

SYNTHÈSE ET ANALYSE DE SAVONS



SOMMAIRE

1. Courte introduction
2. Composés utilisés pour la synthèse
 - i. Les huiles
 - ii. L'huile essentielle de lavande
3. Saponifications
 - i. Équation de la réaction
 - ii. Saponification à chaud
 - iii. Saponification à froid
4. Analyse des composés
 - i. Les huiles
 - a. Indice de saponification
 - b. Indice d'iode
 - ii. L'huile essentielle
5. Analyse des savons : CMC
 - i. Détermination de la CMC du SDS
 - ii. Adaptation aux savons
6. Conclusion

Problématique : étudier la saponification d'huiles végétales dans le cadre de la fabrication d'un savon ainsi que différentes méthodes d'analyse.

1- Introduction



Molécule de savon → sel de sodium ou de potassium formé à partir

- ↙ D'un corps gras
- ↘ D'une base forte



Chaîne organique apolaire et lipophile appelée queue



Groupement carboxylate polaire et hydrophile appelé tête



2- Les composés i- Les huiles

Huile d'olive :

- Très utilisée en savonnerie



*Huile végétale
d'Olive BIO*

Huile de palme :

- Très utilisée en savonnerie



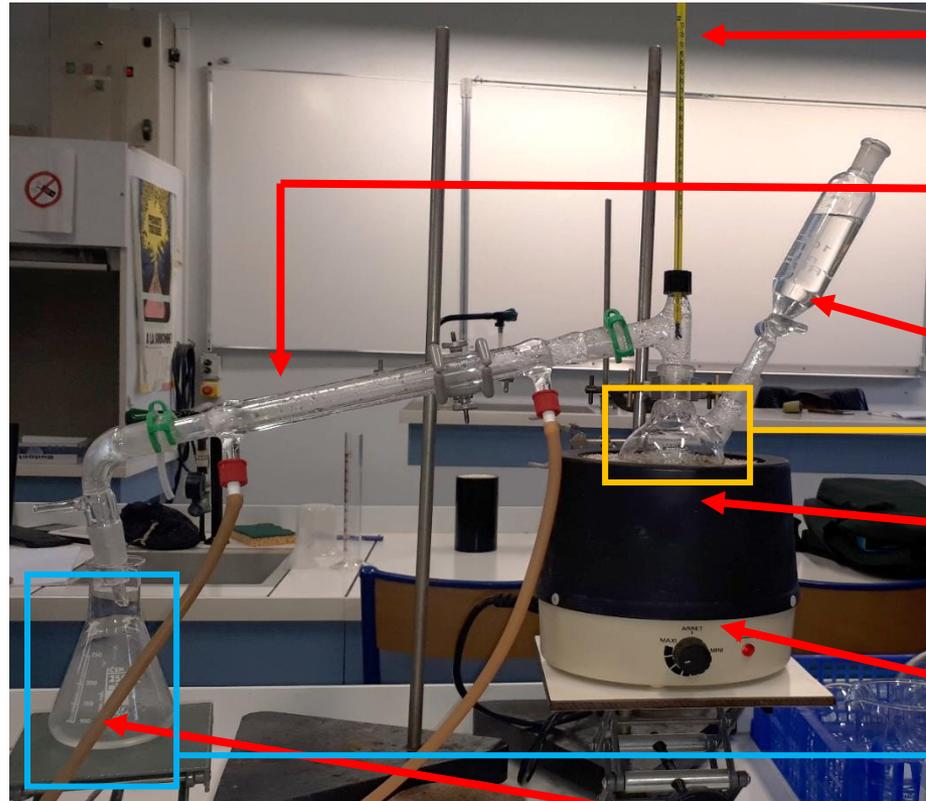
*Huile végétale
de Palme BIO*

2- Les composés

ii- L'huile essentielle

- Hydrodistillation

Montage :



Thermomètre

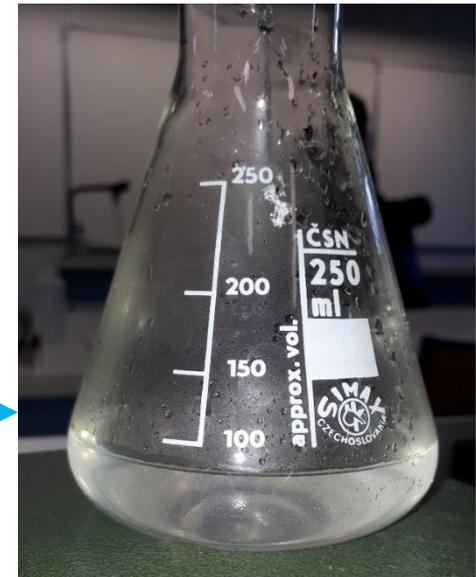
Réfrigérant à eau
droit = condenseur

Ampoule de coulée
contenant de l'eau

Ballon bicol contenant
10g de fleurs de
lavande recouvert d'eau

Chauffe
ballon

Erlenmeyer de
récupération pour le
distillat



2- Les composés

ii- L'huile essentielle

• Relargage :

- Ajout de 3g de chlorure de sodium au distillat



- ✓ Plus soluble dans l'eau que dans la phase organique
- ✓ Augmente la force ionique de la phase aqueuse
→ repousse la phase organique



- ✓ Limite la solubilité des deux phases
- ✓ Facilite la séparation

• Extraction liquide/liquide :

- Séparation des deux phases
- Récupération de la phase organique

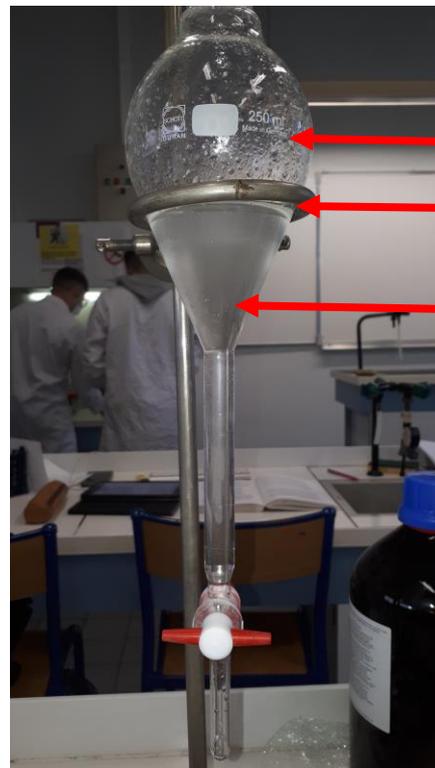
• Séchage de la phase organique :

- Ajout d'une spatule de sulfate de sodium anhydre à la phase organique en agitant

• Filtration :

- Récupération de l'huile essentielle de lavande

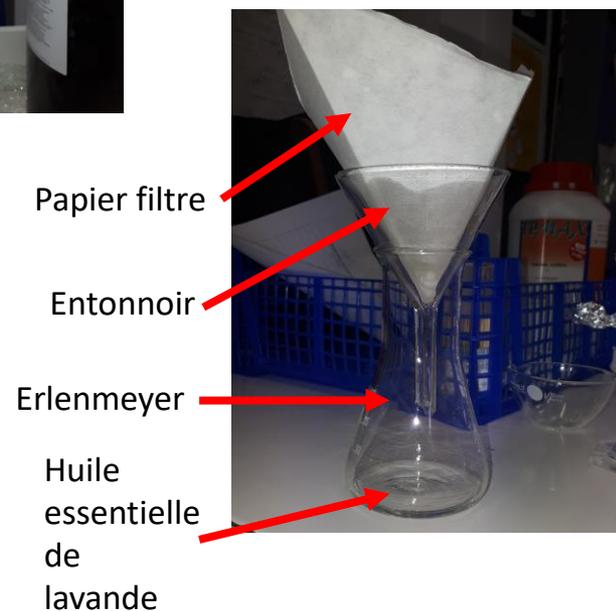
Montage :



Ampoule à décanter

Phase organique

Phase aqueuse



Papier filtre

Entonnoir

Erlenmeyer

Huile
essentielle
de
lavande

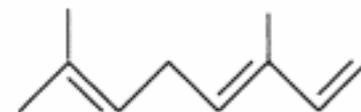
2- Les composés

ii- L'huile essentielle

➤ Constituants principaux de l'huile essentielle de lavande :

Essence	Aspic	Lavande	Lavandin
<i>Composant – %</i>			
α-pinène	1.8	0.25	0.63
camphène	0.8	0.09	0.37
β-pinène	1.95	0.08	0.37
sabinène	0.6	0.04	0.14
myrcène	0.6	0.35	0.44
limonène	0.3	0.16	0.79
cinéole-1,8	25.5	0.40	4.30
cis-β-ocimène	–	7.20	0.73
trans-β-ocimène	–	3.30	0.29
octanone-3	–	0.90	< 0.05
p-cymène	–	0.09	0.14
camphre	18.5	0.18	6.45
linalol	27.3	25.20	31.57
acétate de linalyle	2.9	35.90	30.76
acétate de lavandulyle	0.3	4.00	1.10
terpinène-1-ol-4	0.65	3.50	3.10
β-caryophyllène	1.55	5.00	2.28
lavandulol	0.25	0.70	0.55
α-terpinéol	1.0	0.18	0.22
bornéol	2.5	0.6	2.34
acétate de néryle	–	0.6	0.43
acétate de géranyle	–	0.16	0.36
nérol	–	0.18	0.30
géraniol	–	0.16	0.08

trans-β-ocimène
C₁₀H₁₆



(E)-3,7-diméthyl-octa-1,3,6-triène

cis-β-ocimène
C₁₀H₁₆



(Z)-3,7-diméthyl-octa-1,3,6-triène

linalol
C₁₀H₁₈O



3,7-diméthyl-octa-1,6-diène-3-ol

acétate de linalyle
"bergamol"
C₁₂H₂₀O₂



éthanoate de 3,7-diméthyl-octa-1,6-diène-3-yle

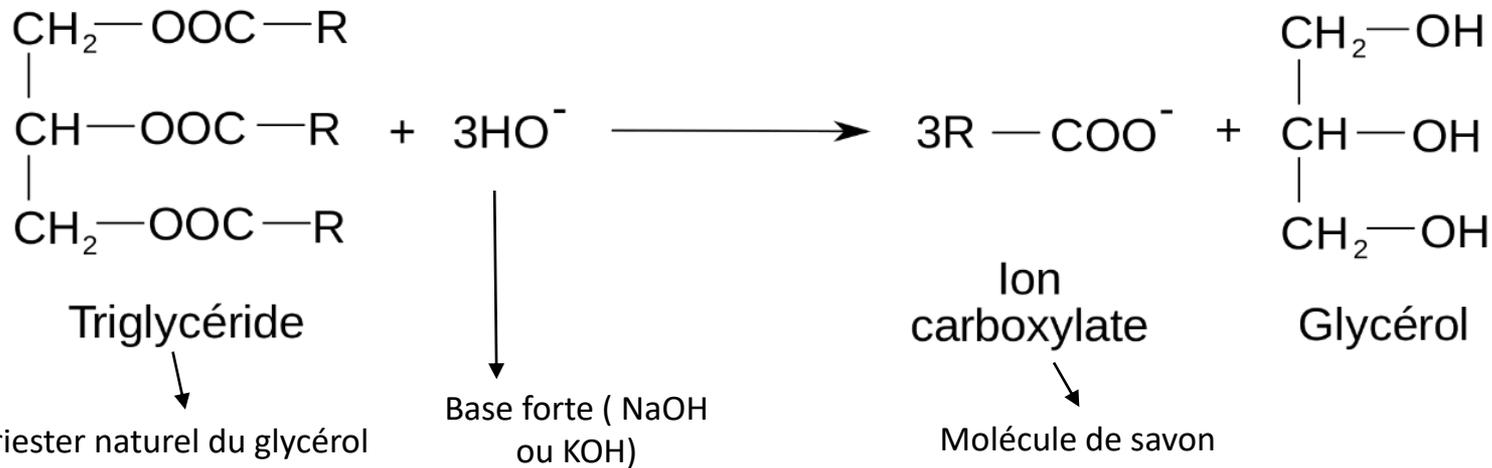
Tableau 1 : Analyses chromatographiques C.P.G. des essences utilisées dans cette étude.

3- Saponifications

i- La réaction



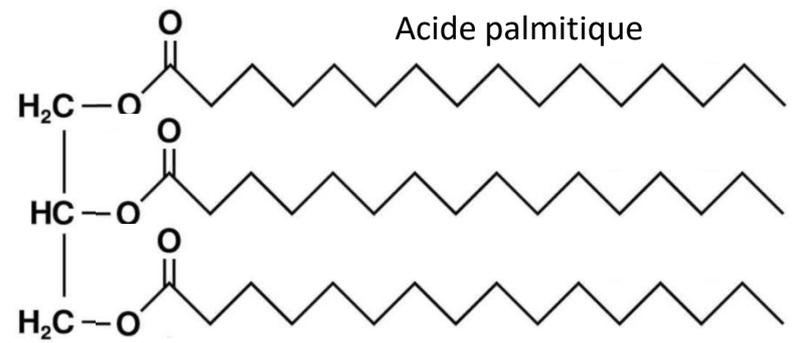
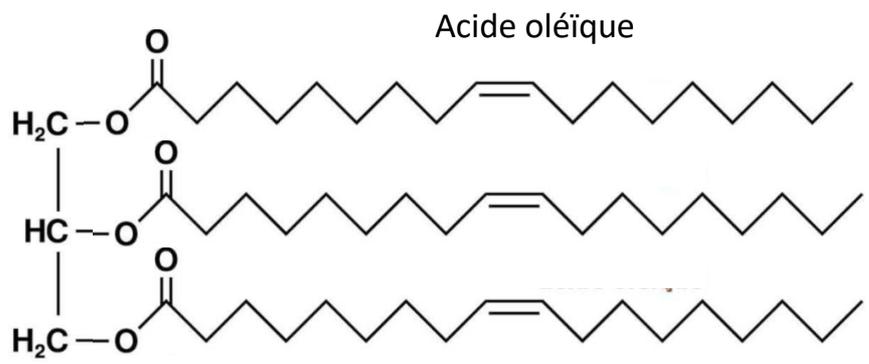
→ Réaction exothermique mise en évidence par Eugène Chevreul en 1823



Triester naturel du glycérol présents dans les corps gras

Base forte (NaOH ou KOH)

Molécule de savon



Huile d'olive	Huile de palme
Acide oléique (77%)	Acide oléique (41%)
X	Acide palmitique (43%)

Surgraissage Savon caustique

3- Saponifications

ii- Saponification à chaud

- Montage :



Réfrigérant à boules

Ballon monocol contenant l'huile d'olive, la base forte (soude), de l'eau et de l'éthanol

Agitateur chauffant

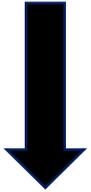
Support élévateur à croisillon

Temps de reflux : 45min/1h

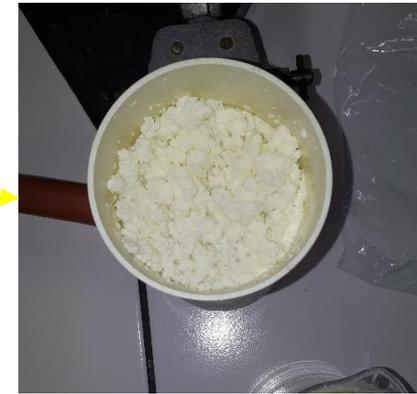
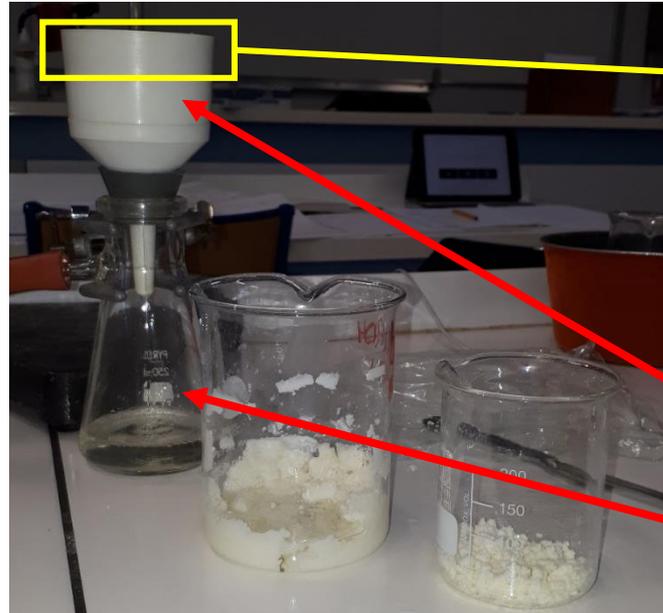
3- Saponifications

ii- Saponification à chaud

- Lavage et filtration :
 - À l'eau
 - Filtration sur Büchner



Éliminer les restes d'hydroxyde de sodium et de glycérol



Filtre Büchner

Erlenmeyer

- Séchage :
 - à l'étuve
 - Température : entre 40°C et 50°C
 - Durée : 3h environ



3- Saponifications

ii- Saponification à chaud

- Résultats :

Savon	Quantité de réactifs	Observation
1	10mL d'huile 10g de soude dans 30mL d'eau 20mL d'éthanol	Obtention d'un savon solide mais trop caustique pH=9
2	30mL d'huile 3,4g de soude dans 9mL d'eau 20mL d'éthanol	Obtention d'un savon à l'aspect pâteux et granuleux → trop d'huile à la fin Surgraissage : 8% pH=7
3	27g d'huile 10g de soude dans 30mL d'eau 20mL d'éthanol	Obtention d'un savon à l'aspect granuleux Surgraissage : 7% pH=7



3- Saponifications

ii- Saponification à chaud

- Principal problème rencontré :

Phase solide/pâteuse

Phase liquide



Problème lors de l'agitation ???

3- Saponifications

iii- Saponification à froid

- Protocole :
 - Eau 80,3g
 - Soude (solide) 29,96g
 - Huile d'olive 143,4g
 - Huile de palme 86,04g
 - Quelques gouttes d'huile essentielle de lavande

Surgraissage : 8%

- Séchage :
 - Coulée dans un moule et couverte pendant 72h
 - Puis à l'air libre pendant 7 semaines

- Résultats :
 - Bonne texture
 - Bonne odeur

Mixeur



3- Saponifications

Saponification	Avantages	Inconvénients
À chaud	<ul style="list-style-type: none">• Production de grande quantité• Savon utilisable quasi immédiatement	<ul style="list-style-type: none">• Savon de qualité moyenne• Consommatrice en eau → pour les différents lavages• Consommatrice en énergie → chauffage, étuve• Étapes intermédiaires
À froid	<ul style="list-style-type: none">• Savon de meilleure qualité• Peu polluante• Rapide à faire	<ul style="list-style-type: none">• Séchage très long → savon pas utilisable immédiatement

4- Analyse des composés

i- Les huiles

a- Indice de saponification

- Montage :



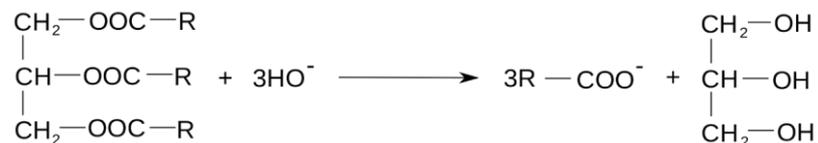
Réfrigérant à eau

Ballon monocol
contenant 1,0g
d'huile d'olive ou de
palme et 50mL de
KOH alcoolique
($c=0,25\text{mol/L}$)

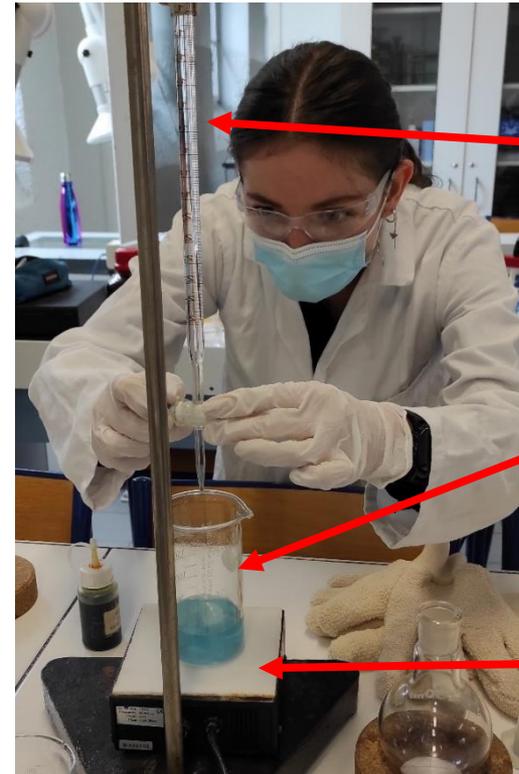
Agitateur magnétique
chauffant

Support élévateur à
croisillon

Équations de réaction :



- Dosage :
- Dosage colorimétrique de l'excès de KOH par H_2SO_4
- Équation : $2\text{OH}^-(\text{aq}) + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq}) \rightarrow \text{SO}_4^{2-}(\text{aq}) + 2\text{H}_2\text{O}(\text{l})$



Burette graduée
contenant H_2SO_4
($c=5,00 \times 10^{-3}\text{mol/L}$)

Bécher contenant l'huile
végétale saponifiée, un
excès de KOH et quelques
gouttes de bromothymol

Agitateur magnétique

4- Analyse des composés

i- Les huiles

a- Indice de saponification

- Calculs :

	2OH⁻(aq)	H₂SO₄ (aq) → SO₄²⁻(aq)		2H₂O(l)
État initial	$n_{excès}$	n_{h2so4}		
État final	$n_{excès} - 2\xi_f$	$n_{h2so4} - \xi_f$	ξ_f	ξ_f

À l'équivalence : $\frac{n_{excès,i}}{2} = \frac{n_{h2so4,versé}}{1}$

$$n_{excès} = 2 * [H_2SO_4] * V_{eq}$$

$$m_{KOH} = (n_{KOH,initial} - n_{excès}) * M(KOH)$$

4- Analyse des composés

i- Les huiles

a- Indice de saponification

- Résultats :

Huile végétale étudiée	Test 1	Test 2	Valeur tabulée
Huile d'olive	(269 $\bar{\pm}$ 8) mg	(258 $\bar{\pm}$ 8) mg	156-184 mg
Huile de palme	(281 $\bar{\pm}$ 8) mg	(286 $\bar{\pm}$ 8) mg	190-205 mg

Résultats surestimés par rapport aux valeurs tabulées

Oxydation des doubles liaisons par O₂(g) ??

Valeur moyenne :

- Huile d'olive : (265 $\bar{\pm}$ 57) mg
- Huile de palme : (285 $\bar{\pm}$ 55) mg

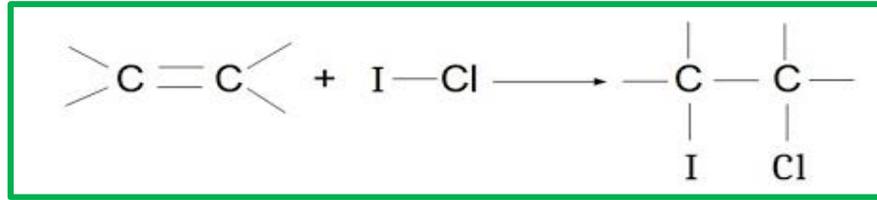
Huile d'olive	Huile de palme
Acide oléique (77%) → M=282,47g/mol	Acide oléique (41%) → M=282,47g/mol
X	Acide palmitique (43%) → M=256,4g/mol

4- Analyse des composés

i- Les huiles

b- Indice d'iode

• Protocole :



Orangé → ICl (coloré) en excès par rapport au corps gras

Erlenmeyer contenant
0,20g d'huile + 25,0mL
de cyclohexane →
incolore

Erlenmeyer contenant 25,0mL
de cyclohexane → incolore

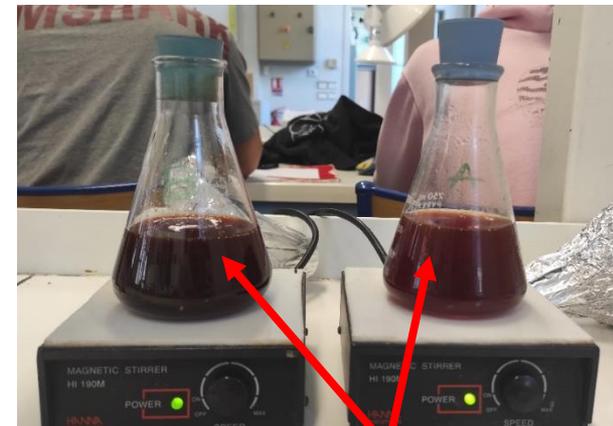
1h d'agitation à l'obscurité



Réaction 1 : addition de ICl(aq) sur les doubles liaisons des acides gras

- Ajout de 100mL d'eau
- Ajout de 20,0mL d'iodure de potassium (c=100g/L)

Agitation pendant 5min



Violet/rougeâtre → I₂ très soluble dans cyclohexane

Réaction 2 : I⁻(aq) + ICl(excès)(aq) → I₂(aq) + Cl⁻(aq)

4- Analyse des composés

i- Les huiles

b- Indice d'iode

• Dosage :

- Dosage colorimétrique de I_2 par une solution de thiosulfate de sodium
- Équation de la réaction : $I_2(aq) + 2S_2O_3^{2-}(aq) \rightarrow 2I^-(aq) + S_4O_6^{2-}(aq)$

➤ Au cours du dosage :



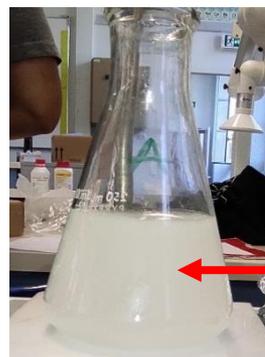
Ajout de quelques gouttes d'empois d'amidon



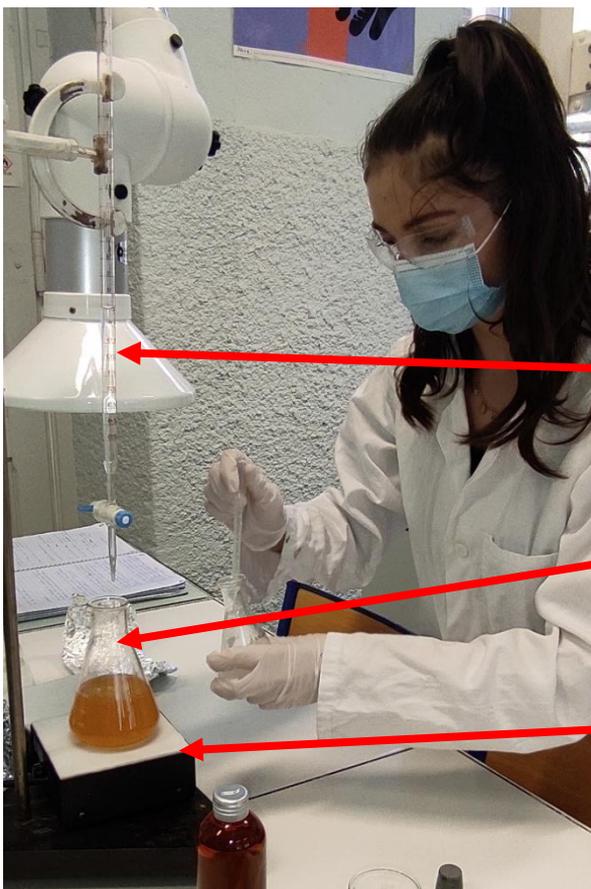
$I_2(aq)$ et l'empois d'amidon \rightarrow complexe bleu intense



Équivalence



Plus de $I_2(aq)$ \rightarrow incolore



Burette graduée contenant $Na_2S_2O_3$ ($c=0,2mol/L$)

Erlenmeyer contenant la solution à doser

Agitateur magnétique

4- Analyse des composés

i- Les huiles

b- Indice d'iode

Réaction 1 : addition de $\text{ICl}(\text{aq})$ sur les doubles liaisons des acides gras

Réaction 2 : $\text{I}^-(\text{aq}) + \text{ICl}(\text{excès})(\text{aq}) \rightarrow \text{I}_2(\text{aq}) + \text{Cl}^-(\text{aq})$

Réaction 3 (dosage) : $\text{I}_2(\text{aq}) + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}(\text{aq}) \rightarrow 2\text{I}^-(\text{aq}) + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}(\text{aq})$

• Calculs :

▪ Quantité de ICl introduite dans l'échantillon B (de référence) :

➤ Réaction 2 donne : $n_{\text{ICl,ref}} = n_{\text{I}_2,\text{formé}}$

➤ Réaction 3 donne à l'équivalence :

$$\frac{n_{\text{I}_2,\text{formé}}}{1} = \frac{n_{\text{S}_2\text{O}_3^{2-},\text{versé}}}{2}$$

➤ D'où : $n_{\text{ICl,ref}} = \frac{[\text{S}_2\text{O}_3^{2-}] * V_{\text{eq},b}}{2}$

▪ Quantité de ICl fixé sur les doubles liaisons dans l'échantillon A (test) :

➤ $n_{\text{ICl,fixé}} = n_{\text{ICl,ref}} - n_{\text{ICl,excès}}$

➤ Or : $n_{\text{ICl,excès}} = \frac{[\text{S}_2\text{O}_3^{2-}] * V_{\text{eq},a}}{2}$

➤ D'où : $n_{\text{ICl,fixé}} = \frac{[\text{S}_2\text{O}_3^{2-}] * V_{\text{eq},b}}{2} - \frac{[\text{S}_2\text{O}_3^{2-}] * V_{\text{eq},a}}{2}$

▪ Calcul de l'indice d'iode :

➤ $n_{\text{I}_2} = n_{\text{ICl,fixé}}$ pour $m=0,2\text{g}$

➤ Pour 100g de corps gras : $m_{\text{I}_2} = \frac{n_{\text{I}_2} * 100}{0,2} * M(\text{I}_2)$

4- Analyse des composés

i- Les huiles

b- Indice d'iode

- Résultats :

Valeur
légèrement
surestimée

Huile végétale étudiée	Test 1	Test 2	Valeur tabulée
Huile d'olive	(114 $\bar{+}$ 6) g	(86 $\bar{+}$ 5) g	75-94 g
Huile de palme	(51 $\bar{+}$ 4) g	X	45-58 g

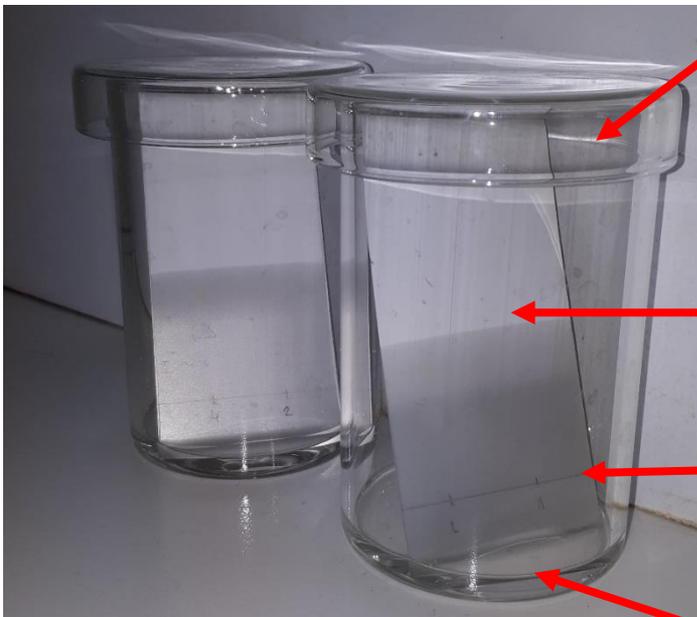
Valeurs comprises dans
l'intervalle

Huile d'olive	Huile de palme
Acide oléique (77%) → acide gras monoinsaturé	Acide oléique (41%) → acide gras monoinsaturé
X	Acide palmitique (43%) → acide gras saturé

4- Analyse des composés

ii- L'huile essentielle

- Chromatographie sur Couche Mince :
- Protocole :



Cuve à chromatographie

Plaque de silice (phase stationnaire)

Dépôts

Éluant (phase mobile) → dichlorométhane



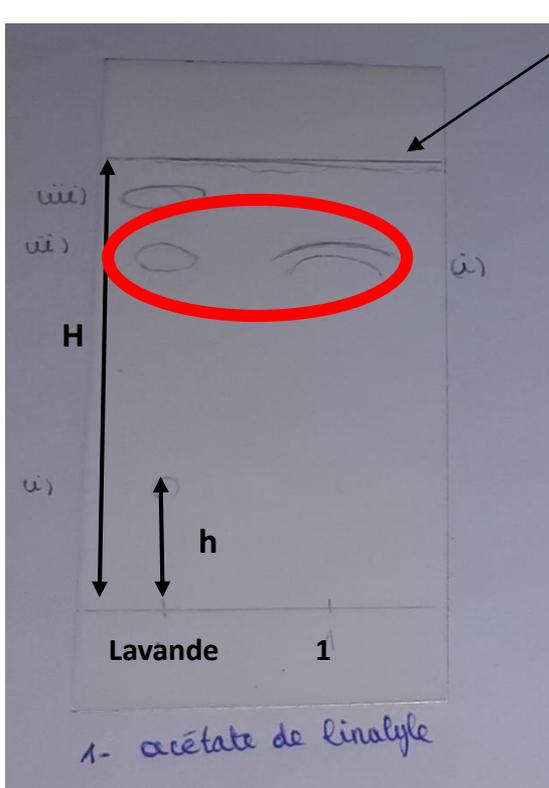
Élution puis révélation sous UV

4- Analyse des composés

ii- L'huile essentielle

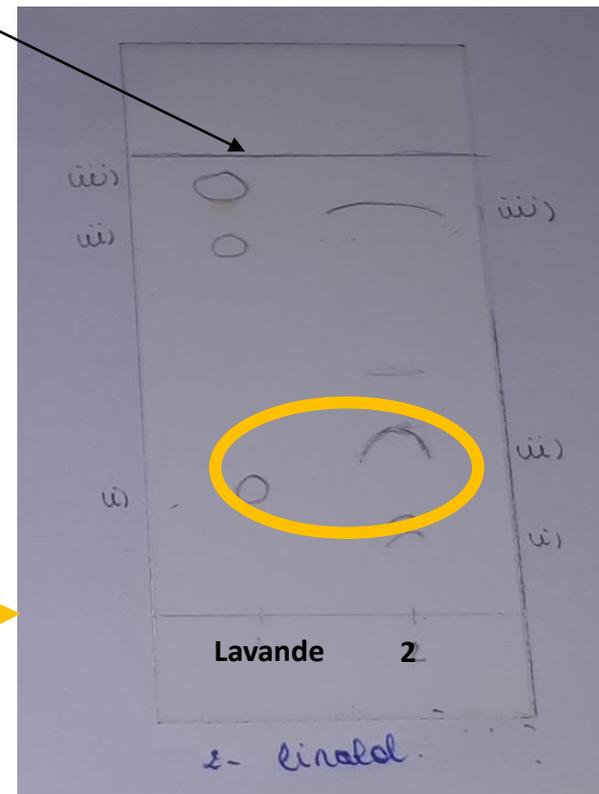
➤ Résultats :

$$\text{Rapport frontal : } R_f = \frac{h}{H}$$



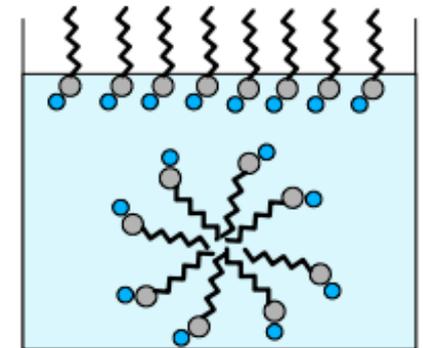
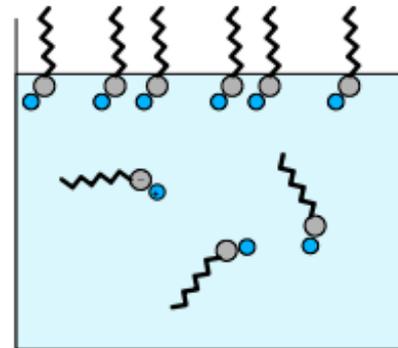
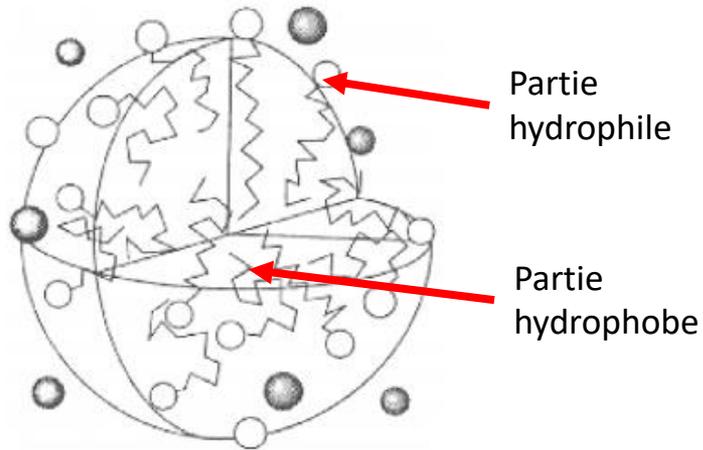
Tâche	Lavande	Acétate de linalyle
1	0,2	0,8
2	0,8	
3	0,9	

Tâche	Lavande	Linalol
1	0,25	0,2
2	0,8	0,3 (++)
3	0,9	0,9



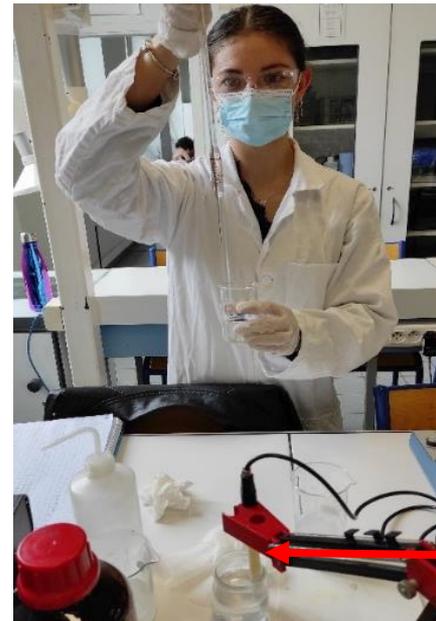
5- Analyse des savons : Concentration Micellaire Critique

➤ Micelles et CMC :



➤ Détermination de la CMC :

- ✓ Différentes solutions de concentration connues
- ✓ Par conductimétrie

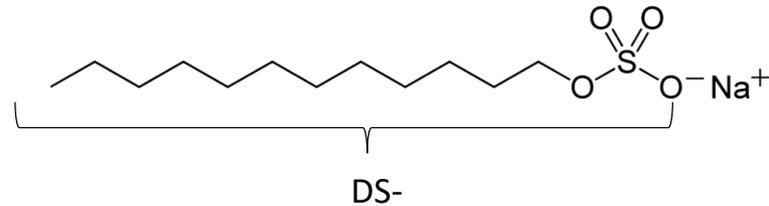


Conductimètre

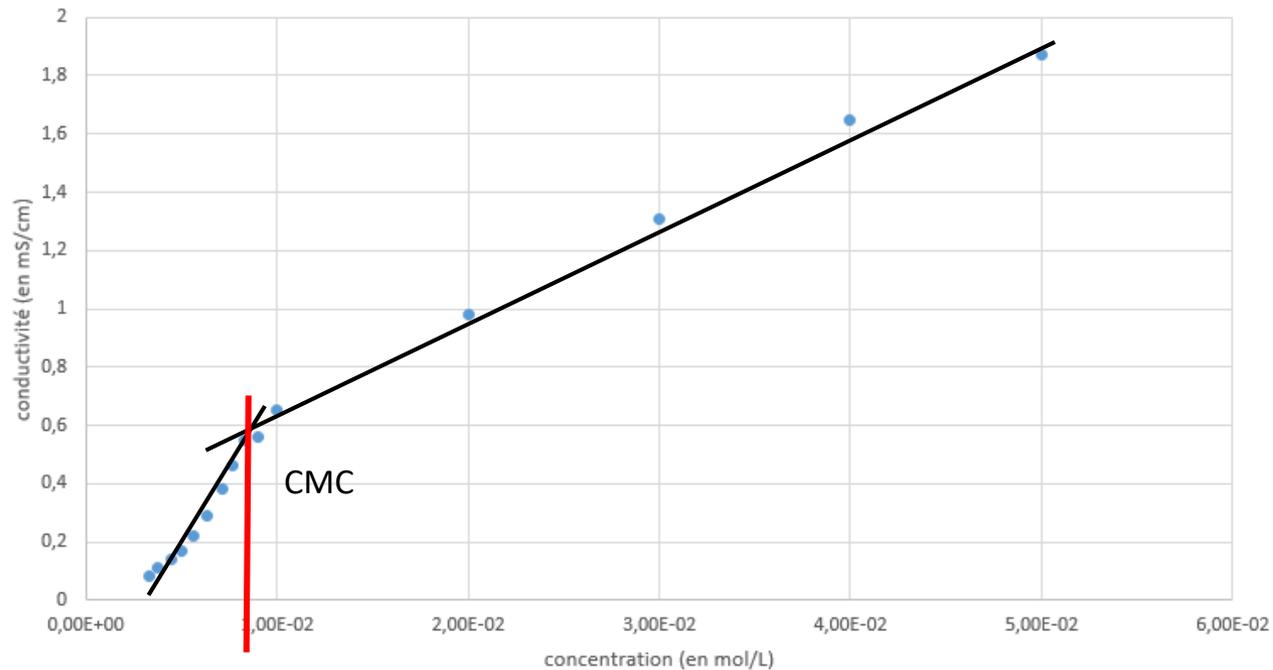
5- Analyse des savons : Concentration Micellaire Critique

i- Détermination de la CMC du SDS

➤ Dédocylsulfate de sodium :



courbe représentant la conductivité (en mS/cm) d'une solution de SDS en fonction de sa concentration (en mol/L)



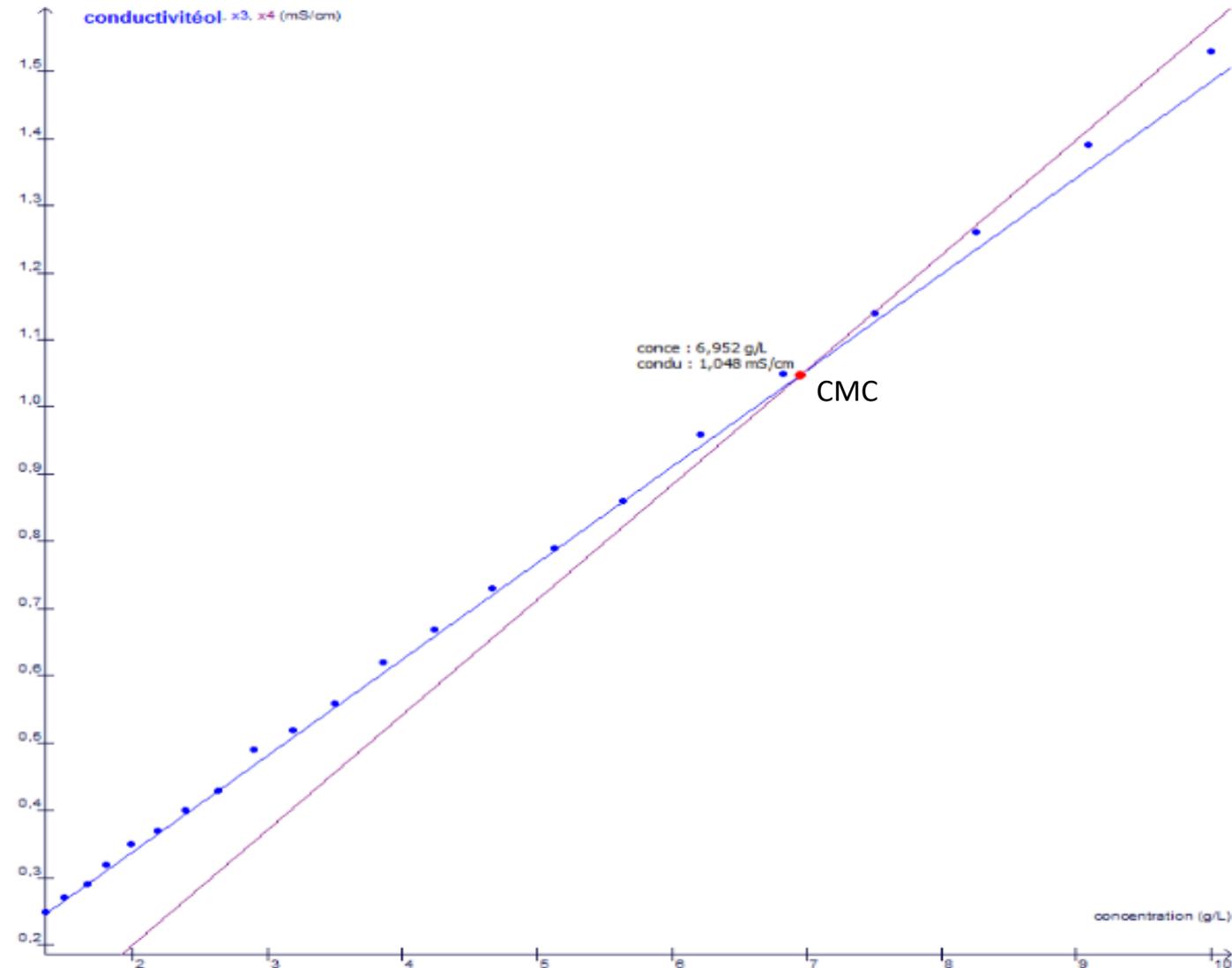
CMC : 8×10^{-3} mol/L

Valeur tabulée : $8,6 \times 10^{-3}$ mol/L

5- Analyse des savons : Concentration Micellaire Critique

ii- Adaptation à mes savons

➤ Savon à partir de l'huile d'olive :

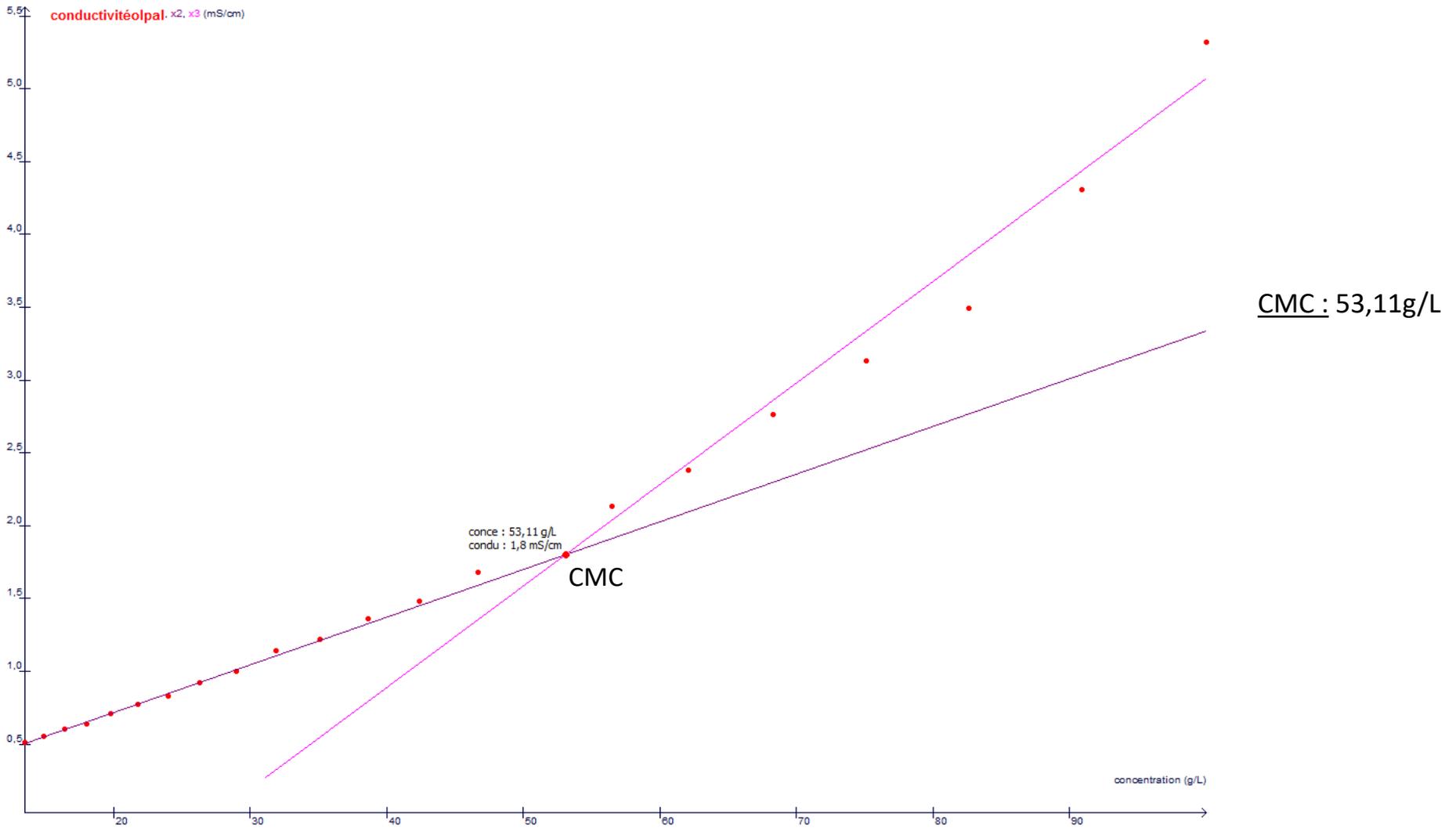


CMC : 20,08g/L

5- Analyse des savons : Concentration Micellaire Critique

ii- Adaptation à mes savons

➤ Savon à partir de l'huile d'olive et de l'huile de palme :



6- Conclusion

- Une petite quantité de savon de qualité sans trop polluer → saponification à froid
- Plus grande quantité de savon → saponification à chaud mais moins bonne qualité et plus polluante
- Utilisé peu de base forte → indice de saponification plus faible tel que huile d'olive mais attention à la durée de conservation car indice d'iode plus grand
- Longue durée de conservation → indice d'iode faible tel que l'huile de palme
- Quelques exemples de savon : (<https://www.aroma-zone.com/info/fiche-savoir-faire/la-saponification-a-froid>)

Savon au beurre de Cacao (300 g)

- Huile d'Olive : 120 g (40%)
- Beurre de Cacao : 75 g (25%)
- Huile de Coco : 60 g (20%)
- Huile de Ricin : 45 g (15%)

Savon au beurre de Karité (300 g)

- Huile d'Olive : 90 g (30%)
- Beurre de Karité : 90 g (30%)
- Huile de Macadamia : 90 g (30%)
- Huile de Babassu : 30 g (10%)

Base ultra-simple Palme-Olive-Coco (1 kg)

- Huile de Palme : 300 g (30%)
- Huile d'Olive : 450 g (45%)
- Huile de Coco : 250 g (25%)

Savon à l'huile d'Olive (300 g)

- Huile d'Olive : 255 g (85%)
- Huile de Babassu : 45 g (15%)