses propriétés. La Figure II.11 illustre les étapes clés de la préparation de l'extrait d'écorce d'orange



**Figure II.11.** Étapes de la préparation de l'extrait d'écorce d'orange.

#### II.4.1.3. Procédé de saponification

La figure II.12 illustre deux méthodes de fabrication du savon : la saponification par la méthode semi-chaud, réalisée avec chauffage à environ 70 °C, et la saponification à froid, effectuée sans chauffage. Ces deux procédés reposent sur la même réaction chimique fondamentale : la saponification, qui transforme des matières grasses (huiles végétales) en savon par réaction avec une base forte, en l'occurrence la soude caustique (NaOH).

Le mode de fabrication influe sur le déroulement de la réaction, la texture de la pâte, le temps de cure, ainsi que les propriétés du savon obtenu.

Les étapes ci-dessous décrivent le déroulement commun des deux méthodes, en soulignant les différences principales entre la méthode à chaud/semi-chaud et la méthode à froid.

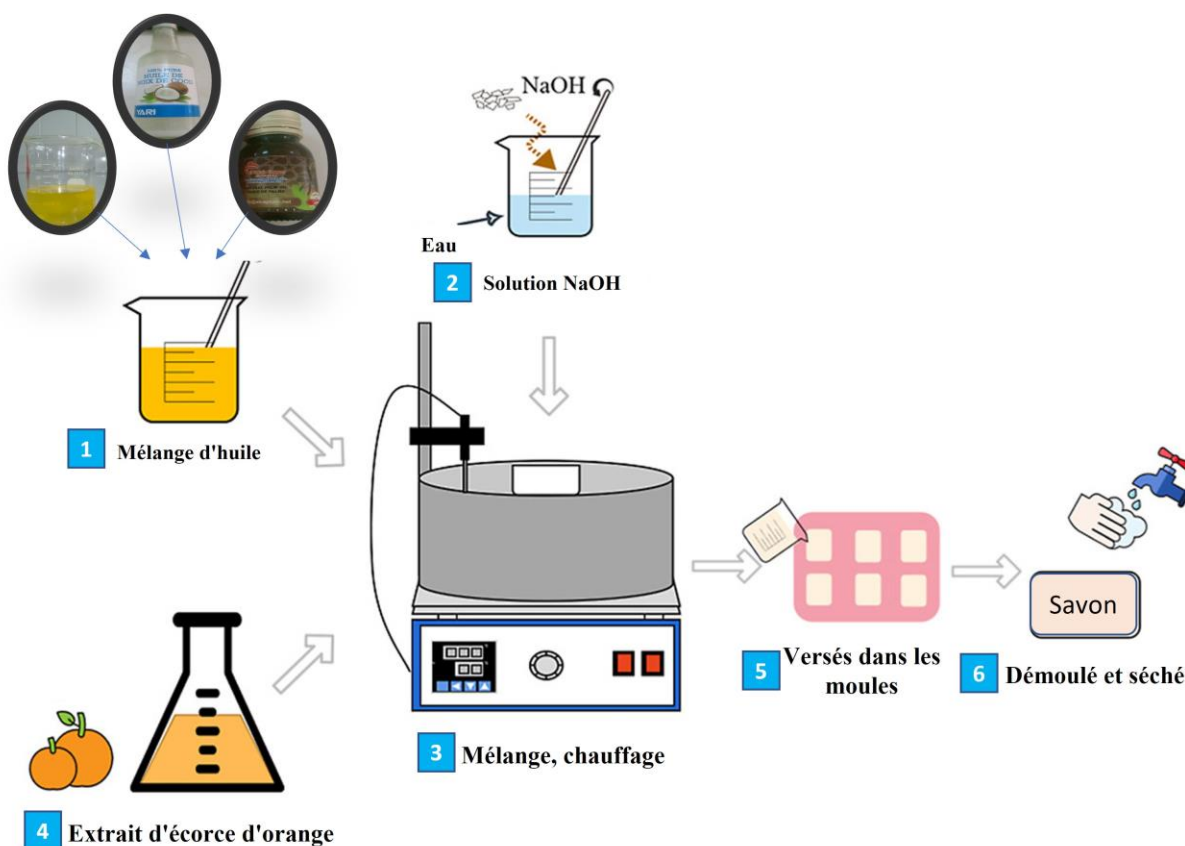
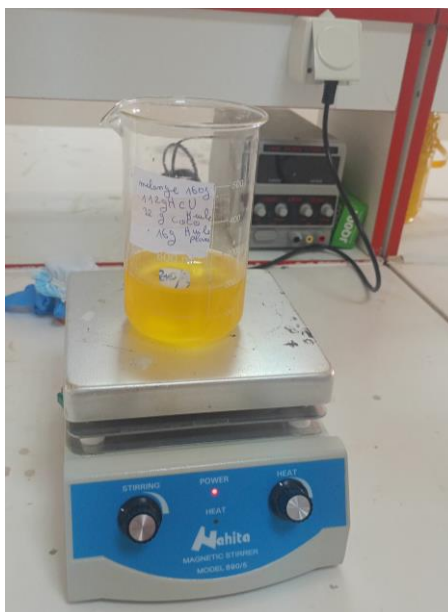


Figure II.12. Préparation du savon

### Étape 1 : Mélange d'huile

La première étape consiste à préparer la phase grasse du savon. Un mélange d'huiles végétales est soigneusement dosé et homogénéisé dans un bécher (figure II.13). Le choix et la proportion des huiles influencent fortement les qualités du savon final : dureté, pouvoir moussant, douceur, et effet hydratant.



**Figure II.13. Mélanges des Huiles**

## Étape 2 : Préparation de la solution de NaOH (Lessive de soude)

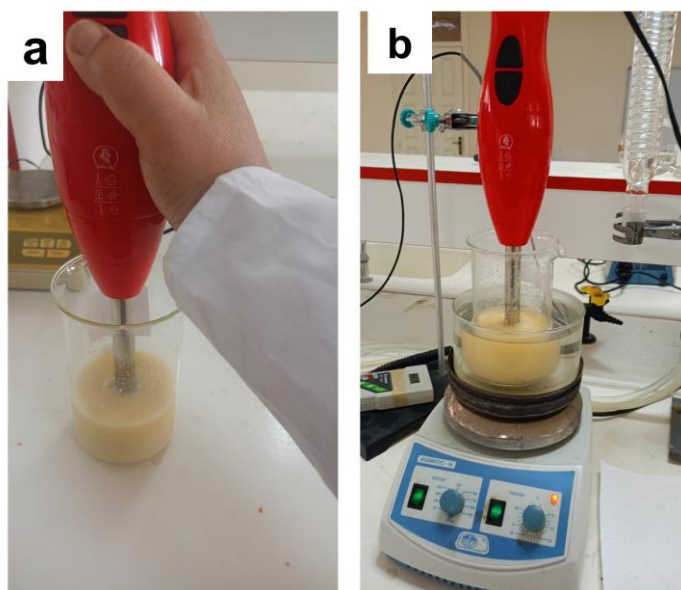
Simultanément, on prépare la solution de soude en dissolvant avec précaution des pastilles de NaOH dans de l'eau, en respectant les proportions précises (figure II.14). Cette dissolution est exothermique (elle dégage de la chaleur), d'où la nécessité de porter des équipements de protection (gants, lunettes). Cette solution est ensuite laissée à refroidir à une température adaptée, selon le mode de fabrication choisi.



**Figure II.14.** Préparation de la solution de NaOH

**Étape 3 : Mélange et chauffage (La saponification)**

- **Méthode semi-chaud** : le mélange d'huiles et de soude est transféré dans un récipient chauffé (environ 70 °C) et agité à l'aide d'un bras mixeur (figure II.15). La chaleur permet d'accélérer la saponification, qui se termine généralement pendant la cuisson. La pâte devient plus rapidement épaisse et homogène.
- **Méthode à froid** : le mélange est effectué à température ambiante, sans chauffage. La saponification se poursuit lentement au fil des jours pendant la cure. La pâte est versée dans les moules encore fluide ou en début d'épaississement (trace légère à moyenne).



**Figure II.15.** Procédé de saponification : a) Méthode à froid et b) Méthode semi-chaud

**Étape 4 : Ajout de l'extrait d'écorce d'orange**

Un extrait naturel d'écorce d'orange, préparé à l'avance, est incorporé à la pâte à savon (figure II.16). Ce composant apporte un parfum naturel d'agrumes, une teinte orangée, et peut enrichir le savon en antioxydants ou agents apaisants, selon sa composition. Cet ajout peut se faire juste avant ou après la trace, selon le procédé utilisé.



**Figure II.16.** Extrait d'écorce d'orange

### **Étape 5 : Versage dans les moules**

Une fois la pâte à savon prête (chaude et visqueuse pour la méthode semi-chaud, ou à la trace pour la méthode à froid), elle est versée dans des moules (figure II.17). Ces derniers déterminent la forme finale du savon (souvent rectangulaire).



**Figure II.17.** Pâte de savon dans des moules en silicone.

### **Étape 6 : Démoulage et séchage (La cure)**

Après 24 à 48 heures, les savons sont suffisamment durs pour être démoulés (figure II.18). Toutefois, ils doivent encore sécher pendant plusieurs semaines (généralement 4 à 6 semaines) dans un environnement sec et bien ventilé. Cette période de cure est cruciale : elle permet au pH de se stabiliser, au savon de durcir davantage et d'atteindre une douceur optimale pour la peau.



**Figure II.18.** Démoulage et séchage.

#### II.4.2. Analyses physico-chimiques du savon

Les analyses physico-chimiques ont été réalisées sur quatre échantillons de savon, sélectionnés pour évaluer leurs propriétés et leur conformité aux critères de qualité. Ces analyses ont permis de déterminer divers paramètres, tels que le pH, la teneur en humidité, teneur en d'alcali libre, ainsi que d'autres caractéristiques essentielles à l'évaluation des savons. Les détails relatifs à chaque échantillon sont présentés dans le tableau II.2.

**Tableau II.2.** Caractéristiques des échantillons de savon utilisés pour l'étude

| Échantillon | Type de savon/méthode de fabrication | HVU (%) | Nom abrégé |
|-------------|--------------------------------------|---------|------------|
| 1           | Commercial                           | N/A     | COM        |
| 2           | Semi-chaud                           | 70      | SC-70%     |
| 3           | Semi-chaud                           | 100     | SC-100%    |
| 4           | Froid                                | 70      | FR-70%     |

Le savon commercial a été obtenu dans une supérette locale. Il a été utilisé comme échantillon de référence afin de comparer ses propriétés physico-chimiques avec celles des savons fabriqués lors de cette étude. La figure II.19 présente une photographie du savon commercial utilisé.



**Figure II.19.** Savon commercial

#### **II.4.2.1. Détermination de la teneur en alcali caustique libre [65]**

##### **Principe**

L'alcali caustique libre est déterminé pour vérifier l'agressivité/la rugosité de n'importe quel savon. La présence d'alcali caustique libre provoque des irritations de la peau et endommage les vêtements.

##### **Mode opératoire**

Pour vérifier la quantité d'alcali caustique libre, environ 5 g d'échantillon de savon sont mélangés dans 30 ml d'éthanol. Ensuite, quelques gouttes d'indicateur de phénolphthaléine sont ajoutées, ainsi que 10 ml de  $\text{BaCl}_2$  à 20% dans la solution. Le mélange est agité correctement et la solution résultante est titrée avec un titrant de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à 0,05 M jusqu'à ce que la solution passe du rose à l'incolore.

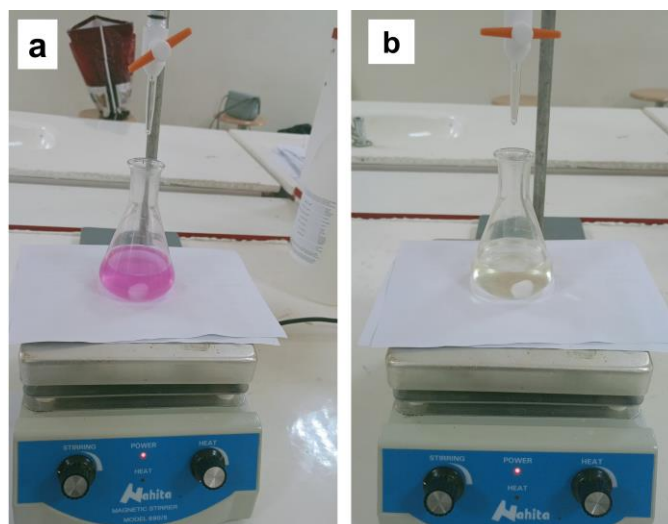
La formule pour calculer l'alcali caustique libre (FCA) est la suivante :

$$ACL = \frac{0.31}{m} * V_A$$

Où :

- $V_A$  : volume d'acide sulfurique ajouté
- $m$  : masse de l'échantillon de savon utilisé

La figure II.20 illustre le montage expérimental mis en place pour la détermination de la teneur en alcali caustique libre.



**Figure II.20.** Dosage de l'alcali caustique libre : a) Avant l'équivalence ; b) Après l'équivalence.

#### II.4.2.2. Teneur en humidité [65]

##### Principe :

La teneur en humidité (TH) correspond à la quantité d'eau présente dans un échantillon de savon. Cette analyse permet d'évaluer la durée de conservation du savon, car un excès d'eau peut entraîner une texture trop molle, favoriser l'hydrolyse et accroître le développement microbien. La détermination de l'humidité suit la méthode prescrite par l'AOCS [(Nurdiyanah et al., 2023) ; (Legesse, 2020)].

##### Mode opératoire :

Une masse de 5 g d'échantillon de savon est pesée dans une capsule, puis placée dans une étuve à  $103 \pm 2$  °C pendant 2 heures. L'échantillon est ensuite pesé, puis remis dans l'étuve et recontrôlé toutes les heures jusqu'à obtention d'une masse constante.

Le pourcentage d'humidité est calculé selon l'équation suivante :

$$H(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} * 100$$

Où :

- $m_0$  : masse du creuset seul,
- $m_1$  : masse du creuset + échantillon avant séchage,
- $m_2$  : masse du creuset + échantillon après séchage.

La figure II.21 illustre la préparation des échantillons afin de mesurer la teneur en humidité.



**Figure II.21.** Préparation des échantillons afin de mesurer la teneur en humidité

#### II.4.2.3. Mesure du pH [7]

##### Principe :

Le pH est une mesure de l'acidité ou de l'alcalinité d'une solution. Dans le cas du savon, la détermination du pH permet d'évaluer son caractère plus ou moins irritant pour la peau. Un pH trop bas indique une acidité excessive, tandis qu'un pH trop élevé traduit une alcalinité potentiellement agressive. Le test est réalisé sur une solution aqueuse diluée du savon.

##### Mode opératoire :

- Préparer une solution de savon en dissolvant 1 g de savon dans 50 mL d'eau distillée.
- Chauffer doucement la solution afin d'assurer la dissolution complète du savon.
- Laisser refroidir la solution à température ambiante.
- Mesurer le pH de la solution de savon en immergeant l'électrode du pH-mètre dans la solution refroidie.

La figure II.22 illustre le pH-mètre utilisé pour la mesure de pH.



**Figure II.22.** Mesure du pH avec un pH-mètre.

#### II.4.2.4. Test d'Émulsification [65]

##### Principe :

L'émulsification est le processus par lequel deux substances non miscibles, comme l'eau et l'huile, sont transformées en un mélange homogène et stable appelé émulsion. Dans le cas des savons, ce test permet d'évaluer leur capacité à disperser et suspendre les graisses et salissures, notamment sur les tissus. Cette propriété provient de la structure amphiphile des molécules de savon, qui possèdent une extrémité hydrophile (affinité pour l'eau) et une extrémité hydrophobe (affinité pour l'huile), leur permettant de former un pont entre les phases aqueuse et huileuse.

##### Mode opératoire :

- Dans un tube à essai, verser des volumes égaux d'eau et d'huile (5 mL de chaque).
- Ajouter 2 mL de solution de savon (préalablement préparée à 10 % en masse/volume) au mélange eau-huile.
- Fermer le tube avec un bouchon et agiter vigoureusement pendant 5 minutes.
- Observer la formation d'une émulsion : une émulsification réussie se traduit par une solution homogène, de couleur blanchâtre, sans séparation visible entre les couches d'eau et d'huile.
- Noter l'étendue et la stabilité de l'émulsion obtenue.

#### II.4.2.5. Détermination du Degré de Ramollissement [7]

**Principe :**

Le degré de ramollissement d'un savon reflète sa capacité à conserver sa consistance après immersion prolongée dans l'eau. Il s'agit d'un indicateur important de la résistance du savon à la déformation ou à la dissolution. Ce test repose sur la variation de masse du savon avant et après immersion, suivie d'un séchage. Une perte de masse importante indique une faible résistance à l'eau.

**Mode opératoire :**

- Peser 5 g d'un échantillon de savon sec et noter précisément sa masse initiale ( $m_0$ ).
- Placer l'échantillon dans un bécher contenant 100 mL d'eau distillée.
- Laisser tremper le savon pendant 10 heures à température ambiante.
- Retirer ensuite le savon et le transférer dans une capsule de porcelaine.
- Laisser le savon reposer à l'air libre pendant 24 heures pour permettre un séchage naturel.
- Peser l'échantillon séché pour obtenir la masse finale ( $m$ ).

Le calcul du degré de ramollissement s'effectue à l'aide de la formule suivante :

$$R = \frac{(m_0 - m)}{m_0} * 100$$

Où :

- $R$  : degré de ramollissement (%)
- $m_0$  : masse initiale du savon avant trempage (g)
- $m$  : masse du savon après trempage et séchage (g)

#### II.4.2.6. Détermination du Pouvoir Moussant [7]

**Principe**

Le pouvoir moussant d'un savon représente sa capacité à produire de la mousse lorsqu'il est agité dans l'eau. C'est un critère sensoriel important pour les utilisateurs et peut également refléter l'efficacité du savon. Ce pouvoir est généralement exprimé comme le rapport entre le volume de mousse formée et le volume initial de la solution de savon.

**Mode opératoire**

- Peser 0,2 g d'échantillon de savon.
- Dissoudre l'échantillon dans une petite quantité d'eau, puis compléter à 100 mL avec de l'eau distillée dans une fiole jaugée de 100 mL pour obtenir une solution homogène.
- Prélever 10 mL de cette solution de savon à l'aide d'une pipette graduée.
- Transférer les 10 mL dans un tube à essai.
- Agiter vigoureusement le tube pendant 1 minute.
- Mesurer immédiatement le volume de mousse formée ( $V_f$ ) à l'aide d'une règle.
- Noter également le volume total de liquide ( $V_t$ ) utilisé, ici 10 mL.

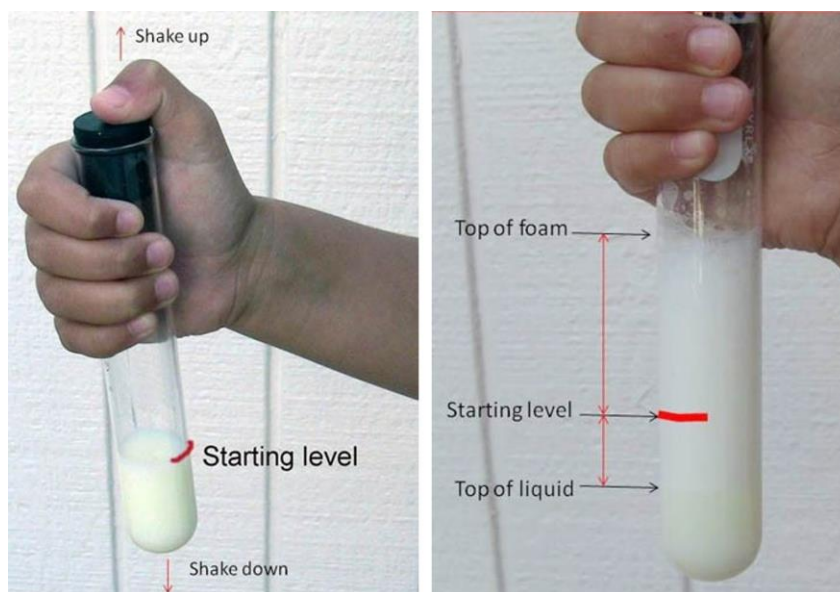
Le calcul du pouvoir moussant (%) s'effectue à l'aide de la formule suivante :

$$f = \frac{V_f}{V_t} * 100$$

Où :

- $f$  = pouvoir moussant (%)
- $V_f$  = volume de mousse formée (mL)
- $V_t$  = volume de la solution de savon mesuré (mL)

La figure II.8 illustre le test du pouvoir moussant d'un savon.



**Figure II.23.** Test du pouvoir moussant d'un savon

#### II.4.2.7. Caractérisation de la Texture et de la Couleur [65]

**Principe :**

La texture (dureté, consistance) et la couleur du savon sont des paramètres organoleptiques influencés par les méthodes de fabrication, notamment la durée de mélange entre l'eau alcaline (lessive) et les corps gras (huiles ou graisses). Une agitation prolongée favorise la formation de savons plus homogènes et plus durs, tandis qu'une agitation insuffisante peut conduire à une texture plus molle et non uniforme. La couleur peut varier en fonction des huiles utilisées, des additifs, ou encore des conditions de saponification.

**Mode opératoire :**

- Observer visuellement le coloris du savon (blanc, beige, jaune, brun, etc.).
- Noter toute variation d'uniformité ou la présence de marbrures ou de défauts visuels.
- Évaluer la texture du savon au toucher :
- Noter s'il est dur, cassant, mou, pâteux ou cireux.
- Presser légèrement le savon entre les doigts pour apprécier sa consistance.
- Comparer les échantillons si plusieurs méthodes ou durées d'agitation ont été utilisées.
- Noter les différences éventuelles et les corrélérer aux conditions de préparation (temps d'agitation, température, type d'huile, etc.).

#### II.4.2.8. Capacité Nettoyante du Savon [65]

**Principe :**

La capacité nettoyante d'un savon dépend de sa composition chimique, de sa formulation, de sa concentration, ainsi que de ses propriétés physiques telles que le pouvoir moussant et la solubilité dans l'eau. Les molécules de savon possèdent des propriétés tensioactives, ce qui leur permet d'interagir à la fois avec l'eau (phase hydrophile) et avec les graisses ou salissures (phase hydrophobe), facilitant ainsi l'élimination des souillures sur les surfaces, en particulier les textiles.

**Mode opératoire :**

- Découper des morceaux de tissu blanc de 36cm<sup>2</sup> (ex. : 6 cm × 6 cm).
- Appliquer sur chaque tissu une tache de café ou de sauce alimentaire.
- Laisser sécher les taches à l'air libre pendant 24 heures.
- Humidifier la zone tachée avec de l'eau tiède.

- Frotter la tâche avec le savon à tester pendant un temps standardisé (ex. : 1 min).
- Rincer soigneusement à l'eau.
- Évaluer visuellement la disparition ou persistance des taches pour estimer l'efficacité du savon.

## **II.5. Conclusion**

En conclusion, ce chapitre a établi la feuille de route expérimentale de notre projet. Nous y avons détaillé, étape par étape, la méthodologie adoptée, depuis la préparation de la matière première jusqu'aux tests de caractérisation du produit final. Le choix de ces protocoles spécifiques vise à assurer la reproductibilité de nos travaux et la fiabilité des données qui en découleront. Cette démarche méthodique constitue le fondement sur lequel reposent les résultats qui seront présentés et discutés dans le chapitre suivant.

---

# *Chapitre III*

## *Résultats et Discussion*

---

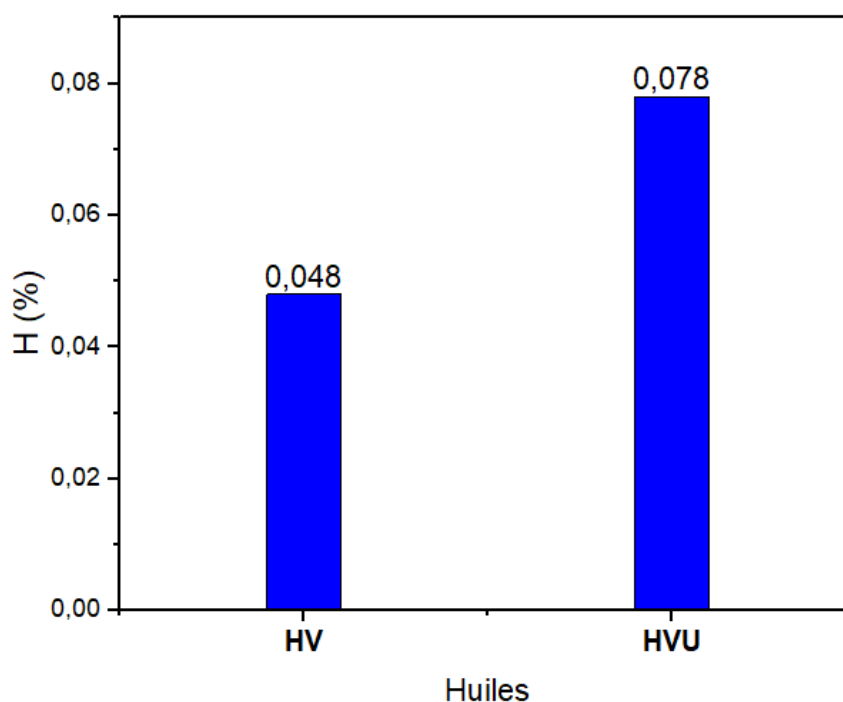
### III.1. Introduction

Ce chapitre présente les résultats des analyses physico-chimiques menées sur les huiles végétales vierges (HV) et usagées (HVU), ainsi que sur les savons obtenus à partir de ces huiles. Les paramètres étudiés pour les huiles incluent la teneur en humidité, le pH, l'indice d'acidité, l'indice de saponification, la densité, l'indice de réfraction et l'analyse FTIR. Les savons préparés ont ensuite été caractérisés à travers plusieurs tests portant sur la teneur en alcali caustique libre, l'humidité, le pH, le pouvoir moussant, le pouvoir nettoyant, la texture, la couleur, l'émulsification et le ramollissement. Ces résultats sont analysés afin d'évaluer la qualité des produits obtenus.

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

#### III.2.1. Teneur en humidité

Les résultats de la teneur en humidité des échantillons d'huile HV et HVU, sont présentés dans la figure III.1.



**Figure III.1** Teneur en humidité d'huile végétale usagée (HVU) comparé à l'huile végétale fraîche (HV)

#### ✓ Observation

La teneur en humidité a augmenté de 0,048 % dans l'huile fraîche à 0,078 % dans l'huile usagée.

### ✓ Discussion

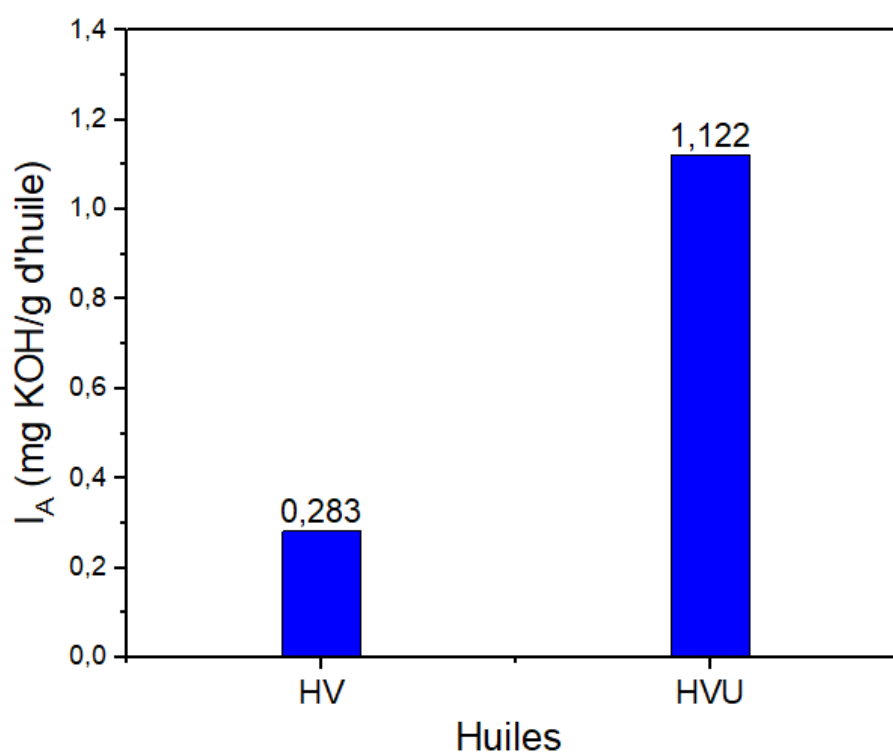
Alors que l'huile fraîche initiale a une très faible teneur en eau, l'augmentation dans l'huile usagée est un résultat direct du processus de friture lui-même. La plupart des aliments cuits par friture (par exemple, les pommes de terre, les viandes, les légumes) ont une teneur élevée en eau. Pendant la friture, cette eau est libérée de l'aliment dans l'huile chaude. Bien qu'une grande partie s'évapore sous forme de vapeur, une certaine quantité est émulsionnée ou dissoute dans l'huile, entraînant une augmentation globale de la teneur en humidité. Cette humidité élevée peut, à son tour, accélérer la décomposition hydrolytique de l'huile.

#### III.2.2. pH et indice d'acidité

Le tableau III.1 et la figure III.2 présentent respectivement les résultats du pH et de l'indice d'acidité de nos échantillons d'huiles.

**Tableau III.1.** Évolution de PH en fonction d'huiles

| Les huiles | HV    | HVU  |
|------------|-------|------|
| PH         | 6 - 7 | 5- 6 |



**Figure III.2.** Évolution d'Indice d'acidité en fonction d'huiles

### ✓ Observation

Le pH a diminué d'une plage neutre de 6-7 à une plage plus acide de 5-6. Parallèlement, l'indice d'acide a augmenté de manière spectaculaire, passant de 0,283 mg KOH/g à 1,122 mg KOH/g.

### ✓ Discussion

Ces deux paramètres sont directement liés et constituent un indicateur principal du rancissement hydrolytique. L'huile de cuisson est composée de triglycérides, qui sont des esters formés d'une molécule de glycérol et de trois molécules d'acides gras.

Les températures élevées de la friture, ainsi que la teneur accrue en humidité, favorisent l'hydrolyse de ces triglycérides. Cette réaction brise les liaisons ester, libérant des Acides Gras Libres (AGL) et du glycérol.

L'augmentation de la concentration de ces AGL acides est ce qui provoque la chute du pH de l'huile.

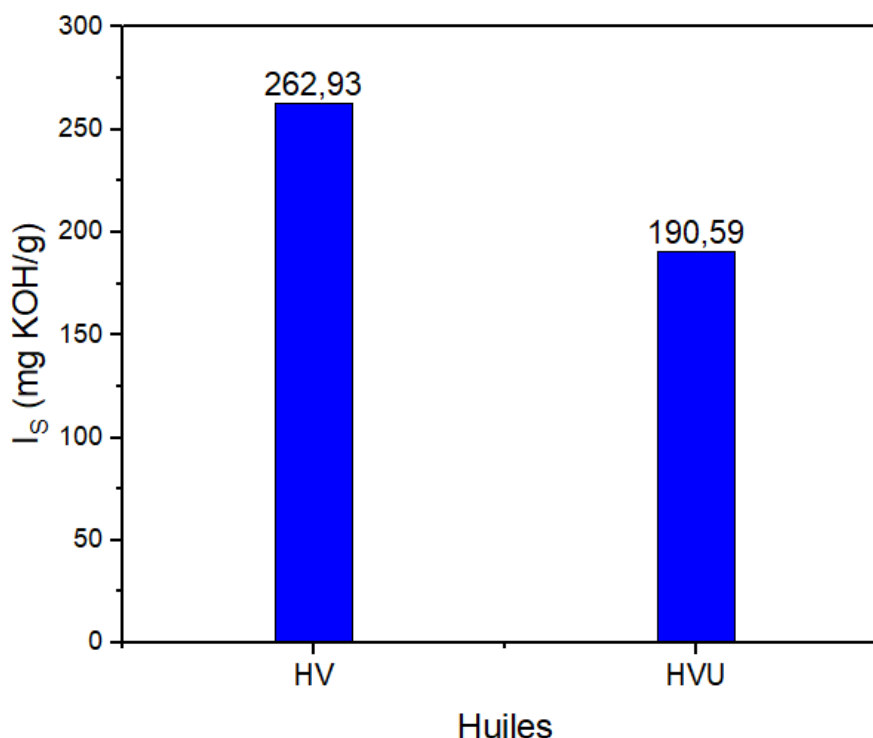
L'indice d'acide est une mesure par titrage direct de la quantité d'AGL présents. Par conséquent, l'augmentation significative de l'indice d'acide de 0,283 à 1,122 mg KOH/g confirme une dégradation hydrolytique substantielle de l'huile.

La réaction peut être représentée comme suit :



### III.2.3. Indice de saponification

Les résultats de l'indice de saponification des échantillons d'huiles, sont présentés dans la figure III.3.



**Figure III.3.** Évolution d'indice de saponification en fonction d'huiles

✓ **Observation**

L'indice de saponification a diminué de manière significative, passant de 262,93 mg KOH/g à 190,59 mg KOH/g.

✓ **Discussion**

L'indice de saponification est la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour saponifier (convertir en savon) un poids spécifique d'huile. Il est inversement proportionnel au poids moléculaire moyen des acides gras dans l'huile.

Un indice de saponification élevé indique une prédominance d'acides gras de faible poids moléculaire.

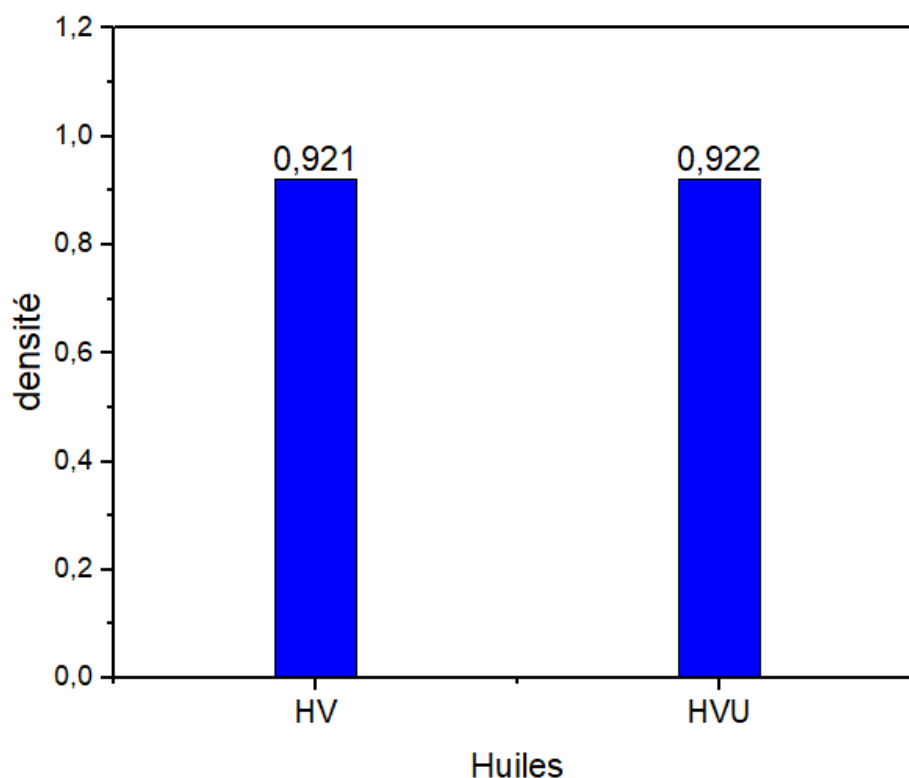
La diminution observée suggère une augmentation du poids moléculaire moyen des constituants de l'huile usagée. Cela peut sembler contradictoire avec l'hydrolyse, qui décompose les molécules. Cependant, un processus plus dominant affectant cette valeur lors de la friture est la polymérisation.

À haute température, les acides gras insaturés peuvent réagir les uns avec les autres pour former des polymères complexes de haut poids moléculaire. Ces grandes molécules polymériques ont moins de liaisons ester par unité de masse que les triglycérides originaux plus petits. Comme il y

a moins de groupes ester à saponifier dans la même masse d'huile, l'indice de saponification diminue.

#### III.2.4. La densité

La figure III.4 présentent les résultats de la densité de nos échantillons d'huiles.



**Figure III.4.** Évolution de la densité en fonction d'huiles

##### ✓ Observation

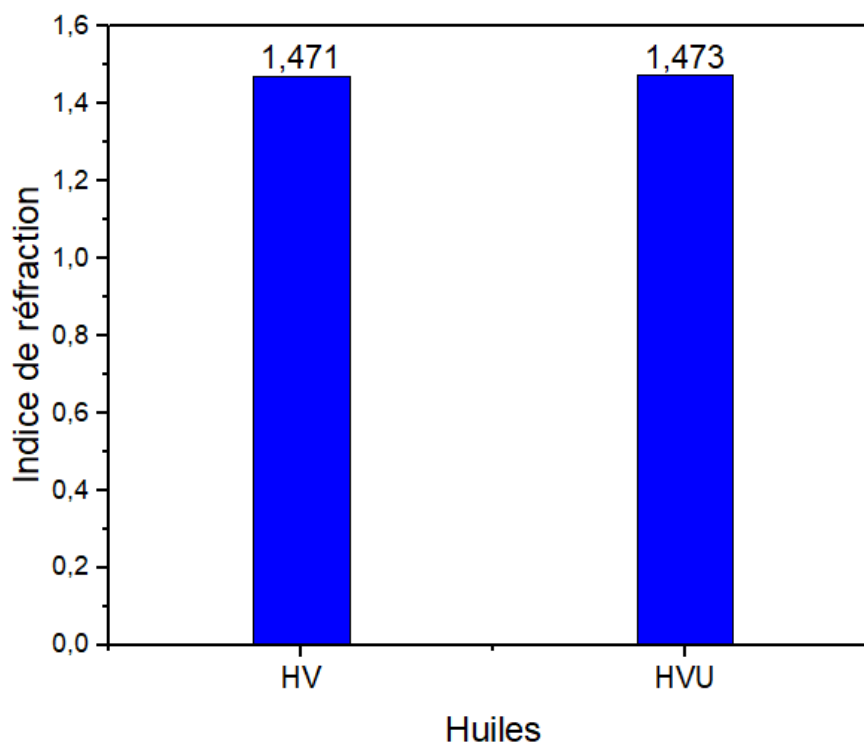
La densité a montré une légère augmentation, passant de 0,921 à 0,922.

##### ✓ Discussion

L'augmentation mineure de la densité est également une conséquence des changements chimiques qui se produisent. La formation de composés de poids moléculaire plus élevé par oxydation et polymérisation donne des molécules plus compactes et ayant des forces intermoléculaires (forces de van der Waals) plus grandes que les triglycérides d'origine. Cela conduit à une légère augmentation de la densité globale de l'huile.

#### III.2.5. Indice de Réfraction

La figure III.5 présente les résultats d'indice de réfraction pour nos échantillons d'huile avant et après la friture.



**Figure II.5.** Évolution d'indice de réfraction en fonction d'huiles

✓ **Observation**

L'indice de réfraction a augmenté de 1,471 à 1,473.

✓ **Discussion**

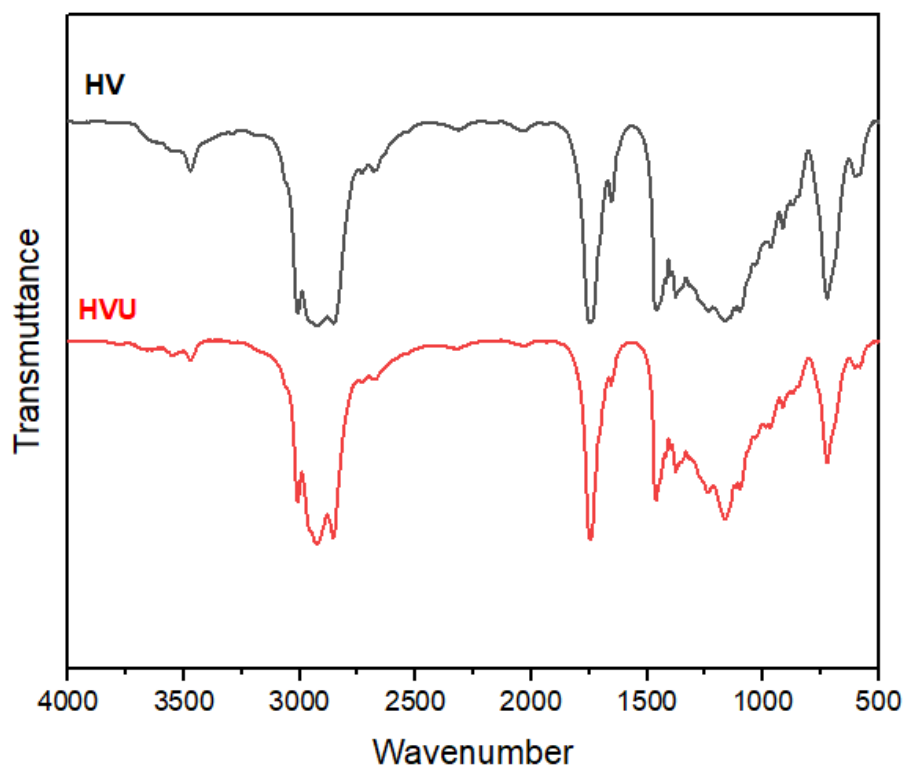
L'indice de réfraction mesure à quel point le trajet de la lumière est dévié, ou réfracté, lorsqu'il entre dans l'huile. Cette propriété est très sensible aux changements dans la structure chimique de l'huile.

L'augmentation de l'indice de réfraction est principalement due à une augmentation du degré de conjugaison au sein des chaînes d'acides gras. Pendant la friture, l'oxydation et la chaleur peuvent provoquer le déplacement des doubles liaisons dans les acides gras insaturés, formant des systèmes conjugués (alternance de liaisons simples et doubles).

De plus, la formation de polymères, comme discuté précédemment, contribue également à une augmentation de l'indice de réfraction. Par conséquent, ce paramètre sert d'indicateur fiable à la fois de l'oxydation et de la polymérisation, confirmant la dégradation de l'huile.

### III.2.6. Analyse FTIR

La figure III.6 présente les résultats de l'analyse FTIR pour nos échantillons d'huile avant et après la friture.



**Figure III.6.** Analyse FTIR de HV et HVU

#### ✓ Observation

Une inspection visuelle des spectres FTIR révèle une similarité entre HV et HVU, notamment dans la position des bandes caractéristiques.

#### ✓ Discussion

Les groupes fonctionnels des huiles végétale usagées (HVU) et de l'huile végétale fraîche (HV) ont été caractérisés par spectroscopie FTIR. Généralement, les HVU contiennent des triglycérides, des molécules de glycérol, une quantité variable d'acides gras libres (AGL) et divers composés de polymérisation. Comme illustré en figure III.6, les deux spectres présentent des bandes caractéristiques similaires en position, indiquant la présence de triglycérides dans les deux échantillons. Le spectre des HVU montre une transmittance plus élevée que celui de l'huile fraîche, attribuée à la formation d'AGL, d'aldéhydes, d'alcools et de cétones via des réactions d'oxydation et d'hydrolyse lors de la friture prolongée [67].

Les bandes d'absorption à 2854 et 2924  $\text{cm}^{-1}$  correspondent aux vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H des groupements  $\text{CH}_2$  aliphatiques. Le pic à 1747  $\text{cm}^{-1}$  reflète l'élongation C=O des esters triglycériques. La vibration à 1165  $\text{cm}^{-1}$  représente le groupe ester CO,

tandis que les bandes à 1466 et 723  $\text{cm}^{-1}$  sont associées respectivement à la vibration de flexion C-H des groupes  $\text{CH}_2/\text{CH}_3$  aliphatiques et au chevauchement des méthylènes [67].

Le tableau III.2 résume les paramètres clés entre l'huile végétale fraîche (HV) et l'huile végétale usagée (HVU).

**Tableau III.2.** Résumé des paramètres physico-chimiques des huiles.

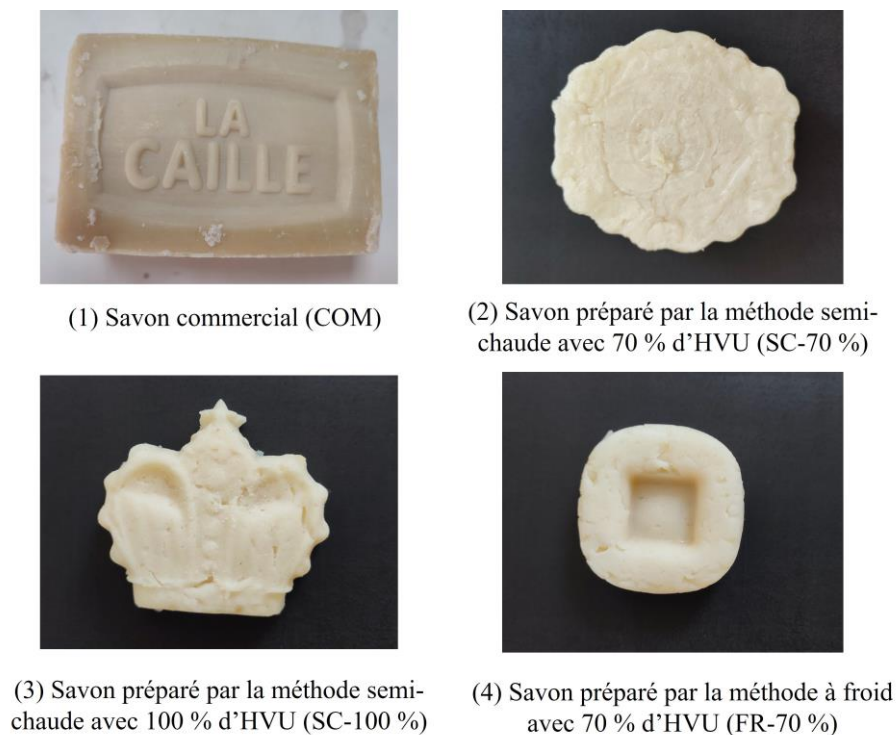
| Huiles                              | HV     | HVU    |
|-------------------------------------|--------|--------|
| Teneur en humidité (%)              | 0.048  | 0.078  |
| pH                                  | 6-7    | 5-6    |
| Indice d'acidité (mg KOH/g)         | 0.283  | 1.122  |
| Indice de saponification (mg KOH/g) | 262.93 | 190.59 |
| Densité                             | 0.921  | 0.922  |
| Indice de réfraction                | 1.471  | 1.473  |

En conclusion, l'analyse des paramètres physico-chimiques confirme une dégradation de l'huile de cuisson après usage. Cette dégradation est caractérisée par une augmentation de la teneur en humidité, une acidification notable (baisse du pH et hausse de l'indice d'acide), et une complexification de sa structure moléculaire (hausse de la densité et de l'indice de réfraction) due aux réactions d'oxydation et de polymérisation. La diminution drastique de l'indice de saponification est la conséquence directe de cette polymérisation.

### III.3. Fabrication et caractérisation physico-chimique du savon

#### III.3.1. Les savons préparés

L'objectif de notre travail était la fabrication d'un savon solide à base d'huile végétale usagée, par saponification selon les méthodes semi-chaude et à froid. Après une période de cure de quatre semaines, nous avons obtenu les savons présentés à la figure III.7.

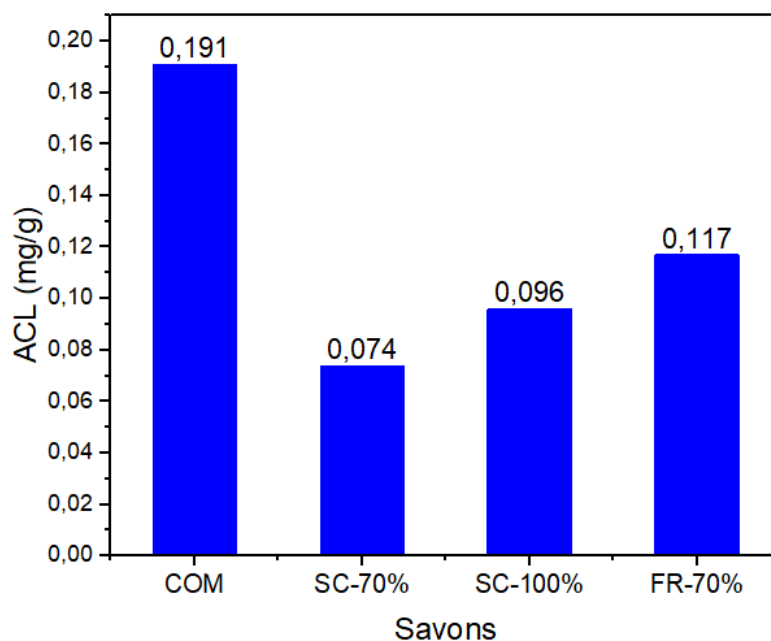


**Figure III.7.** Les savons préparés

### III.3.2. Analyses physico-chimiques du savon

#### III.3.2.1. Teneur en alcali caustique libre

La figure III.8 illustre les résultats des mesures de la teneur en alcali caustique libre de nos échantillons de savon fabriqué, ainsi que du savon commercial utilisé comme témoin.



**Figure III.8.** Évolution Alcali caustique libre des savons

L'alcali caustique libre représente la quantité de soude (NaOH) n'ayant pas réagi lors de la saponification. Un taux élevé indique une saponification incomplète et peut rendre le savon irritant et agressif pour la peau (caustique).

#### ✓ **Observation Générale**

Tous les savons préparés en laboratoire présentent une teneur en alcali libre significativement plus faible que le savon commercial (0.074 - 0.117 mg/g contre 0.191 mg/g).

#### ✓ **Discussion :**

**Qualité de la saponification :** Les protocoles de laboratoire ont permis une réaction de saponification plus complète que celle du produit commercial testé. Cela se traduit par des savons de meilleure qualité, plus doux pour la peau.

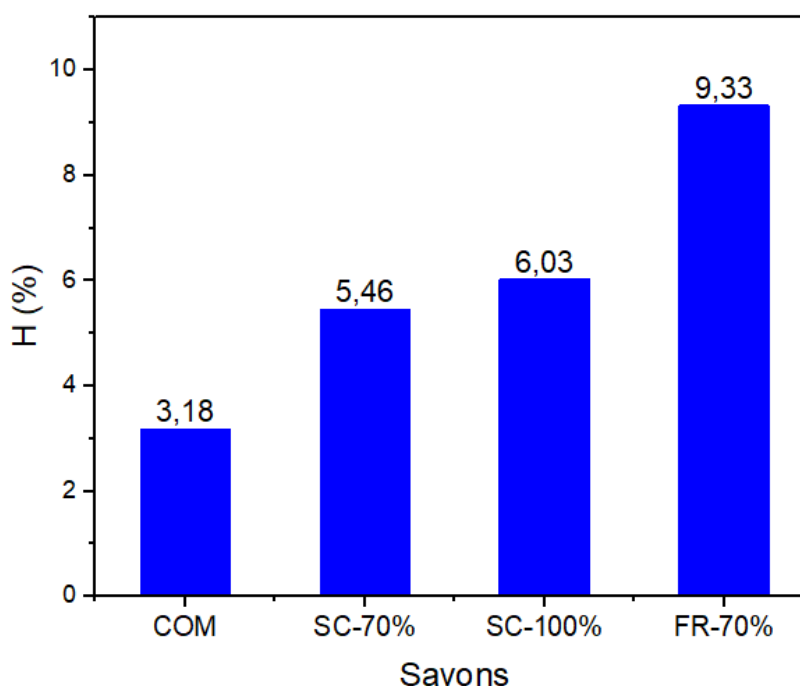
**Effet de la méthode :** En comparant les deux savons SC-70% (0.074 mg/g) semble légèrement plus efficace pour consommer la soude que FR-70% (0.117 mg/g). L'apport de chaleur dans le procédé semi-chaud accélère la réaction et favorise son achèvement.

**Effet de la formulation :** Le savon SC-100% (0.096 mg/g) montre une excellente conversion, suggérant que même sans les huiles d'appoint, la saponification de l'HVU est efficace.

En conclusion, les savons préparés sont plus doux et moins caustiques que l'échantillon commercial. La méthode semi-chaud avec le mélange d'huiles (SC-70%) a donné le meilleur résultat sur ce critère.

#### **III.3.2.2. Teneur en humidité**

La figure III.9 présente les résultats de taux d'humidité pour nos échantillons de savon fabriqué, ainsi que du savon commercial utilisé comme témoin.



**Figure III.9.** Évolution du teneur en humidité des savons

Le taux d'humidité influence la dureté, la vitesse de dissolution et la conservation du savon.

#### ✓ Observation Générale

Le taux d'humidité suit une tendance croissante : CON (3.18%) < SC-70% (5.46%) < SC-100% (6.03%) < Savon à froid (9.33%).

#### ✓ Discussion

**Savon commercial :** Le taux très bas est caractéristique des savons industriels qui subissent souvent un séchage et un pressage (boudinage) pour obtenir une barre très dure et durable.

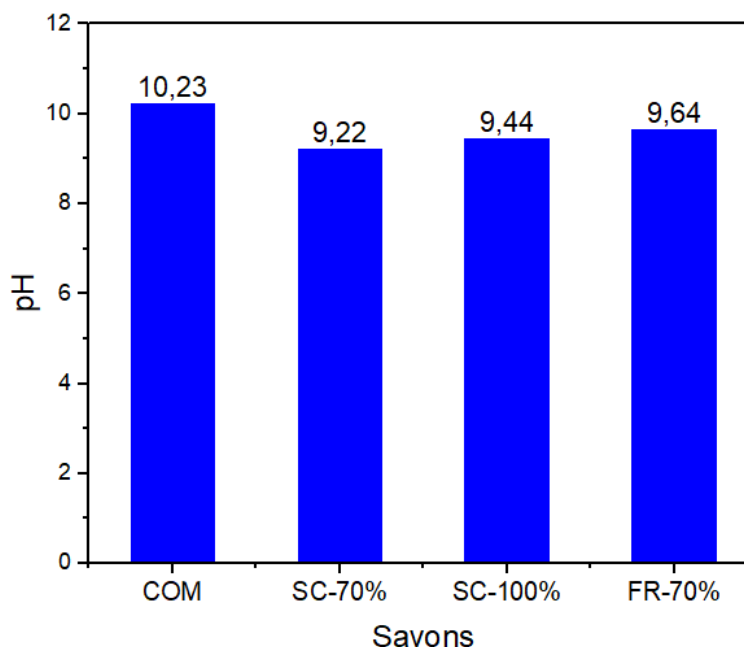
**Procédé semi-chaud :** La phase de "cuisson" de ce procédé évapore une partie de l'eau, résultant en un taux d'humidité intermédiaire.

**Procédé à froid :** Ce procédé n'implique pas de cuisson. Le savon retient donc une plus grande partie de l'eau initiale de la solution de soude. Ce savon nécessite une période de cure plus longue pour permettre à l'excès d'eau de s'évaporer et à la barre de durcir. Le taux élevé de 9.33% est typique d'un savon à froid relativement jeune.

En conclusion, les différences d'humidité sont directement liées au procédé de fabrication. Le savon à froid, plus humide, sera probablement plus mou.

### III.3.2.3. Mesure du pH

La figure III.10 présente les résultats du test de pH pour nos échantillons de savon, ainsi que du savon commercial utilisé comme témoin.



**Figure III.10.** Évolution du pH des savons

Le pH mesure le caractère acide ou basique du savon. Pour un savon solide, un pH entre 9 et 10.5 est considéré comme normal et sûr pour la peau. Un pH plus élevé est souvent corrélé à une teneur élevée en alcali libre.

#### ✓ Observation Générale

Le pH suit la même tendance que l'alcali libre. Le savon commercial a le pH le plus élevé (10.23), tandis que les savons préparés ont un pH plus doux (9.22 - 9.64).

#### ✓ Discussion

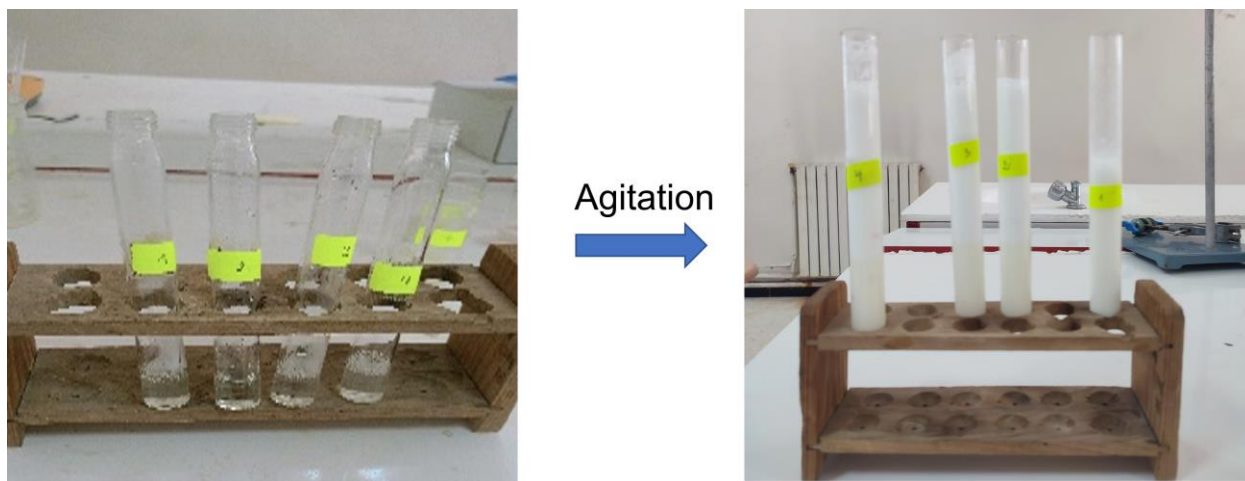
Cette corrélation confirme les résultats de l'alcali libre. Le pH élevé du savon commercial (supérieur à 10) le place à la limite de l'agressivité pour le film hydrolipidique de la peau.

Les savons préparés, avec des pH bien situés dans la plage de 9 à 9.5, sont objectivement plus doux. Le savon SC-70%, avec le pH le plus bas (9.22), est le plus doux du lot, ce qui correspond parfaitement à sa teneur en alcali libre la plus faible.

En conclusion, les mesures de pH confirment la supériorité des savons de laboratoire en termes de douceur par rapport à l'échantillon commercial.

### III.3.2.4. Test d'Émulsification

La figure III.11 présente les résultats du test d'émulsification pour nos échantillons de savon, ainsi que du savon commercial utilisé comme témoin.

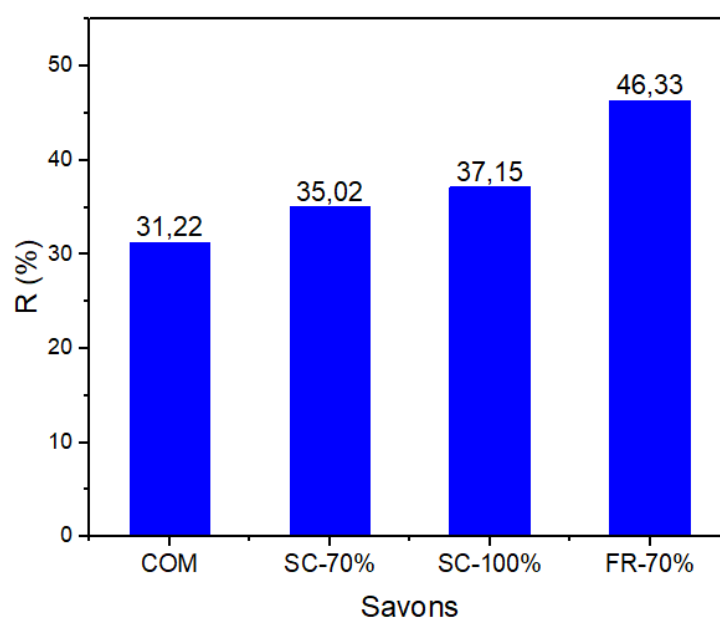


**Figure III.11.** Test d'émulsification.

Le test d'émulsification a montré que le savon commercial présente de meilleures propriétés émulsifiantes que les savons préparés au laboratoire. Cela se manifeste par la formation d'une seule phase homogène, signe d'une bonne stabilité de l'émulsion.

### III.3.2.5. Degré de Ramollissement

La figure III.12 présente les résultats du test de ramollissement pour nos échantillons de savon, ainsi que du savon commercial utilisé comme témoin.



**Figure III.12.** Évolution du degré de ramollissement des savons

Ce paramètre évalue la tendance du savon à se ramollir au contact de l'eau. Un taux élevé signifie que le savon est plus mou et se consomme plus vite.

#### ✓ Observation Générale

Nous observons une tendance claire et progressive. Le degré de ramollissement augmente dans l'ordre suivant : Savon commercial < Savons semi-chaud < Savon à froid.

#### ✓ Discussion

**Corrélation avec l'humidité :** Cette tendance est en parfaite corrélation avec le taux d'humidité.

- Le savon à froid (humidité la plus élevée à 9.33%) présente logiquement le ramollissement le plus élevé (46.33%). L'eau piégée dans le savon le rend structurellement plus tendre.
- Le savon commercial (humidité la plus basse à 3.18%) est le plus dur et donc le moins sujet au ramollissement (27.22%).
- Les savons semi-chaud se situent à un niveau intermédiaire, tant pour l'humidité que pour le ramollissement.

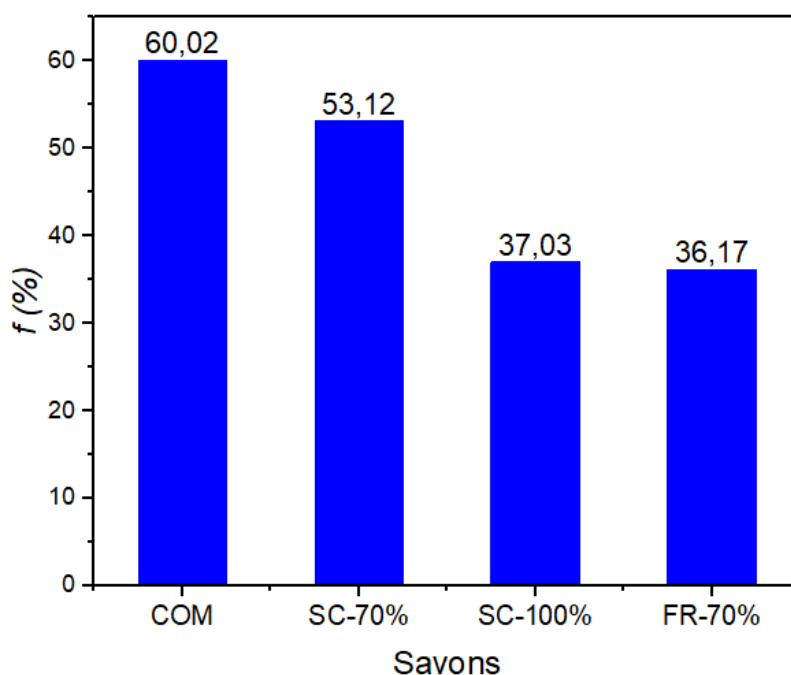
**Effet de la formulation (comparaison des deux savons semi-chaud) :** Le savon SC-100% (37.15%) est légèrement plus mou que le savon SC-70% (35.02%). Cette différence est chimiquement logique : l'huile de palme (présente à 10% dans le mélange) est riche en acide palmitique, un acide gras saturé qui est connu pour apporter de la dureté au savon. Le savon 100% HVU, qui ne bénéficie pas de cet apport, est donc légèrement plus tendre.

**Effet du procédé :** Pour la même composition, le procédé à froid (46.33%) produit un savon beaucoup plus mou que le procédé semi-chaud (35.02%), confirmant que le facteur principal de la dureté initiale est l'évaporation de l'eau durant la phase de cuisson du procédé semi-chaud.

En conclusion, le degré de ramollissement est principalement dicté par le taux d'humidité résiduel du savon (qui dépend du procédé) et secondairement affiné par la composition en acides gras des huiles (rôle durcissant de l'huile de palme).

#### III.3.2.6. Pouvoir Moussant

La figure III.13 présente les résultats du test de pouvoir moussant pour nos échantillons de savon, ainsi que du savon commercial utilisé comme témoin.



**Figure III.13.** Pouvoir moussant des savons

Le pouvoir moussant est une propriété sensorielle très recherchée par les utilisateurs. Il dépend fortement de la composition en acides gras : les acides laurique et myristique (très présents dans l'huile de coco) produisent une mousse abondante et bulleuse, tandis que les acides oléique et linoléique (présents dans de nombreuses HVU) produisent une mousse plus crémeuse et moins volumineuse.

#### ✓ Observation Générale

Le savon commercial a le pouvoir moussant le plus élevé (60.02%). Les savons contenant 20% d'huile de coco (SC-70%) ont une mousse supérieure (53.12%) à ceux qui n'en ont pas ou qui sont à 100% HVU (SC-100%).

#### ✓ Interprétation

**Savon commercial :** Son excellent pouvoir moussant est probablement dû à l'ajout d'agents moussants synthétiques.

**Effet de l'huile de coco :** La comparaison est très claire. Le savon SC-70% mousse beaucoup plus (53.12%) que le savon SC-100% (37.03%). L'ajout de 20% d'huile de coco a un impact direct et positif sur la qualité de la mousse, démontrant son rôle crucial comme "booster" de mousse.

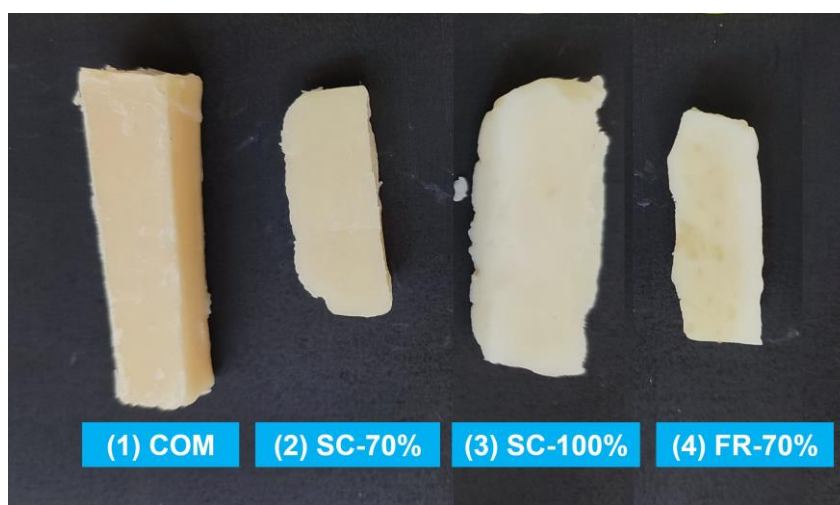
**Les plus faibles mousses :** Les savons SC-100% (37.03%) et à froid FR-70% (36.17%) ont les mousses les plus faibles. Pour le premier, c'est l'absence de l'huile de coco. Pour le second, il est

possible que la structure du savon à froid, moins "mûre", n'ait pas encore développé tout son potentiel moussant.

En conclusion, le pouvoir moussant est directement lié à la formulation. L'utilisation d'HVU seule nuit à la production de mousse, mais cet inconvénient peut être efficacement corrigé par l'ajout d'huile de coco.

### III.3.2.7. Texture et Couleur des savons

La figure III.14 présente les résultats de la texture et couleur pour nos échantillons de savon, ainsi que du savon commercial utilisé comme témoin.



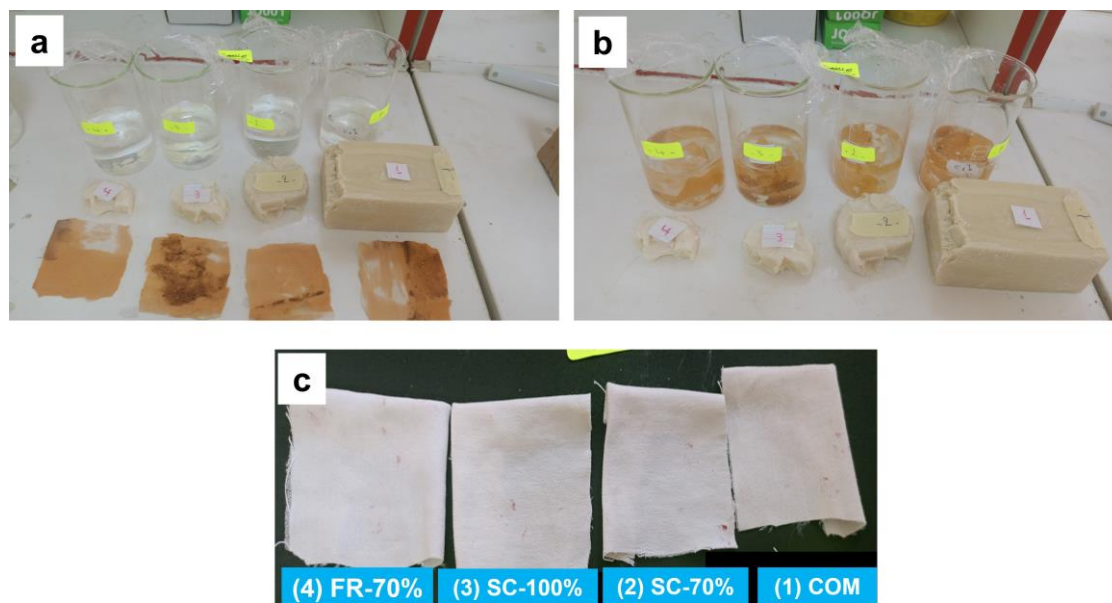
**Figure III.14.** Texture et couleur du savon.

Le savon commercial (COM) présente une couleur plus foncée que les autres échantillons, ce qui pourrait être attribué à un niveau d'oxydation plus élevé des huiles utilisées, ainsi qu'aux différences de méthode de fabrication.

Concernant la texture, le savon FR-70 % présente une hétérogénéité marquée, avec un aspect granuleux ou une séparation de phase, suggérant une saponification incomplète ou mal homogénéisée.

### III.3.2.8. Pouvoir Nettoyant du Savon

La figure III.15 présente les résultats du pouvoir nettoyant pour nos échantillons de savon, ainsi que du savon commercial utilisé comme témoin.



**Figure III.15.** Pouvoir nettoyant du savon : a) Solution savonneuse et tissu taché à la sauce tomate ; b) Immersion du tissu dans la solution ; c) Résultat du nettoyage.

Le pouvoir nettoyant des savons préparés a été évalué à partir de tests sur des tissus tachés de sauce tomate, une tache tenace représentative des salissures alimentaires. Les résultats montrent que les savons préparés ont permis un nettoyage efficace, comparable à celui d'un savon commercial. Cette efficacité suggère une bonne action détergente des formulations, malgré la nature recyclée des huiles utilisées. Cela confirme la pertinence de la valorisation des HVU pour la fabrication de savons ménagers performants.

### III.3.2.9. Comparaison avec les résultats d'autres études

Le tableau II.3 présente une comparaison des principales propriétés physico-chimiques des savons rapportées dans la littérature, incluant les résultats obtenus dans le cadre de cette étude.

**Tableau III.3.** Comparaison des propriétés physico-chimiques des savons issus de ce travail et de la littérature.

| N° | Échantillons d'huile | Indice de saponification<br>(mg KOH/g) | Teneur en humidité (%) | pH         | Référence   |
|----|----------------------|----------------------------------------|------------------------|------------|-------------|
| 1  | HVU                  | 252.45-194.25                          | 16.41-19.70            | 9.77-9.56  | [58]        |
| 2  | HVU                  | 196.6-205.0                            | 6.67 to 14.47          | 9.31-10.56 | [68]        |
| 3  | HVU                  | 195-253                                | 6.03-4.46              | 9.72-10.34 | [67]        |
| 4  | HVU (70-100%)        | 190.59                                 | 5.46-9.33              | 9.22-9.64  | Cette étude |

Les valeurs d'indice de saponification, de teneur en humidité et de pH obtenues dans cette étude sont globalement cohérentes avec celles rapportées dans la littérature. L'indice de saponification (190,59 mg KOH/g) reste dans l'intervalle acceptable, confirmant la capacité des HVU à produire du savon. La faible teneur en humidité par rapport à certaines études indique une huile mieux préparée, tandis que les valeurs de pH restent dans une plage compatible avec la saponification.

En conclusion, les propriétés physico-chimiques des HVU et des échantillons de savons préparés dans cette étude sont globalement en accord avec les résultats rapportés dans la littérature.

### **III.4. Conclusion**

Les résultats obtenus confirment le potentiel des huiles végétales usagées comme matière première pour la fabrication de savons solides de qualité acceptable. Les analyses physico-chimiques des huiles ont permis de mettre en évidence certaines altérations liées à leur usage préalable, sans pour autant compromettre leur aptitude à la saponification. Les savons produits présentent des caractéristiques variées selon les formulations et les méthodes de fabrication, avec des performances satisfaisantes en termes de pouvoir moussant, de nettoyage et de stabilité. Ces observations soutiennent la viabilité de la valorisation des HVU dans une démarche à la fois économique et environnementale, tout en ouvrant la voie à des optimisations futures pour améliorer encore la qualité des produits finis.

---

*Conclusion*

*Et*

*Perspectives*

---

## Conclusion et perspectives

Cette étude a démontré avec succès la faisabilité de valoriser les huiles végétales usagées (HVV) comme matière première pour la fabrication de savons solides. L'analyse physico-chimique a d'abord confirmé que l'huile usagée subit une dégradation notable lors de la friture, comme en témoignent l'augmentation de sa teneur en humidité, de son acidité, de sa densité et de son indice de réfraction. De manière significative, la diminution de l'indice de saponification de 262,93 mg KOH/g à 190,59 mg KOH/g a mis en évidence une polymérisation des acides gras, une altération majeure qui n'a cependant pas compromis l'aptitude de l'huile à être saponifiée.

Les savons produits en laboratoire, par les méthodes semi-chaude et à froid, se sont révélés être de meilleure qualité que l'échantillon commercial de référence sur des critères essentiels de douceur. En effet, ils présentent une teneur en alcali caustique libre et un pH significativement plus bas, indiquant une réaction de saponification plus complète et un produit final moins irritant pour la peau. Le savon préparé par la méthode semi-chaude avec 70% d'HVV (SC-70%) s'est distingué comme le plus doux du lot, avec la plus faible teneur en alcali libre et le pH le plus bas (9,22).

Si le savon commercial conserve un avantage en termes de dureté, de pouvoir moussant et d'émulsification, l'étude a montré que ces propriétés sont directement influençables par la formulation et le procédé. L'ajout de 20% d'huile de coco dans la formulation SC-70% s'est avéré crucial, améliorant significativement le pouvoir moussant par rapport au savon fabriqué avec 100% d'HVV. De plus, la méthode semi-chaude, en favorisant l'évaporation de l'eau, produit un savon plus dur et moins sujet au ramollissement que la méthode à froid.

Finalement, malgré une mousse moins volumineuse, tous les savons fabriqués à partir d'HVV ont démontré un pouvoir nettoyant efficace et comparable à celui du savon commercial, validant leur pertinence pour un usage ménager. Ce travail confirme donc que la transformation des huiles de friture usagées en savon est une voie de valorisation viable, offrant une solution à la fois économique et écologique pour la gestion de ce déchet. Pour approfondir cette démarche, plusieurs perspectives sont proposées :

- Explorer leur utilisation pour d'autres formes de savon, notamment les savons liquides ;
- Réaliser une étude technico-économique afin d'évaluer la rentabilité de la production à l'échelle locale ;
- Évaluer l'impact environnemental global, notamment par une analyse du cycle de vie.

---

# *Références*

---

## Références

- [1] Soumanou, Mohamed M., et al. "Valorisation des huiles végétales d'origine béninoise par alcoolyse enzymatique." *Oléagineux, Corps gras, Lipides* 12.4 (2005): 320-325.
- [2] Kumar, Aruna, Aarti Sharma, and Kailash C Upadhyaya. "Vegetable oil: nutritional and industrial perspective." *Current genomics* 17.3 (2016): 230-240.
- [3] Abdelli, N. & Benamara, K. (2020). Effet De La Friture Sur La Qualité Physico-chimique Des Huiles Végétales [Mémoire de Master, Université Abderrahmane Mira - Bejaia].
- [4] Maotsela, Tlanelo, Gwiranai Danha, and Edison Muzenda. "Utilization of Waste Cooking Oil and Tallow for Production of Toilet “Bath” Soap." *Procedia Manufacturing* 35 (2019): 541-545.
- [5] Antonić, Bojan, et al. "Physicochemical characterization of home-made soap from waste-used frying oils." *Processes* 8.10 (2020): 1219.
- [6] Rahayu, S., et al. "Environmentally safe technology with the conversion of used cooking oil into soap." *Journal of Physics: Conference Series*. Vol. 1869. No. 1. IOP Publishing, 2021.
- [7] Cheng, Gan, et al. "A novel method for the green utilization of waste fried oil." *Particuology* 84 (2024): 1-11.
- [8] Panadare, D. C., and V. K. Rathod. "Three phase partitioning for extraction of oil: A review." *Trends in Food Science & Technology* 68 (2017): 145-151.
- [9] Moretto, E., Fett, R., 1998. Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos. Livraria Varela, Brazil.
- [10] Timilsena, Yakindra Prasad, et al. "Physicochemical and thermal characteristics of Australian chia seed oil." *Food chemistry* 228 (2017): 394-402.
- [11] Bockisch, M. "Extraction of vegetable oils." *Fats and oils handbook* (1998): 151.
- [12] "Vegetable Oils: Global Consumption 2024/25." *Statista*,

- [www.statista.com/statistics/263937/vegetable-oils-global-consumption/](http://www.statista.com/statistics/263937/vegetable-oils-global-consumption/). Accessed 01 June 2025.
- [13] Rodríguez, Julia, et al. "Current encapsulation strategies for bioactive oils: From alimentary to pharmaceutical perspectives." *Food Research International* 83 (2016): 41-59.
- [14] Celia, Christian, et al. "Anticancer activity of liposomal bergamot essential oil (BEO) on human neuroblastoma cells." *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 112 (2013): 548-553.
- [15] Frankel, Edwin, et al. "Literature review on production process to obtain extra virgin olive oil enriched in bioactive compounds. Potential use of byproducts as alternative sources of polyphenols." *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 61.22 (2013): 5179-5188.
- [16] Temelli, Feral. "Perspectives on supercritical fluid processing of fats and oils." *The Journal of Supercritical Fluids* 47.3 (2009): 583-590.
- [17] Chen, Bingcan, David Julian McClements, and Eric Andrew Decker. "Minor components in food oils: a critical review of their roles on lipid oxidation chemistry in bulk oils and emulsions." *Critical reviews in food science and nutrition* 51.10 (2011): 901-916.
- [18] Saini, Ramesh Kumar, and Young-Soo Keum. "Omega-3 and omega-6 polyunsaturated fatty acids: Dietary sources, metabolism, and significance—A review." *Life sciences* 203 (2018): 255-267.
- [19] Huerta-Yépez, Sara, Ana B. Tirado-Rodriguez, and Oliver Hankinson. "Papel de las dietas ricas en omega-3 y omega-6 en el desarrollo del cáncer." *Boletín Médico Del Hospital Infantil de México* 73.6 (2016): 446-456.
- [20] Yara-Varón, Edinson, et al. "Vegetable oils as alternative solvents for green oleo-extraction, purification and formulation of food and natural products." *Molecules* 22.9 (2017): 1474.
- [21] Purcaro, Giorgia, et al. "Characterisation of minor components in vegetable oil by

- comprehensive gas chromatography with dual detection." *Food Chemistry* 212 (2016): 730-738.
- [22] Kamal-Eldin, A. "Minor components of fats and oils. Chapter 12. Volume 3: Edible oil and fat products: Specialty oils and oil products. 1-41." *Bailey's industrial oil and fat products. Sixth edition. Wiley-Interscience. A John Wiley & Sons, Inc., Publication* (2005).
- [23] Aluyor, E. O., et al. "Chromatographic analysis of vegetable oils: A review." *Sci. Res. Essays* 4.4 (2009): 191-197.
- [24] Chen, Bingcan, David Julian McClements, and Eric Andrew Decker. "Minor components in food oils: a critical review of their roles on lipid oxidation chemistry in bulk oils and emulsions." *Critical reviews in food science and nutrition* 51.10 (2011): 901-916.
- [25] Kittipongpittaya, Ketinun, et al. "Association colloids formed by multiple surface active minor components and their effect on lipid oxidation in bulk oil." *Journal of the American Oil Chemists' Society* 91 (2014): 1955-1965.
- [26] Boskou, Dimitrios, Georgios Blekas, and Maria Tsimidou. "Olive oil composition." *Olive oil*. AOCS press, 2006. 41-72.
- [27] McClements, David Julian. *Nanoparticle-and microparticle-based delivery systems: Encapsulation, protection and release of active compounds*. CRC press, 2014.
- [28] McClements, David Julian. *Food emulsions: principles, practices, and techniques*. CRC press, 2004.
- [29] Schneider, Michael. "Phospholipids." *Lipid technologies and applications*. Routledge, 2018. 51-78.
- [30] Marten, Berit, Maria Pfeuffer, and Jürgen Schrezenmeir. "Medium-chain triglycerides." *International Dairy Journal* 16.11 (2006): 1374-1382.
- [31] Hendriks, H. F. J., et al. "Spreads enriched with three different levels of vegetable oil sterols and the degree of cholesterol lowering in normocholesterolaemic and mildly hypercholesterolaemic subjects." *European Journal of Clinical Nutrition* 53.4 (1999):

319-327.

- [32] Reische, David W., Dorris A. Lillard, and Ronald R. Eitenmiller. "Antioxidants." Food lipids. CRC Press, 2002. 508-535.
- [33] Chaiyasit, Wilailuk, et al. "Role of physical structures in bulk oils on lipid oxidation." Critical reviews in food science and nutrition 47.3 (2007): 299-317.
- [34] Zawistowski, Jerzy. "Tangible health benefits of phytosterol functional foods." Functional food product development (2010): 362-387.
- [35] Traber, Maret. "Vitamin E: antioxidant activity, biokinetics, and bioavailability." Annual review of nutrition (1990).
- [36] Van Acker, Saskia ABE, Luc MH Koymans, and Aalt Bast. "Molecular pharmacology of vitamin E: structural aspects of antioxidant activity." Free Radical Biology and Medicine 15.3 (1993): 311-328.
- [37] Combs Jr, Gerald F., and James P. McClung. The vitamins: fundamental aspects in nutrition and health. Academic press, 2016.
- [38] Ramamurthi, S., A. R. McCurdy, and R. T. Tyler. "Deodorizer distillate: A valuable byproduct." Proc. World Conf. Oilseed Edible Oils Process. 1998.
- [39] Johnson, Lawrence A. "Recovery, refining, converting, and stabilizing edible fats and oils." Food lipids. CRC Press, 2002. 242-293.
- [40] Xenakis, Aristotelis, Vassiliki Papadimitriou, and Theodore G. Sotiroudis. "Colloidal structures in natural oils." Current opinion in colloid & interface science 15.1-2 (2010): 55-60.
- [41] Chaiyasit, Wilailuk, et al. "Impact of surface-active compounds on physicochemical and oxidative properties of edible oil." Journal of Agricultural and Food Chemistry 56.2 (2008): 550-556.
- [42] Galli, Claudio, Anna Petroni, and Francesco Visioli. "Natural antioxidants, with special reference to those in olive oil, and cell protection." European Journal of Pharmaceutical Sciences 2.1-2 (1994): 67-68.

- [43] Cert, A., W. Moreda, and M. C. Pérez-Camino. "Chromatographic analysis of minor constituents in vegetable oils." *Journal of Chromatography A* 881.1-2 (2000): 131-148.
- [44] Hidalgo, Francisco J., Manuel Alaiz, and Rosario Zamora. "Determination of peptides and proteins in fats and oils." *Analytical Chemistry* 73.3 (2001): 698-702.
- [45] Hidalgo, Francisco J., and Rosario Zamora. "Peptides and proteins in edible oils: Stability, allergenicity, and new processing trends." *Trends in Food Science & Technology* 17.2 (2006): 56-63.
- [46] Beghetto, Valentina. "Waste Cooking Oils into High-Value Products: Where Is the Industry Going?." *Polymers* 17.7 (2025): 887.
- [47] Zhao, Yakun, et al. "High-efficiency production of bisabolene from waste cooking oil by metabolically engineered *Yarrowia lipolytica*." *Microbial Biotechnology* 14.6 (2021): 2497-2513.
- [48] Tarmizi, Azmil Haizam Ahmad, Elina Hishamuddin, and Raznim Arni Abd Razak. "Impartial assessment of oil degradation through partitioning of polar compounds in vegetable oils under simulated frying practice of fast food restaurants." *Food Control* 96 (2019): 445-455.
- [49] Hosseinzadeh-Bandbafha, Homa, et al. "Managing the hazardous waste cooking oil by conversion into bioenergy through the application of waste-derived green catalysts: A review." *Journal of Hazardous Materials* 424 (2022): 127636.
- [50] Beghetto, Valentina. "Strategies for the Transformation of Waste Cooking Oils into High-Value Products: A Critical Review." *Polymers* 17.3 (2025): 368.
- [51] Kumar, Amit, et al. "Valorization of used cooking oil: challenges, current developments, life cycle assessment and future prospects." *Discover Sustainability* 6.1 (2025): 1-31.
- [52] Cavitch, Susan Miller. *The natural soap book: making herbal and vegetable-based soaps*. Storey Publishing, 1995.

- [53] YAHAYA, Muhammad Kabir (2017). Assessment of the Quality of Soaps Produced from Blends of *Butyrospermum parkii* (Shea Butter) Fruit Oil, *Sesamum indicum* (Sesame) Seed Oil and Tallow. Mémoire de master en chimie analytique, Department of Chemistry, Ahmadu Bello University (Zaria, Nigeria).
- [54] Achaw, Osei-Wusu, and Eric Danso-Boateng. Chemical and process industries. Springer International Publishing, 2021.
- [55] ABAZA, Ghania, et Imane BABEKER. Étude des caractéristiques physico-chimiques du savon préparé à base d'huiles végétales usées. Mémoire de master, Université de Ghardaïa, 2023.
- [56] Caporusso, Antonio, et al. "Waste Cooking Oils as a Sustainable Feedstock for Bio-based Application: A Systematic Review." *Journal of Biotechnology* (2025).
- [57] Zayed, Leila, et al. "Utilizing Used Cooking Oil and Organic Waste: A Sustainable Approach to Soap Production." *Processes* 12.6 (2024): 1279.
- [58] Abera, Bahabelom Haile, Abebe Diro, and Tamene Tadesse Beyene. "The synergistic effect of waste cooking oil and endod (*Phytolacca dodecandra*) on the production of high-grade laundry soap." *Heliyon* 9.6 (2023).
- [59] Legesse, Adane, Abate Habtamu, and Tesfaye Tegene. "Use of jatropha seed oil and alkali solution obtained from its ash for soap making: an environmentally friendly and cost effective approach." *Journal of Applied Sciences and Environmental Management* 24.12 (2020): 2005-2015.
- [60] Hartini, Sri, et al. "Optimal treatment combination for dishwashing liquid soap based on waste cooking oil according to the requirement of indonesian quality standards." (2021): 492-498.
- [61] Azme, Siti Nurdiyanah Kamarul, et al. "Recycling waste cooking oil into soap: Knowledge transfer through community service learning." *Cleaner Waste Systems* 4 (2023): 100084.
- [62] Félix, Sandra, et al. "Soap production: A green prospective." *Waste management* 66 (2017): 190-195.

- [63] Benakmoum, Amar (2022). "La savonnerie une issue durable pour les huiles de fritures usagées et les graisses animales." *Journal de l'Economie Circulaire Et Développement Durable*, Volume 3 N°2 2023 ISSN 2992-09-06.
- [64] Mahmudah, Rifatul, and Nurul Shofiah. "From waste to wealth: A novel approach for empowering society through recycling used cooking oil into soap." *Journal of Community Service and Empowerment* 4.2 (2023): 343-350.
- [65] Soni, Himanshi, et al. "From kitchen to cosmetics: Study on the physicochemical and antioxidant properties of waste cooking oil-derived soap." *Journal of King Saud University-Science* 36.10 (2024): 103483.
- [66] SELAIMIA, Radia (2018). *Étude de l'huile d'olive d'Algérie*. Thèse de doctorat, Université 8 Mai 1945 Guelma.
- [67] Abdullah Sani, Nor Syazwani, et al. "Sustainable synthesis of graphene sand composite from waste cooking oil for dye removal." *Scientific Reports* 13.1 (2023): 1931.
- [68] Adane, Legesse. "Preparation of laundry soap from used cooking oils: Getting value out of waste." *Scientific Research and Essays* 15.1 (2020): 1-10.