MANAGEMENT
D'UN SYSTEME ENVIRONNEMENTAL INTEGRE

LA FORMATION
DU MAITRE SAVONNIER

--- Préparation à la certification ISO 14001 ---

Par GILBERT GUILLAMOT - Ingénieur AgroParisTech Massy,
& Mélanie ALBERT – Conservatoire National des Arts & Métiers.

WWF®

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY

Global Reporting Initiative™

ENVIRONNEMENT
Entreprise certifiée
AFAQ ISO 9001 SMS 18001 ISO 14001
QUALITE SECURITE

NF ENVIRONNEMENT

IPCC
INTERGOVERNMENTAL PANEL ON CLIMATE CHANGE
WMO UNEP

Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable

PRODUIT CONSO RESPONSABLE
meilleur pour vous meilleur pour tous

THE EARTH ORGANIZATION
PERSONNE NE SURVIT SEUL

Plateforme pour le Commerce Équitable

UNEP

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
DRIRE
Directions Régionales de l'Industrie, de la Recherche et de l'Environnement

AFAQ ISO 14001

FRANCE NATURE ENVIRONNEMENT

AB AGRICULTURE BIOLOGIQUE

C 100% M 0% Y 0% K 100%
Warm Red C 0% Y 100% K 100%

Votre planète a besoin de VOUS!
UNis contre le changement climatique
PNUE
JOURNEE MONDIALE DE L'ENVIRONNEMENT, 5 Juin 2009

PEFC™
PEFC/10-31-1328

FSC
BV-COC-874618

IMPRIM'VERT
Votre imprimeur agit pour l'environnement

PAPIER RECYCLE

Papier recyclé

80% PAPIER RECYCLÉ

protège Notre environnement
Fabriqué pour partie en matière recyclée

BOTTLE MADE WITH AT LEAST 25% RECYCLED PLASTIC

Papier recyclé

papier recyclé

working with the Carbon Trust
100g CO2

CARBON TRUST
Making business sense of climate change

C 0% M 0% Y 0% K 100%

Votre planète a besoin de VOUS!
UNis contre le changement climatique
PNUE
JOURNEE MONDIALE DE L'ENVIRONNEMENT, 5 Juin 2009

QCM ENVIRONNEMENT^2

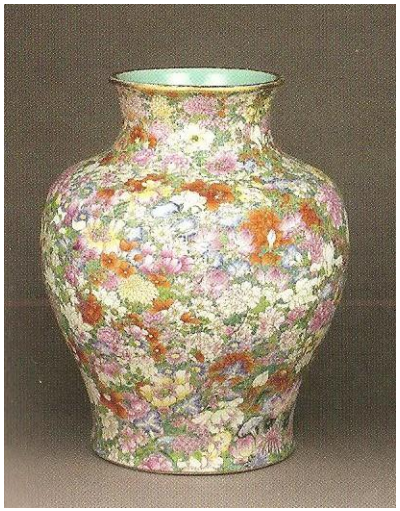
!!! ISO 14000 !!!

1 kWh = xxx mg CO2
5 < xxx < 1600

Questionnaire à Choix Multiples

***

Travail Individuel
Correction Collective



人皆尊其知之所知, 而莫知恃其知之所不知而后知, 可不謂大疑乎!

Ren jie zun qi zhi zhi suo zhi, er mo zhi shi qi zhi zhi suo bu zhi er hou zhi, ke bu wei da yi hu!

Les hommes vénèrent ce que leur connaissance leur à fait connaître, mais ne savent pas comment prendre appui sur ce qui est *au-delà* de ce qu'ils connaissent. N'est-ce pas là ce qu'on appelle la grande incrédulité! [*Zhuangzi*, chapitre 25]

COURS DE SAVONNERIE INDUSTRIELLE

Destiné aux savonniers, acheteurs de matières et emballages, techniciens de formulation Cosmétiques et Contrôle de la Qualité, agents de Maintenance, techniciens comptables

Module pour agents de sécurité

Sommaire

LA FORMULATION DU SAVON

- Diagrammes
- Formules commerciales

SAVON DE MARSEILLE

- Analyse chimique en savonnerie
- Solutions électrolytes
- Procédé de saponification à contre courant
  - Etapes de la formulation
  - Conduite des opérations de savonnerie
  - Gestion des matières
  - Gestion de la qualité et de la sécurité

FABRICATION AU CHAUDRON

- Chaudrons
- Saponification
- Lavages
- Liquidation
- Séchage

COMPLEMENTS DE FORMULATION

- Fillers
- Additifs cosmétiques
- Coloration
- Parfumage

SOUS PRODUITS DU SAVON

- Glycérine
- Sel
- Rejets & Environnement

MAINTENANCE

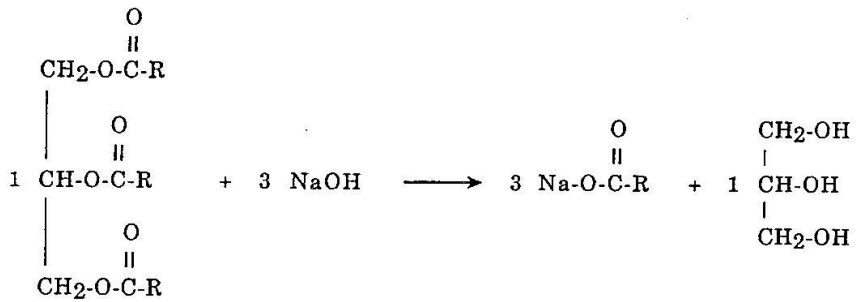
SUIVI QUALITE & PERFORMANCE

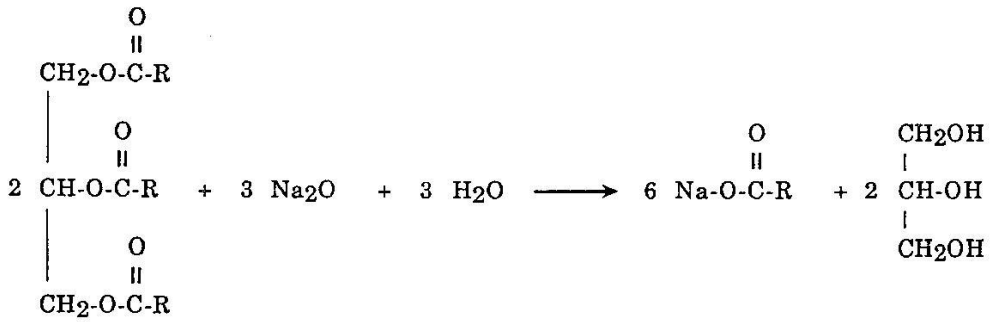
- Relevés Statistiques
- Méthodes d'analyses
  - Analyses physico-chimiques
  - Approche et avantages de l'Analyse Sensorielle
  - Le Bon sens et la Qualité
  - Tests de Vieillissement et Durabilité des produits

ISO 14001 & PROSPECTIVES

LA REACTION DE SAPONIFICATION

Les deux écritures





ANCIENNE SAVONNERIE MARSEILLAISE

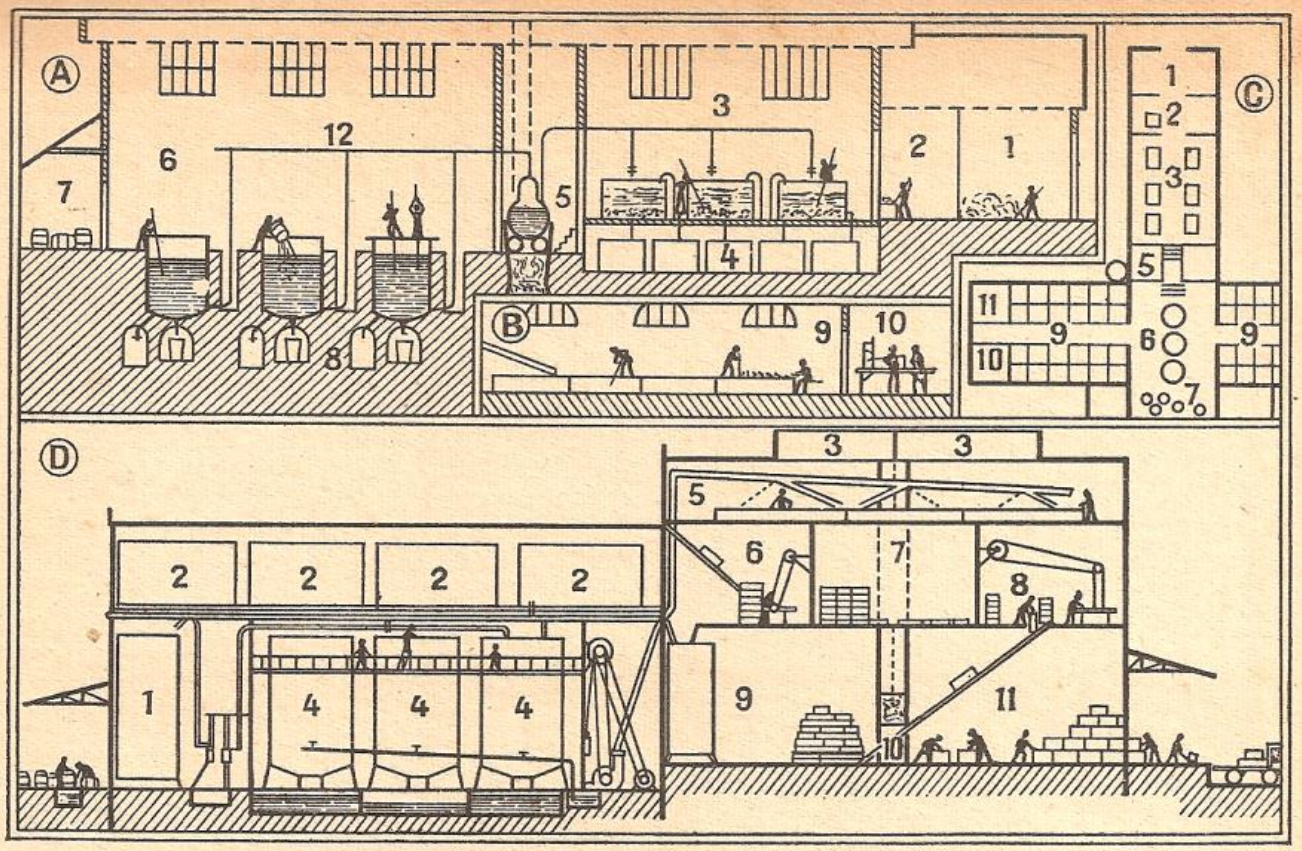


Fig. 28. — La savonnerie marseillaise, hier et aujourd'hui.

A. *Savonnerie ancienne* (coupe de profil) : 1, magasin des soudes; 2, magasin de la chaux et « picadou » (table de broyage); 3, lessiveurs; 4, réservoirs à lessives; 5, chaufferie ; 6, chaudrons de saponification; 7, magasin des huiles; 8, caves d' « épinage ». — B. *La même* (coupe d'une aile, de face) : 9, mises et coupage du savon; 10, atelier de mise en pains. — C. *La même* (plan) : 11, atelier d'emballage. — D. *Savonnerie moderne* (coupe de profil) : 1, piles à huile; 2, réservoir à lessives; 3, réservoirs à eau; 4, chaudrons (et, à droite, pompes) ; 5, mises; 6, coupage; 7, étuve; 8, frappe des pains; 9, fonte des retailles; 10, monte-charge; 11, emballage et expédition.

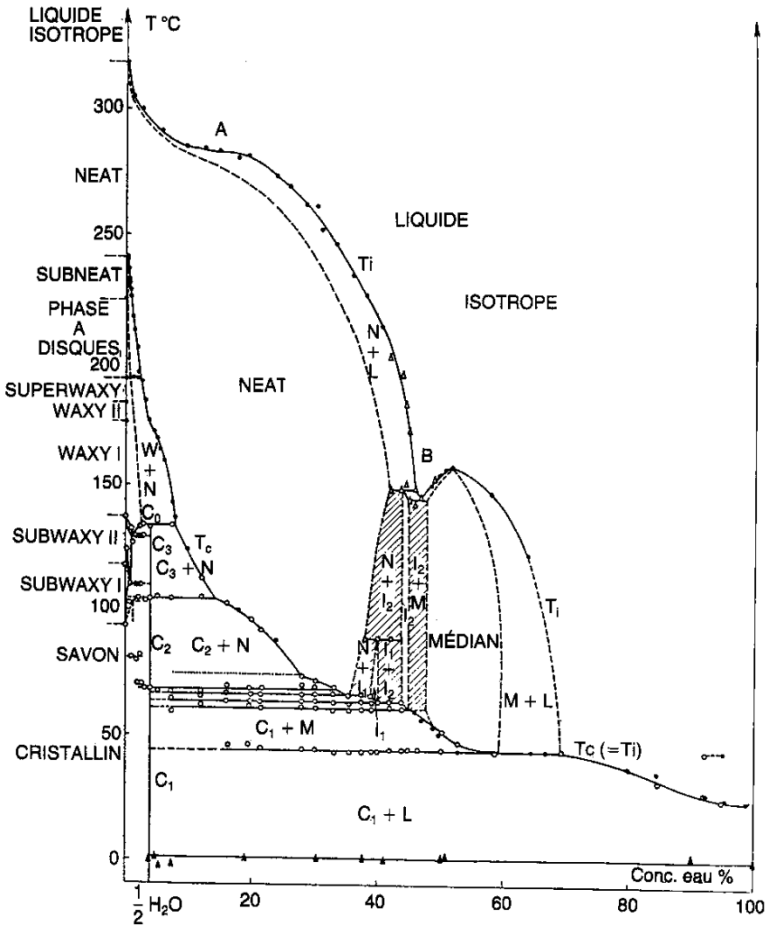
LA FORMULATION DU SAVON

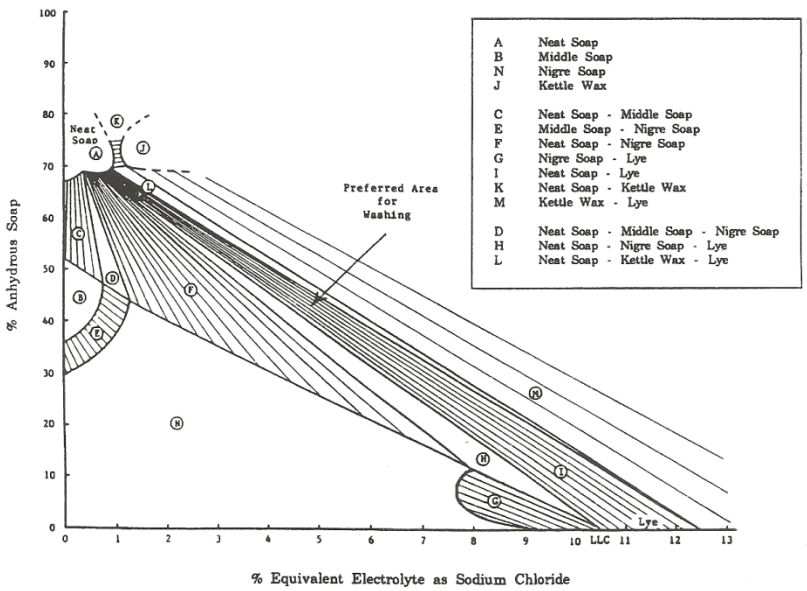
Diagrammes

Formules Commerciales

Les Diagrammes des Savonniers

graphiques





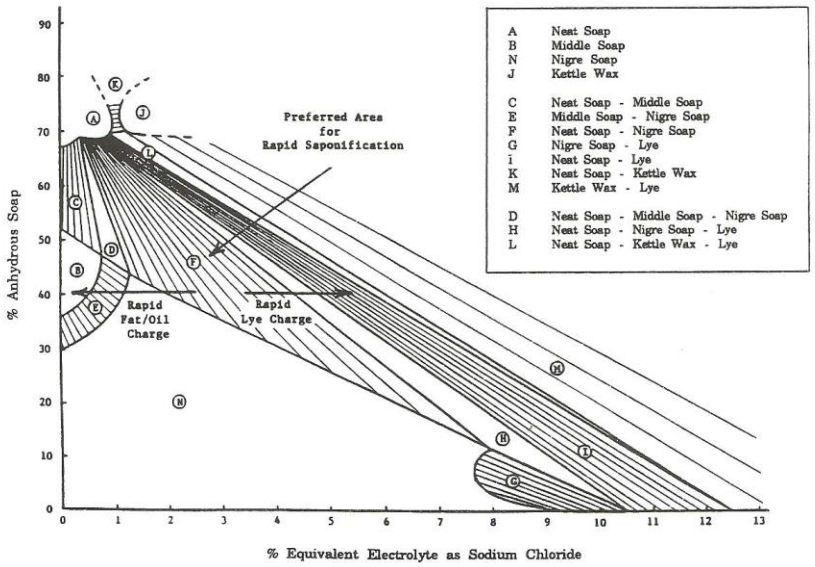
Ci-dessus d'après Mac Bain

Ci-contre d'après Madelmont et Perron

Système Laurate de sodium-eau

Les Diagrammes des Savonniers

graphiques



% TOTAL FATTY ACIDS (TFA)

vs.

% WATER CONTENT

Saponification Value = 215

Acid Value = $\frac{56,100}{215}$ = 261

Fa + NaOH = Na Soap + H_2O

261 + 40 = 283 + 18

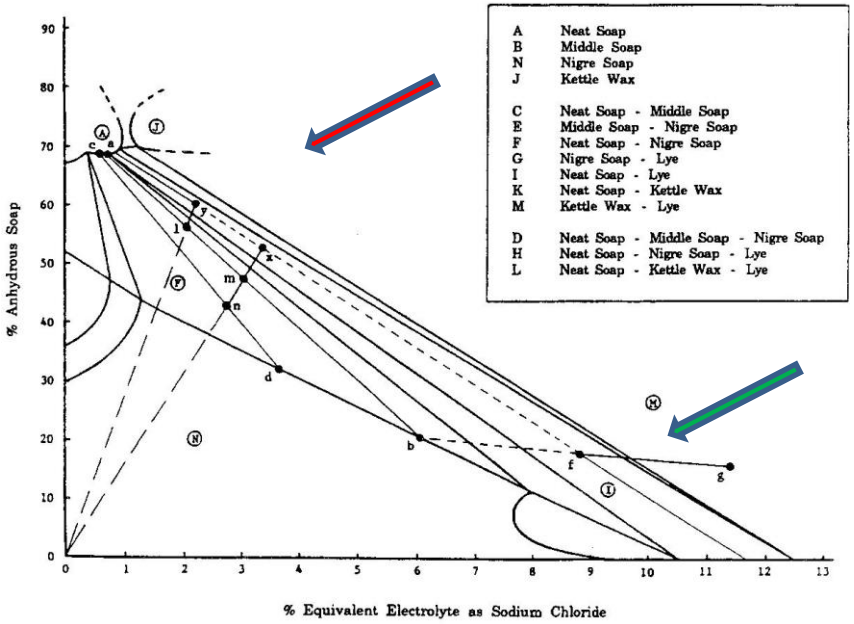
$\frac{283}{261}$ = 1.084

TFA = $\frac{99 - \text{water content}}{1.084}$ or water content = 99 - 1.084 TFA

% TFA	% SOAP	% SODIUM CHLORIDE + GLYCERINE	% ANHYDROUS SOAP	% WATER
61	66.1	0.8	66.9	33.1
62	67.2	0.8	68.0	32.0
63	68.3	0.8	69.1	30.9
64	69.4	0.8	70.2	29.8
66	71.5	0.8	72.3	27.7
68	73.7	0.9	74.6	25.4
70	75.9	0.9	76.8	23.2
72	78.0	0.9	78.9	21.1
74	80.2	0.9	81.1	18.9
76	82.4	1.0	83.4	16.6
78	84.5	1.0	85.5	14.5
79	85.6	1.0	86.6	13.4
80	86.7	1.0	87.7	12.3
81	87.8	1.0	88.8	11.2
82	88.9	1.0	89.9	10.1
84	91.0	1.1	92.1	7.9
86	93.2	1.1	94.3	5.7

Les Diagrammes des Savonniers

graphiques



Ci-dessus d'après Mac Bain

Conduite de la liquidation :

La composition du mélange avant liquidation doit être ajustée pour éviter la production excessive de gras

Conduite du Grainage :

Gras Initial (point b)

% Savon Anhydre = 22 %

% Electrolyte Eq = 6 %

Objectif mélange grainage (point f)

Grainé/Lessive Grainage = 40 %

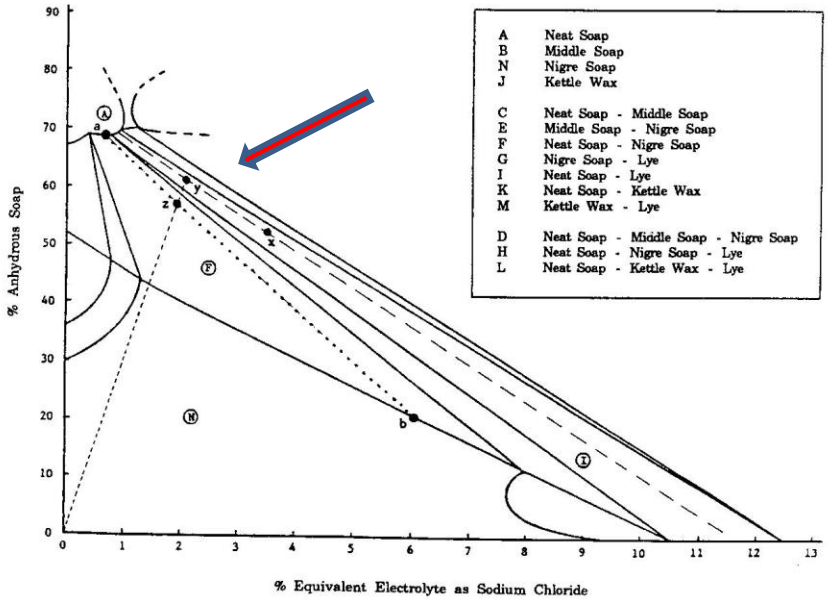
% Electrolyte Lessive Grainage

Na_2O = 2.8 %

NaCl = 6 %

Les Diagrammes des Savonniers

graphiques

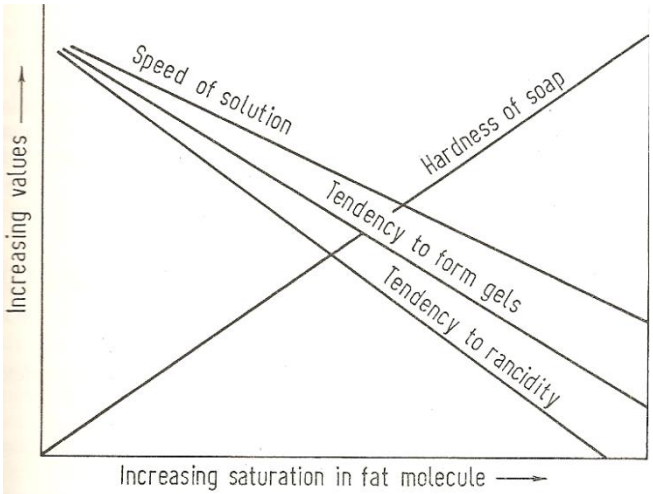


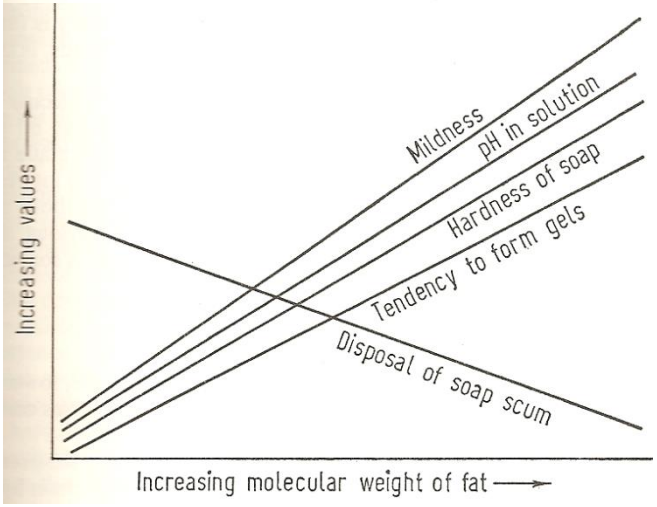
Ci-dessus d'après Mac Bain

Conduite de la liquidation 75/25:

% savon lisse	= (bz/ab)x100
	= 75 %
% Gras	= (az/ab)x 100
	= 25 %
% Savon Anhydre	= 58 %
% Electrolyte Eq	= 2 %
% Eau	= 40 %

Les formules commerciales de savons





<u>Type savon de Marseille</u>

- ***Huile de Palme, Huile de Palmiste, Coprah, Suifs, saponifiés à la soude caustique ou à la potasse puis soumis à un long processus d'épuration et à un séchage/malaxage sous vide.***

Recherche d'une structure cristalline

<u>Le savon d'empâtage</u>

- Les mêmes produits mais sans le processus d'épuration

<u>Le savon d'ALEP</u>

- Huile d'olive deuxième pression à froid saponifiée au carbonate de soude mélangé avec des extraits de baie de Laurier .

Les formules commerciales de savons
Principes

Récupération des sous produits

- Suifs d'origine animale
- Stéarine de l'huile de palme

Recherche de la consistance du savon

- Le savon mou à la potasse
- Le savon dur à la soude caustique
- Le savon artisanal au carbonate de soude

Recherche des effets moussant & adoucissant

- huiles lauriques (coprah, palmiste)
- Huile d'olive
- Huile d'amande douce
- Lanoline
- Glycérine raffinée

Les savons de ménage

- A 72% de matière active et 27 % d'eau

Les savons de toilette

- A 80% de matière active et 19% d'eau
- Ingrédients colorant, parfum , adoucissant, antioxydants

Les copeaux de savon

- A 72 et 80%

Les savons liquides

- A base d'huiles alimentaires non concrètes
- A base de composés de synthèse, alcools gras éthoxylés sulfatés, additifs divers

Les formules commerciales de savons

Erreurs à éviter

A la réception des matières premières :

- Présence excessive d'hydrosulfite $Na_2S_2O_4$ pouvant réagir avec EDTA pour générer des colorations accidentelles.
- Utilisation de BHA créateur de colorations accidentelles.
- Titre du mélange des huiles inférieur à 36 %
- Non respects des standards de sélection des matières premières à l'entrée :
  - Taux excessif d'acides gras libres > 5%
  - Couleur des huiles > 3 red
  - Durée et chauffage excessifs du stockage en cuve (<66°C) (3 semaines , 55 °C), CO_2 ou N_2
  - Taux d'humidité élevé des huiles (hydrolyse)
  - Présence d'atomes métalliques oxydants (Cu, Fe)
  - Huiles dénaturées (riches en corps gras insaturés) .
  - Odeurs défavorables des huiles par peroxydation
  - Sel et électrolytes non purifiés présence magnésium
  - présence de produits chlorés dans l'eau de process
  - Excès de conservateurs dans les huiles :
    - acide citrique 100 ppm (sol 50%)
    - BHT 100 ppm (sol 15%)
  - Injection air ou vapeur
  - Nettoyage des tanks après ¾ rempotages

En cours de fabrication :

- Résidu caustique excessif > 0.08%
- Présence insaponifié dans le produit fini
- Excès de séchage au conditionnement
- Lavages insuffisants et excès d'électrolytes dans le savon
- Séparation lisse/nègre insuffisante en liquidation
- Recyclage trop important au dernier malaxage
  - Points secs
  - TCC

SAVON DE MARSEILLE

L'Analyse chimique en savonnerie
Les solutions électrolytes
Le procédé de saponification à contre courant

L' analyse chimique en savonnerie

Les objectifs des mesures opérationnelles :

- Evaluer et fixer les Standards de qualité des produits entrants et sortants
- Préparer la formulation des savons de pour le savonnier
- Déterminer les rendements théoriques et réels en Savon et en Glycérine
- Estimer les pertes en Savon, en Glycérine, et en sels durant le cycle de fabrication.

Equivalence des Indices Saponification (SV):

Définition : l'indice de saponification est le nombre de mg de potasse caustique KOH pour saponifier 1 g de matières grasses.

On écrit : SV= y% KOH

y % KOH = 0.553 y %Na2O Eq

= 0.713 y %NaOH Eq

= 0.84 y %K2O Eq

X %NaOH = 0.775 X % Na2O Eq

X et y (mg)= valeurs numériques déterminées en Laboratoire

Substance	KOH	NaOH	Na2O	K2O
Poids Moléculaire	56.1	40	62	47.1

L' analyse chimique en savonnerie

d'après E Woollatt

Oil or fat	Figures on fats						Figures on fatty acids		
	SV		IV						
	Range	Selected	Range	Selected	Unsaponi-fiable	Special tests	Fatty acid ratio	IV	Titre °C
Beef tallow[a]	190–200	197	34–47	45	0.2–1.0		9.1	47	40–46
Mutton tallow[a]	192–198	197	35–46	40	0.2–1.0		9.1	42	43–48
Greases[a]	186–198	–	48–58	–	0.5–2.0		9.4	50	36–40
Palm oil	195–205	200	45–60	53	1.0		8.9	55	38–47
Lard	192–203	196	53–59	59	0.6		9.2	62	32–43
Coconut oil	255–263	257	7–10	9	0.5–1.0		6.8	10	20–24
Palm kernel oil	242–255	246	14–21	17	0.5–1.0		7.2	18	20–28
Olive oil	190–196	192	79–90	84	1.0–1.8		9.2	87	17–26
Groundnut oil	188–196	193	82–99	90	1.0	Arachidic acid test	9.2	95	26–32
Cottonseed oil	189–198	196	100–115	109	1.5	Halphen test	9.2	115	30–38
Maize or corn oil	187–196	192	103–128	122	2.0–2.5		9.2	128	14–20
Soyabean oil	189–195	192	128–143	132	1.0–1.5		9.2	139	20–21
Sunflower oil	188–194	192	122–136	132	Trace–1.5		9.2	139	16–20
Sesame oil	188–193	192	105–118	109	1.5–2.0	Baudouin test	9.2	115	20–25
Rapeseed I oil	168–178	174	97–110	101	1.5	Erucic test	10.4	106	11–15
Rapeseed II oil	–	–	100–105	–	–		–	–	–
Whale oil	185–202	192	97–140	–	Max 2.0	Hexabromides test	9.3	126	22–24
Herring oil	179–192	186	110–155	–	1.0–3.0	Hexabromides test	9.7	147	25
Menhaden oil	188–199	–	150–190	–	1.0–2.0	Hexabromides test	9.2	165	32
Castor oil	177–187	181	81–91	85	1.0	High hydroxyl value	10.0	90	–

[a]See also Section 3.5.
Figures given by different authorities vary considerably; those quoted should be taken only as approximate indications.

Les solutions électrolytes

Gestion des solutions

Maîtrise des flux de Lessives :

Pour minimiser l'apport d'eau et placer la concentration en glycérol à 14/15% dans les rejets, le rapport :

Poids lessives glycérineuses / PoidsMatières grasses

doit se situer entre 0.5 et 0.7

Les lessives de lavage seront totalement recyclées dans le cas du système à Contre courant.

Les volumes des lessives de lavage et ratios recommandés tout au long du cycle doivent être respectés (diapo n°) pour de rentabilité optimale en production, et l'économie des matières et de l'énergie.

Gestion des Electrolytes en solution :

Les électrolytes mis en œuvre en savonnerie sont les sels et les hydroxydes et les sels de métaux alcalins Na sodium, K potassium, Ca calcium.

Les hydroxydes de soude NaOH ou de potasse KOH, sont souvent exprimés en Oxydes équivalents pour faciliter les calculs du savonnier. Ils sont employés comme bases pour la saponification et la neutralisation des acides gras, et ajoutent un effet de relargage sur le savon en solution.
Les solutions sont préparées à des concentrations > 40% KOH.

Le carbonate de soude est aussi utilisé pour saponifier les matières grasses.

Le chlorure de sodium ClNa est employé en savonnerie pour son effet de relargage . Souvent associé à d'autres sels (Mg), son usage en savonnerie nécessite une épuration préalable.
Les solutions sont préparées à des concentrations proche de la saturation soit 24% ClNa.

Les effets de relargage ou grenage des électrolytes différent selon la nature chimique

Nature électrolyte	ClNa	Na2O	NaOH	Na2CO3	na2SO4
Quantité équivalente	1	0.67	0.86	1.84	2.00

Exemple : la solution aqueuse contenant 4% de chaque ingrédient: NaCl, NaOH, Na2 CO3, Na2SO4 aura *un effet équivalent électrolyte EQ* de

4/1 + 4/0.86 + 4/1.84 + 4/2 = 12.82

Les solutions électrolytes

Tables

CONVERSION DE ° BAUME A PESO ESPECIFICO S. Gravity of Lyes

°Be	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9	°Be
0	1.0000	1.0007	1.0014	1.0021	1.0028	1.0035	1.0042	1.0049	1.0055	1.0062	0
1	1.0069	1.0076	1.0083	1.0090	1.0097	1.0105	1.0112	1.0119	1.0126	1.0133	1
2	1.0140	1.0147	1.0154	1.0161	1.0168	1.0175	1.0183	1.0190	1.0197	1.0204	2
3	1.0211	1.0218	1.0226	1.0233	1.0240	1.0247	1.0255	1.0262	1.0269	1.0276	3
4	1.0284	1.0291	1.0298	1.0306	1.0313	1.0320	1.0328	1.0335	1.0342	1.0350	4
5	1.0357	1.0365	1.0372	1.0379	1.0387	1.0394	1.0402	1.0409	1.0417	1.0424	5
6	1.0432	1.0439	1.0447	1.0454	1.0462	1.0469	1.0477	1.0484	1.0492	1.0500	6
7	1.0507	1.0515	1.0522	1.0530	1.0538	1.0545	1.0553	1.0561	1.0569	1.0576	7
8	1.0584	1.0592	1.0599	1.0607	1.0615	1.0623	1.0630	1.0638	1.0646	1.0654	8
9	1.0662	1.0670	1.0677	1.0685	1.0693	1.0701	1.0709	1.0717	1.0725	1.0733	9
10	1.0741	1.0749	1.0757	1.0765	1.0773	1.0781	1.0789	1.0797	1.0804	1.0812	10
11	1.0820	1.0829	1.0837	1.0845	1.0853	1.0861	1.0870	1.0878	1.0886	1.0894	11
12	1.0902	1.0910	1.0919	1.0927	1.0935	1.0943	1.0952	1.0960	1.0968	1.0977	12
13	1.0985	1.0993	1.1002	1.1010	1.1018	1.1027	1.1035	1.1043	1.1052	1.1060	13
14	1.1068	1.1077	1.1085	1.1094	1.1103	1.1111	1.1119	1.1128	1.1137	1.1145	14
15	1.1154	1.1162	1.1171	1.1180	1.1188	1.1197	1.1206	1.1214	1.1223	1.1232	15
16	1.1240	1.1249	1.1258	1.1267	1.1275	1.1284	1.1293	1.1302	1.1310	1.1319	16
17	1.1328	1.1337	1.1346	1.1355	1.1364	1.1373	1.1381	1.1390	1.1399	1.1408	17
18	1.1417	1.1426	1.1435	1.1444	1.1453	1.1462	1.1472	1.1481	1.1490	1.1499	18
19	1.1507	1.1517	1.1526	1.1535	1.1545	1.1554	1.1563	1.1572	1.1581	1.1591	19
20	1.1600	1.1609	1.1619	1.1628	1.1637	1.1647	1.1656	1.1665	1.1675	1.1684	20
21	1.1694	1.1703	1.1712	1.1722	1.1731	1.1741	1.1750	1.1760	1.1769	1.1779	21
22	1.1789	1.1798	1.1808	1.1817	1.1827	1.1837	1.1846	1.1856	1.1866	1.1876	22
23	1.1885	1.1895	1.1904	1.1915	1.1924	1.1934	1.1944	1.1954	1.1964	1.1974	23
24	1.1983	1.1993	1.2003	1.2013	1.2023	1.2033	1.2043	1.2053	1.2063	1.2073	24
25	1.2083	1.2093	1.2104	1.2114	1.2124	1.2134	1.2144	1.2154	1.2164	1.2175	25
26	1.2185	1.2195	1.2205	1.2216	1.2226	1.2236	1.2247	1.2257	1.2267	1.2278	26
27	1.2288	1.2299	1.2309	1.2319	1.2330	1.2340	1.2351	1.2361	1.2372	1.2383	27
28	1.2393	1.2404	1.2414	1.2425	1.2436	1.2446	1.2457	1.2468	1.2478	1.2489	28
29	1.2500	1.2511	1.2522	1.2532	1.2543	1.2554	1.2565	1.2576	1.2587	1.2598	29
30	1.2609	1.2620	1.2631	1.2642	1.2653	1.2664	1.2675	1.2686	1.2697	1.2708	30
31	1.2719	1.2730	1.2742	1.2753	1.2764	1.2775	1.2787	1.2798	1.2809	1.2821	31
32	1.2832	1.2843	1.2855	1.2866	1.2877	1.2889	1.2900	1.2912	1.2923	1.2935	32
33	1.2946	1.2958	1.2970	1.2981	1.2993	1.3004	1.3016	1.3028	1.3040	1.3051	33
34	1.3063	1.3075	1.3087	1.3098	1.3110	1.3122	1.3134	1.3146	1.3158	1.3170	34
35	1.3182	1.3194	1.3206	1.3218	1.3230	1.3242	1.3254	1.3266	1.3278	1.3291	35
36	1.3303	1.3315	1.3327	1.3339	1.3352	1.3364	1.3376	1.3389	1.3401	1.3414	36
37	1.3426	1.3438	1.3451	1.3463	1.3476	1.3488	1.3501	1.3514	1.3526	1.3539	37
38	1.3551	1.3564	1.3577	1.3590	1.3602	1.3615	1.3628	1.3641	1.3653	1.3666	38
39	1.3679	1.3692	1.3705	1.3718	1.3731	1.3744	1.3757	1.3770	1.3783	1.3796	39
40	1.3810	1.3823	1.3836	1.3849	1.3862	1.3876	1.3889	1.3902	1.3916	1.3929	40
41	1.3942	1.3956	1.3969	1.3983	1.3996	1.4010	1.4023	1.4037	1.4050	1.4064	41
42	1.4078	1.4091	1.4105	1.4119	1.4133	1.4146	1.4160	1.4174	1.4188	1.4202	42
43	1.4216	1.4230	1.4244	1.4258	1.4272	1.4286	1.4300	1.4314	1.4328	1.4342	43
44	1.4356	1.4371	1.4385	1.4399	1.4414	1.4428	1.4442	1.4457	1.4471	1.4486	44
45	1.4500	1.4515	1.4529	1.4544	1.4558	1.4573	1.4588	1.4602	1.4617	1.4632	45
46	1.4646	1.4661	1.4676	1.4691	1.4706	1.4721	1.4736	1.4751	1.4766	1.4781	46
47	1.4796	1.4811	1.4826	1.4841	1.4857	1.4872	1.4887	1.4902	1.4918	1.4933	47
48	1.4948	1.4964	1.4979	1.4995	1.5010	1.5026	1.5041	1.5057	1.5073	1.5088	48
49	1.5104	1.5120	1.5136	1.5152	1.5167	1.5183	1.5199	1.5215	1.5231	1.5247	49
50	1.5263	1.5279	1.5295	1.5312	1.5328	1.5344	1.5360	1.5376	1.5393	1.5409	50
51	1.5426	1.5442	1.5458	1.5475	1.5491	1.5508	1.5525	1.5541	1.5558	1.5575	51
52	1.5591	1.5608	1.5625	1.5642	1.5659	1.5676	1.5693	1.5710	1.5727	1.5744	52
53	1.5761	1.5778	1.5795	1.5812	1.5830	1.5847	1.5864	1.5882	1.5899	1.5917	53
54	1.5934	1.5952	1.5969	1.5987	1.6004	1.6022	1.6040	1.6058	1.6075	1.6093	54
55	1.6111	1.6129	1.6147	1.6165	1.6183	1.6201	1.6219	1.6237	1.6256	1.6274	55
56	1.6292	1.6310	1.6329	1.6347	1.6366	1.6384	1.6403	1.6421	1.6440	1.6459	56
57	1.6477	1.6496	1.6515	1.6534	1.6553	1.6571	1.6590	1.6609	1.6628	1.6648	57
58	1.6667	1.6686	1.6705	1.6724	1.6744	1.6763	1.6782	1.6802	1.6821	1.6841	58
59	1.6860	1.6880	1.6900	1.6919	1.6939	1.6959	1.6979	1.6999	1.7019	1.7039	59
60	1.7059	1.7079	1.7099	1.7119	1.7139	1.7160	1.7180	1.7200	1.7221	1.7241	60
°Be	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9	°Be

S. Gravity Soap = 0.95 kg/lt

I. PROPERTIES OF SOLUTIONS OF CAUSTIC SODA

Degrees Baume at 60°F	Specific Gravity at 60°F/60°F	Per Cent Actual Na_2O	Per Cent Caustic Soda (NaOH)
1	1.007	0.4	0.5
2	1.014	0.8	1.1
3	1.021	1.3	1.7
4	1.028	1.9	2.4
5	1.036	2.4	3.1
6	1.043	2.9	3.7
7	1.051	3.4	4.4
8	1.058	4.0	5.1
9	1.066	4.5	5.8
10	1.074	5.0	6.5
11	1.082	5.6	7.2
12	1.090	6.1	7.9
13	1.098	6.7	8.6
14	1.107	7.3	9.4
15	1.115	7.9	10.2
16	1.124	8.4	10.9
17	1.133	9.1	11.7
18	1.142	9.7	12.5
19	1.151	10.3	13.3
20	1.160	10.9	14.1
21	1.169	11.5	14.9
22	1.179	12.2	15.8
23	1.188	12.9	16.7
24	1.198	13.6	17.6
25	1.208	14.3	18.4
26	1.218	15.0	19.3
27	1.229	15.7	20.2
28	1.239	16.5	21.2
29	1.250	17.2	22.2
30	1.261	17.9	23.1

NO. OF SHEETS 3 SHEET NO. 1

Les solutions électrolytes

Tables

I. PROPERTIES OF SOLUTIONS OF CAUSTIC SODA Cont'd.

Degrees Baume at 60°F	Specific Gravity at 60°F/60°F	Per Cent Actual Na_2O	Per Cent Caustic Soda (NaOH)
31	1.272	18.7	24.1
32	1.283	19.5	25.1
33	1.295	20.4	26.2
34	1.306	21.2	27.3
35	1.318	22.1	28.4
36	1.330	22.9	29.5
37	1.343	23.8	30.6
38	1.355	24.7	31.8
39	1.368	25.7	33.0
40	1.381	26.6	34.2
41	1.394	27.6	35.5
42	1.408	28.6	36.8
43	1.422	29.6	38.1
44	1.436	30.7	39.5
45	1.450	31.9	41.0
46	1.465	33.0	42.5
47	1.480	34.1	44.0
48	1.495	35.4	45.6
49	1.510	36.7	47.3
50	1.526	38.0	48.9

NO. OF SHEETS 3 SHEET NO. 2

II - PROPERTIES OF SOLUTIONS OF CAUTIC POTASH

Degrees Baume at 60°F Am. Std.	Specific Gravity at 60°F/60°F	Per Cent Caustic Potash (KOH)	% KOH expressed as % Na_2O	Degrees Baume at 60°F Am. Std.	Specific Gravity at 60°F/60°F	Percent Caustic Potash (KOH	%KOH expressed as % Na_2O
1	1.0069	0.6	0.3	28	1.2393	24.2	13.4
2	1.0140	1.3	0.7	29	1.2500	25.2	13.9
3	1.0211	2.1	1.2	30	1.2609	26.1	14.4
4	1.0284	2.9	1.6	31	1.2618	27.2	15.0
5	1.0357	3.6	2.0	32	1.2832	28.2	15.6
6	1.0432	4.4	2.4	33	1.2946	29.2	16.1
7	1.0507	5.2	2.9	34	1.3063	30.3	16.7
8	1.0584	6.1	3.4	35	1.3182	31.4	17.3
9	1.0662	6.9	3.8	36	1.3303	32.5	18.0
10	1.0741	7.7	4.3	37	1.3426	33.6	18.6
11	1.0821	8.5	4.7	38	1.3551	34.8	19.2
12	1.0902	9.4	5.2	39	1.3679	35.9	19.8
13	1.0985	10.2	5.6	40	1.3810	37.1	20.5
14	1.1069	11.1	6.1	41	1.3942	38.2	21.1
15	1.1154	12.0	6.6	42	1.4078	39.4	21.8
16	1.1240	12.9	7.1	43	1.4216	40.6	22.4
17	1.1328	13.8	7.6	44	1.4356	41.8	23.1
18	1.1417	14.7	8.1	45	1.4500	43.0	23.8
19	1.1508	15.6	8.6	46	1.4646	44.2	24.4
20	1.1600	16.5	9.1	47	1.4948	46.7	25.8
21	1.1694	17.5	9.7	48	1.4948	46.7	25.8
22	1.1789	18.4	10.2	49	1.5104	48.0	26.5
23	1.1885	19.4	10.7	50	1.5263	49.2	27.2
24	1.1983	20.3	11.2	51	1.5426	50.6	28.0
25	1.2083	21.2	11.7	52	1.3591	51.9	28.7
26	1.2185	22.2	12.3	53	1.5761	53.2	29.4
27	1.2288	23.2	12.8				

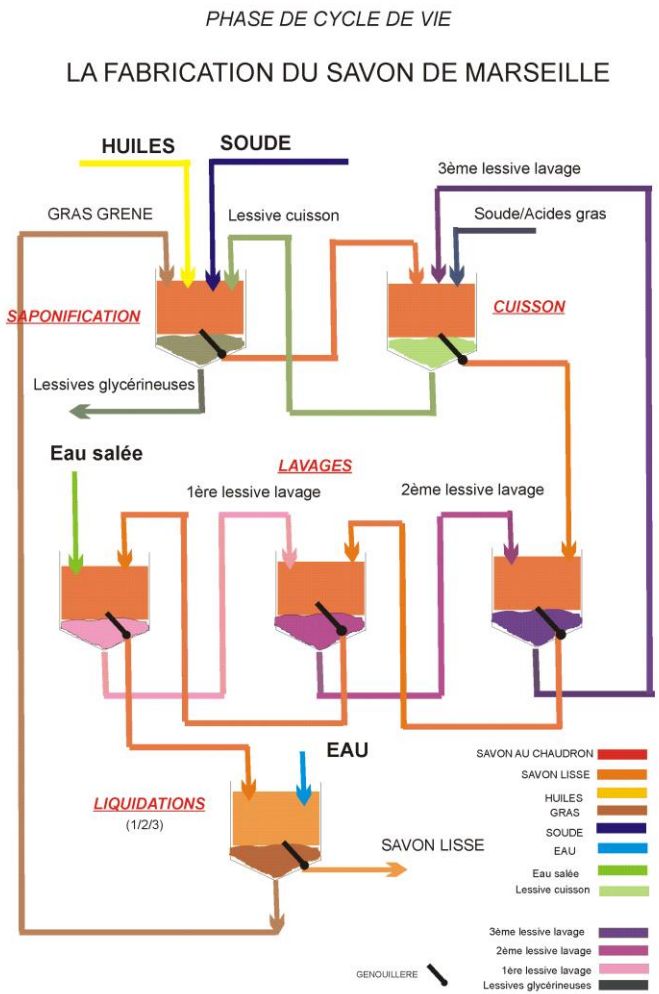
% KOH x 0.8394 = % K_2O

NO. OF SHEETS 3 SHEET NO. 3

Le procédé de saponification à contre courant

Principes

Gilbert Guillamot 2010



Rappels :

Quantité de Glycérine dans les matières grasses

Formule mélange huiles palme et palmiste	Teneur en Glycérine %
90/10	0,1080
80/20	0,1110

Répartition des électrolytes entre savon et lessive

	Lessive	Savon / Curd
% Na2O	1	1/6
% Na Cl	1	1/6

Répartition de la Glycérine entre savon et lessive

	Lessive	Savon
% glycérine	1%	0.33 %

Le procédé de saponification à contre courant
« *La règle de WIGNER* »

Introduction :

- La formulation du savon implique la mesure en laboratoire connaissance exacte de l'Indice de saponification) de la matière grasse (SV)
  Normes AFNOR , IUPAC, ISO

  Ex : suif/coprah 75/25 SV Eq NaOH= 15.15%
  SV Eq Na2O = 11.74%

- Les valeurs AGT&Insap sont déterminées au laboratoire selon les normes internationales

  AGT&Insap : Acides Gras Totaux et Insaponifiables

Remarque :

FO = matières grasses
Insap = Insaponifiable
AGT&Insap soluble hexane ou éther diéthylique
SV = Indice de saponification (KOH)

Calcul approximatif de la masse CURD :

D'après le bilan matières

ChargeFO x %AGT&Insap FO = Masse CURD x %AGT&Insap CURD

$$\textbf{Masse CURD} = \textbf{Charge FO} \times \frac{\textbf{\% AGT\&Insap FO}}{\textbf{\% AGT\&Insap CURD}}$$

Si Charge FO = 100 parts de suif/coprah (75/25)

Masse CURD = 100 x 95.4/63.0

Masse CURD = 151.4 parts

Les étapes de la formulation du savon

1ère ETAPE

CHOISIR :

Les Standards de Qualité des Produits :

Formule Mélange % PO/PKO	AGT & Insaponifiable de la Charge (TFM)	AGT&Insaponif savon au chaudron (TFM)	Humidité du savon au chaudron
90/10	**95.4%**	**62.6%**	**30.5%**
75/25	**95.2%**	**63.0%**	**30.0%**
60/40	**95.1%**	**63.6%**	**29.5%**

Alcali libre Na2O	Chlorures NaCl	Glycérol dans savon au chaudron
0.08% max	**0.50% max**	**0.7% max**

Hypothèses de travail :

Charge d'huiles 90 PS/10 PKO 20 tonnes
Rapport lessive /huiles 0.6 12 tonnes
Concentration lessive limite LLC
7 + 0.136 x % PKO
7 + 0.136 x 10 = 8.36

Choix de la lessive de travail EQ
LLC + 15 % = 9.6
Indice de saponification du mélange
SV PS =11.0 SV PKO= 13.8
SV mel = (0.9 x SV PS + 0.1 x SV PKO)
SV mel = 11.29

% Savon solide = 9.6 + 51.8 = 61.4

Solution soude caustique à 28% Na2O
Solution saline à 24% ClNa

Les étapes de la formulation du savon
2ème ETAPE

MESURER

(AFNOR, IUPAC,ISO,AOCS, FDA, Pharmacopée,……) :

La Qualité des ingrédients et produits :

- Indice de saponification : quantité de potasse pour saponifier 1 g de Corps Gras ou du mélange (%KOH) = SV.
- Teneur en Acides Gras Totaux et Insaponifiable : Ensemble des composés extractibles par les solvants des lipides (hexane, éther éthylique) après traitement du Corps Gras par solution alcoolique de potasse dans conditions déterminées (Matière Grasse Totale)
- Titre : Détermination du point de solidification conditionné des acides gras du mélange de Matières Grasses.
- Couleur des matières Grasses :
  Indice couleur saponification, FAC color test procedure
- Dosage Glycérol libre : Par oxydation periodique de Glycérol
- Dosage des Chlorures : Méthodes argentimètrique, volumétrique
- Dosage de l'alcali libre caustique :
- Autres mesures qualité : Indice Iode, Acidité, Humidité, Peroxyde

Identifier les points clés de la Qualité :

La couleur du mélange d'huiles:

- Il n'existe pas de corrélation établit entre la couleur des huiles et la couleur finale du savon lisse
- Il existe corrélation entre l'indice « Couleur saponification » des huiles et la couleur finale du savon lisse :

  Comparaison sur colorimètre Lovibond entre lumière transmise à travers une cellule contenant un échantillon d'huile saponifié par KOH dans conditions standards et à travers des verres colorés rouge et jaune.

L'odeur des huiles :

Les impuretés des huiles :

Voir chapitre Assurance et Contrôle Qualité

Les étapes de la formulation du savon
3ème ETAPE

Définir les masses réactives en chaudron :

Savon au chaudron = CURD
Kettle soap

Poids du savon ***= Poids Savon Anhydre***
Au chaudron
+ Eau
+ Electrolytes
+ Glycérine

Concentration lessive limite LLC en NaCl EQ

= 7 + (% PKO x0.136)

% Savon Solide= % Total électrolyte EQ + 51.8

% Total électrolyte EQ = LLC + 15 %
51.8 = Constante empirique

Objectif calculer la quantité de CURD

Quantité de CURD = Qté savon Anhydre / % savon Solide

Définition du CURD selon WIGNER (Edgard Woollatt) :

« Le savon CURD peut être caractérisé comme un savon Hydraté contenant 66 % d'acides gras (AGT,TFM,TFA) et de lessive en composition identique avec celle dont il est séparé ». Aire J de Mac Bain

Définition du LISSE selon WIGNER :

« Le savon LISSE contient environ 61-64% (AGT, TFM, TFA) soit environ 67-69 % de savon anhydre et 30-32% d'eau »

Définition du Poids Moléculaire PM

Somme gramme des poids des atomes constituants la molécule

Les étapes de la formulation du savon
4ème ETAPE

Calcul Rendement Théorique savon anhydre

Calcul PM FO moyen charge matière grasse

Ecrire les équations chimiques de la saponification

PM FO + 3 PM NaOH = 3 PM savon + PM glycérine *

PM FO / 3 PM NaOH = 100 / *SV* NaOH **

Remarque :(100 = parts FO)
soit dans notre exemple suif / coprah

PM FO/120 = 100/ 15.15
PM FO= (100/ 15.15) x 120

PM FO= 792

Première sous étape :

Détermination du Poids moléculaire moyen du mélange de Matière grasse

L' Indice de saponification de la matière grasse = % NaOH pour saponifier 100 parties de cette matière grasse

Ex : suif/coprah 75/25 SV NaOH = 15.15%
SV Na2O = 11.74%

Glossaire :

PM = Poids Moléculaire PA = Poids Atomique

PM NaOH = 40 PA Na = 23

PM glycérine = 69+3x17 = 120

PM glycérine résiduel = 69

Les étapes de la formulation du savon

4ème ETAPE

Calcul Rendement Théorique savon anhydre

Calcul PM savon moyen

* PM FO + 3 PM NaOH = 3 PM savon + PM glycérine

3 PM savon = PM FO - PM glycérine résiduel + 3 PA Na

3 PM savon = PM FO – 41 + 69

3 PM savon = PM FO + 28 **

PM savon = (792 + 28)/3

PM savon = 273.33

Deuxième sous étape :

Détermination du Poids moléculaire moyen du savon

Ex : suif/coprah 75/25 ; PMFO= 792 voir calcul page précédente

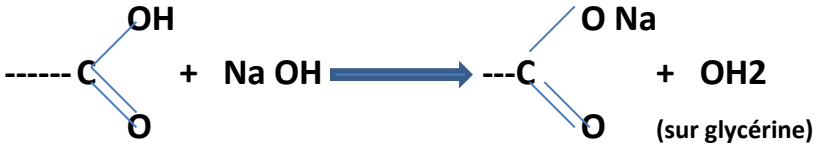
Glossaire et explication des calculs

Na = sodium

FO = matière grasse

glycérine **CH2—CH—CH2**
I I I
OH OH OH

Glycérine résiduel **CH2—CH—CH2**



Na = 23 O = 16 H=1

En équivallent masse : 31 Na2O = 40 NaOH

0.775 Na2O = 1 Na OH

1 Na2O = 1.29 NaOH

Les étapes de la formulation du savon
4ème ETAPE

Calcul Rendement Théorique savon anhydre

Troisième sous étape : Formule

Poids savon Anh / Poids FO = 3 PM savon / PM FO

On écrit; Poids FO = 100 *(parts FO)*
l'équation devient

(%) Poids savon Anh /100 = 3 PM savon / PM FO

(%) Poids savon Anh = 100 x (3 PM savon / PMFO)

(%) Rendement th savon Anh = 100 x (820/792)

(%) Rendement th savon Anhydre = 103.52

Calcul Rendement Théorique savon anhydre

Troisième sous étape bis : Formule

Détail du calcul

3 PM savon = PM FO + 28 **

Voir diapositive précédente

Rdt savon Anh = 3 PM savon / PM FO

Rdt savon Anh = (*PM FO + 28*)/ PM FO

Rdt savon Anh = 1 + 28/ PM FO

PM FO = 3x40 / SV NaOH **

(%) Rdt savon Anh = (1 + 28/ 3x40 / SV NaOH) x 100

% Rdt th savon Anh = 100 + (0.233 x SV NaOH)

Les étapes de la formulation du savon
5ème ETAPE

Présentation de la formulation :

Dans l'application suivante nous allons calculer avec le savonnier les quantités d' ingrédients nécessaires à la réalisation d'un cycle complet au chaudron :

- *Hypothèses de travail*
- *Formulation générale des opérations*
- *Calcul de la masse de CURD et des électrolytes dans les lessives glycérineuses.*

Remarques : Les données théoriques énoncées dans les diapositives précédentes

Les données de la formulation

- *La composition du mélange d'huiles*
- *Les indices de saponification*
- *Les valeurs TFA & U*
- *Le ratio lessive glycineuse / corps gras*
- *Les ratios lessives entrée/sortie*
- *Les standards du produit finis*
- *Le nombre de lavages*
- *Le rapport Lisse / Nègre*

Les étapes de la formulation du savon

Modèles

SOAP FORMULAE CALCULATION - Laundry

Data Base	Name	FA MW	Oil MW	FA%	Saponif. Value KOH	Glyc. % maxi theao	Moisture % in oils		
OIL 1	PS	271	851	95.00	205	10.8	1		
OIL 2	PO	-	-	-	-		-		
OIL 3	PKO	217	689	93.64	245	13.4	1		
1/ Kettle soap formula (Neat Soap = NS)						2/ Spent Lye analysis			
FA %	63	+/-1%				Glyc. Cons	14.00	+/-1%	
Salt	1.0	% max				Salt	10.00	+/-1%	
Caustic Soda Na2O	0.1	+/-0.02%				Na2O	0.20	% max	
Unsapo	0.3					Water	75.80		
Glycerine	2	% max				Total	100.00		
	Oil ratio	FA Ratio	In neat soap formula				% in formula Dry Oil	% Glyc. In oil	% Gly in kettle
			% FA	Dry Oil %	Oil as is %				
PS	90	85.50	56.78	59.77	60.97	OIL 1	59.77	10.80	6.46
PO	-	-	-	-	-	OIL 2	-	-	-
PKO	10	9.36	6.22	6.64	7.84	OIL 3	6.64	13.40	0.89
Total	100	94.86	63.00	66.41	68.81	In NS			1.20
Average MW FA		265.66				Total Glycerine in spent Lye			6.15
Average MW Soap		287.66				Total spent lye in CSP soap formula			43.93
Soap Weight in NS		68.22							
Salt		1.00							
Caustic soda Na2O		0.10							
Unsapo		0.30							
Glycerine		2.0							
Water		28.38							
3/ Caustic Soda for saponification	Dry oil %	Saponif value KOH	Saponif value Na2O	Na2O need %		4/ Salt in saponification			
OIL 1	59.77	205	113.5	6.78		In neat soap	1.0		
OIL 2	-	-	-	-		In spent lye	4.4		
OIL 3	6.64	245	135.6	0.90		Total Salt	5.4		
In spent Lye				0.20		Total salt as is	5.45		
In Neat soap				0.10		Purity	99		
Total Caustic soda Na2O nominal				7.98					
Total Caustic soda Na2O 28%				28.50					
Data Base									
Calculation results									

Une formulation type du savon au chaudron :

Titre de la formule : Savon au chaudron

Référence des Ingrédients	Quantité %
Suif	75.000
Huile de palmiste	25.000
Na2 O théorique	11.700
Total matières	111.700
Gain en fabrication	39.700
Rendement approximatif	151.400

STANDARDS :		
	Humidité	30.0% +/- 1%
	AGT & Insap	63.0% +/- 1%
	Na2 O libre	0.08% max
	Na Cl	0.50% max
	Glycérine	0.70% max

Odeur : pas d’odeur de rance

SOAP FORMULAE CALCULATION -Laundry

Data base	name	FA MW	oil MW	FA %	Saponif. value KOH	Glycerin % max treat	Moisture% in oils
Oil 1	PS	271	851	95.00	205	10.8	1
Oil 2	PO	–		–	–	–	–
Oil 3	PKO	217	689	93.64	245	13.4	1

1/ Kettle soap formula (Neat soap = NS)

FA%	63	+/-1%
salt	1.0	% max
caustic soda Na2O	0.1	+/-0.02%
Unsaop	0.3	
glycerine	2	% max

	oil ratio	FA ratio	in neat soap formula %FA	dry oil%	oil as is %
PS	90	85.50	56.78	59.77	60.97
PO	–				
PKO	10	9.36	6.22	6.64	7.84
total	100	94.86	63.00	66.41	68.81

Average MW FA 265.66
Average MW soap 287.66

soap weight in NS	68.22
salt	1.00
caustic soda Na2O	0.10
Unsaop	0.30
glycerine	2.0
water	28.38

2/ Spent lye analysis

glycerine	14.00	+/-1%
salt	10.00	+/-1%
Na2O	0.20	% max
water	75.80	
total	100.00	

	% in formula Dry oil	% glyc in oil	% glyc in kettle
Oil 1	59.77	10.80	6.46
Oil 2	–		
Oil 3	6.64	13.40	0.89
in NS			1.20
total glycerine in spent lye			6.15

total spent lye in CSP soap formula 43.93

3 /Caustic soda for saponification

	dry oil%	saponif value KOH	saponif value Na2O	Na2O need %
Oil 1	59.77	205	113.5	6.78
Oil 2	–			–
Oil 3	6.64	245	135.6	0.90
in spent lye				0.20
in neat soap				0.10
total caustic soda Na2O nominal				7.98
Total caustic soda Na2O	28%			28.50

4/ Salt in saponification

in neat soap	1.0
in spent lye	4.4
total salt	5.4
total salt as is	5.45
tolerance	5%

data base
calculation results

PERMANENT FORMULA	PLANT DAR-US-SP-LAPM	Effective date	Base Number 12-357-02(12)

TITLE CSP neat soap for Laundry Soap - PS 90% - PKO 10 %
an alternative Soap

QUANTITY	SYMBOLE N°	DESCRIPTION	%
	M00348	oil 1	60.97
	–	oil 2	7.84
	M00349	oil 3	5.40
	M02008	sodium salt	28.50
	10-339	caustic soda 28% Na2O	41.22
	88327	tap water	
			143.93
		scent lye	43.93
		total	100.00

STANDARDS

Wet liquid soap

SPI lab no: 7506, 7568, 7514.7, 7513.5

TFA + unsaponified	63	+/-1%
glycerin	2	% max
sodium chloride	1	% max
free caustic soda Na2O	0.1	+/-0.02%
moisture	30.0	+/-2%

Spent lye

lab SPI 10-369, 7050, 7042

glycerin	14	+/-1%
sodium chloride	10	+/-1%
free caustic soda Na2O	0.2	% max
moisture	75.8	

CHANGEMENTS

new

RAISONS :

LOCAL	EU STD	Ref to D	Based on	Superseded New Dated	Ref to / Date Issued

FABRICATION DU SAVON

Procédé à contre courant

Les chaudrons

La Saponification

Les chaudrons