

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 047 995

②1 N° d'enregistrement national : **16 51382**

⑤1 Int Cl⁸ : **C 11 D 13/00 (2017.01)**

⑫ **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 **Date de dépôt** : 19.02.16.

③0 **Priorité** :

④3 **Date de mise à la disposition du public de la demande** : 25.08.17 Bulletin 17/34.

⑤6 **Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire** : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 **Références à d'autres documents nationaux apparentés** :

Demande(s) d'extension :

⑦1 **Demandeur(s)** : RAMPAL PATOU Société à responsabilité limitée — FR.

⑦2 **Inventeur(s)** : JULIEN ELODIE, COUPARD VINCENT, AUGIER FREDERIC et PLOT JEAN-LOUIS.

⑦3 **Titulaire(s)** : RAMPAL PATOU Société à responsabilité limitée.

⑦4 **Mandataire(s)** : CABINET PLASSERAUD.

⑤4 **PROCEDE DE FABRICATION DE SAVON.**

⑤7 La présente a pour objet un procédé discontinu de fabrication de savon comprenant au moins les étapes suivantes:

a. une étape d'empâtage/ cuisson dans laquelle:
- on mélange au moins un acide gras et/ou ester d'acide gras avec une solution aqueuse de soude,

- on chauffe le mélange pour obtenir une pâte de savon,
b. au moins une étape de relargage/lavage de la pâte de savon obtenue à l'étape a. dans laquelle:

- la pâte de savon est mélangée avec une solution aqueuse comprenant 1 à 42% en poids d'un mélange de soude et de sel,

- le mélange est chauffé, et laissé à décanter jusqu'à formation de deux phases: le savon grainé comprenant du sel, de la soude et de la glycérine, et une solution aqueuse comprenant du sel, de la soude et de la glycérine, le savon grainé et la solution aqueuse sont séparés,

c. une étape de lissage du savon grainé obtenu à l'étape b. par neutralisation dans laquelle:

- le savon grainé est mélangé avec au moins un agent de neutralisation pouvant être un acide, un acide gras ou un ester d'acide gras,

- le mélange est chauffé, et le savon lisse est obtenu.
Procédé selon la revendication précédente, dans lequel

l'acide gras et/ l'ester d'acide gras mis en oeuvre dans l'étape a. est un corps gras, de préférence d'origine végétale, et plus préférentiellement, une huile ou un pâteux végétal ou d'origine végétale.

L'invention a également pour objet le savon lisse susceptible d'être fabriqué au moyen dudit procédé.

FR 3 047 995 - A1



PROCEDE DE FABRICATION DE SAVON

La présente invention a pour objet un nouveau procédé de fabrication de savon solide en discontinu, en particulier un procédé de fabrication de savon de Marseille, plus respectueux de l'environnement, en optimisant les consommations d'eau et d'énergie
5 nécessaires à sa mise en œuvre et en limitant les rejets.

Le principe de base de la préparation des savons repose sur une réaction de saponification dans laquelle des acides gras et/ou esters d'acide gras contenus dans des corps gras sont hydrolysés en milieu basique pour former des sels alcalins (carboxylates),
10 constituant le savon, et de la glycérine. Lorsque la base mise en œuvre dans la réaction de saponification est de la soude (NaOH), le savon obtenu est dit « dur », lorsque la base est de la potasse (KOH), le savon est dit « mou » ou « liquide ».

Les propriétés et la qualité du savon produit dépendent également du type de procédé mis en œuvre pour sa fabrication, lequel peut être discontinu (aussi appelés par
15 « batch » ou en cuve) selon une méthode « à l'ancienne » où la cuisson de la pâte était réalisée dans un chaudron, ou continu pour une fabrication plus industrielle.

Le savon de Marseille désigne un savon de haute qualité obtenu par un procédé discontinu traditionnel. Le terme « savon de Marseille » n'est pas une appellation d'origine contrôlée et n'a pas de définition officielle, mais correspond à un procédé de fabrication
20 comprenant des étapes essentielles. La méthode de fabrication du savon de Marseille est généralement admise comme étant basée sur les étapes historiques que sont l'empâtage/cuisson, les relargage/lavages et le lissage, afin d'assurer l'obtention d'une phase cristalline lisse comprenant au moins 63 % d'acides gras.

L'étape d'empâtage/cuisson consiste à introduire simultanément les corps gras, le
25 plus souvent des huiles ou des pâteux d'origine végétale, riches en acides gras et/ou esters d'acide gras, et la solution aqueuse de soude en excès dans une cuve ou un chaudron de grande contenance, et à les mélanger en chauffant à des températures élevées de l'ordre de 120°C pour atteindre l'ébullition. La saponification démarre. La température élevée permet d'amorcer la réaction de saponification, laquelle est ensuite exothermique et difficile à
30 contrôler. Il est par conséquent souvent nécessaire d'introduire la soude en plusieurs fois afin d'éviter un emballement de la réaction. Les huiles et la soude n'étant pas miscibles, il est généralement usuel d'introduire un fond de savon provenant d'une précédente fabrication afin de faciliter la formation d'une émulsion entre les phases huileuses et

aqueuses. La pâte est cuite ainsi jusqu'à 12 heures pour garantir une saponification complète. En effet, les éventuelles huiles non saponifiées résiduelles seraient susceptibles de rancir, et d'altérer la couleur et l'odeur du savon final.

5 Les termes d'empâtage et de cuisson constituent les deux étapes de la réaction de saponification : l'empâtage désigne l'amorce de la réaction de saponification, et la cuisson vise la suite de la réaction, cinétiquement plus lente, permettant à la saponification complète.

10 Les étapes de relargage/lavage consistent essentiellement à ajouter de l'eau salée à la pâte de savon obtenue lors de l'étape d'empâtage/cuisson pour éliminer essentiellement la soude en excès et extraire la glycérine formée, mais également les différentes impuretés présentes dans les matières premières utilisées ou dans le fond de savon utilisé, ou formées au cours de la fabrication du fait des conditions opératoires mises en œuvre lors de l'étape d'empâtage/cuisson. Les termes de relargage et de lavage désignent tous deux la même opération, le terme « relargage » étant généralement utilisé pour désigner la première étape de lavage de la pâte de savon obtenue, permettant l'élimination d'une partie des d'impuretés et de glycérine. On opère les étapes de relargage/lavages avec une solution aqueuse saturée en chlorure de sodium (360 g de NaCl par litre), à température élevée (>104°C). Le savon étant très peu soluble dans l'eau salée à la différence de la soude et de la glycérine, il précipite et peut être récupéré après décantation.

20 Dans le procédé traditionnel de fabrication du savon de Marseille, il est en général nécessaire de conduire plusieurs étapes de relargage/lavages (4 à 6) pour parvenir à un savon débarrassé de l'ensemble de ses impuretés. Ces nombreux lavages à grands volumes d'eau salée entraînent d'importantes quantités de rejets à retraiter, et une consommation d'énergie significative, ce qui grève significativement les coûts de production de savon de Marseille et présente un fort impact environnemental. Le savon lavé à l'eau salée est certes débarrassé de ses impuretés, de la soude et de la glycérine, mais il présente un aspect grainé inhomogène du fait de la présence de quantités importantes de sel (NaCl). Ce savon grainé n'est de ce fait pas « processable », c'est-à-dire qu'il n'est pas possible de le mettre en forme pour obtenir les pains de savons pouvant être stockés puis commercialisés.

30 Ainsi, une étape supplémentaire de lissage est nécessaire pour obtenir une pâte de savon homogène, présentant des teneurs en eau, en sel et en soude contrôlées pour permettre son séchage et sa mise en forme ultérieures. Le lissage peut notamment être réalisé par liquidation, c'est-à-dire par lavage du savon grainé avec des quantités

importantes d'eau pure pour entraîner l'excès de sel (NaCl), à ébullition, puis décantation pour soustraire l'eau salée.

Ces procédés traditionnels de fabrication du savon de Marseille sont peu adaptés aux contraintes environnementales actuelles qui tendent à rationaliser les consommations d'eau et d'énergie et limiter les rejets pour être plus respectueux de l'environnement, et améliorer la productivité et la rentabilité des produits, tout en assurant un haut niveau de qualité.

La présente invention a ainsi pour objet un nouveau procédé de fabrication de savon, convenant en particulier à la fabrication de savon de Marseille, dont les consommations d'eau et d'énergie sont réduites par rapport aux procédés de fabrication de savon de Marseille traditionnels, limitant ainsi les quantités de rejets émis. Le savon de Marseille ainsi obtenu présente la particularité de contenir une teneur contrôlée en glycérine, issue de la réaction de saponification, sans que cette dernière ne soit ajoutée au savon formé. En effet, selon les exigences de certains savonniers traditionnels, le savon de Marseille doit non seulement être préparé selon des étapes de procédé bien particulières précédemment décrites, mais ne doit pas non plus être modifié par l'introduction d'additifs. On entend ici par additif tout ingrédient introduit après la saponification, en dehors des réactifs nécessaires à la fabrication et des constituants des solutions de lavage et de lissage.

Or le procédé de préparation traditionnel du savon de Marseille met en œuvre autant d'étapes de lavage et lissage que nécessaires pour obtenir une pâte de savon qui soit processable, c'est-à-dire qui puisse être séchée et mise en forme. Au sens de la présente demande, on estime qu'un savon est processable s'il comprend, avant séchage, moins de 33% en poids d'eau, moins de 0,7% en poids de sel et moins de 0,2% en poids de soude libre (sous forme NaOH).

Le grand nombre d'étapes de lavages nécessaires pour atteindre les teneurs souhaitées en eau, sel et soude entraînent une élimination complète de la glycérine du savon. Or, la glycérine est un agent humectant et hydratant pour la peau, et confère au savon une mousse plus crémeuse. Il peut donc être souhaitable de la conserver, au moins en partie, dans le savon lors de sa fabrication, puisque celle-ci pourrait être considérée comme un additif si elle devait être ajoutée après fabrication du savon, ce qui pourrait impacter la désignation du produit sous le terme « savon de Marseille » selon certaines définitions.

La présente invention propose donc un nouveau procédé de préparation de savon, et en particulier de savon de Marseille, comprenant les étapes essentielles à la fabrication du

savon de Marseille mises en œuvre de manière optimisée pour obtenir un procédé efficient et plus respectueux de l'environnement, permettant de préparer un savon processable, c'est-à-dire comprenant avant séchage moins de 33% en poids d'eau, moins de 0,7% en poids de sel et moins de 0,2% en poids de soude libre (NaOH), ledit savon comprenant une teneur
5 maîtrisée en glycérine, sans que celle-ci ne soit ajoutée comme additif au savon, pour lui conférer des propriétés d'hydratation, et donc de meilleures qualités dermatologiques, et garantir une mousse plus crémeuse.

L'invention a ainsi pour objet, selon un premier aspect, un procédé discontinu de fabrication de savon comprenant au moins les étapes suivantes :

- 10 a. une étape d'empâtage et de cuisson dans laquelle :
- on mélange au moins un acide gras et/ou ester d'acide gras avec une solution aqueuse de soude,
 - on chauffe le mélange pour obtenir une pâte de savon,
- b. au moins une étape de relargage/lavage de la pâte de savon obtenue à l'étape a.
15 dans laquelle :
- la pâte de savon est mélangée avec une solution aqueuse comprenant 1 à 42% en poids d'un mélange de soude et de sel,
 - le mélange est chauffé, et laissé à décanter jusqu'à formation de deux phases : le savon grainé comprenant du sel, de la soude et de la glycérine, et une
20 solution aqueuse comprenant du sel, de la soude et de la glycérine,
 - le savon grainé et la solution aqueuse sont séparés,
- c. une étape de lissage du savon grainé obtenu à l'étape b. par neutralisation dans laquelle :
- le savon grainé est mélangé avec au moins un agent de neutralisation pouvant
25 être un acide, un acide gras ou un ester d'acide gras,
 - le mélange est chauffé et le savon lisse est obtenu.

L'invention a ainsi pour objet, selon un second aspect un savon lisse susceptible d'être fabriqué au moyen du procédé précédemment décrit.

Il est en effet du mérite des inventeurs d'avoir observé qu'en utilisant une solution aqueuse
30 d'électrolytes bien spécifique pour les étapes de lavage, comprenant en particulier un mélange de soude et de sel dans une teneur bien définie, il était possible, en un nombre limité d'étapes de lavages, de laver efficacement le savon, tout en conservant une quantité souhaitée de glycérine, et d'obtenir un savon processable présentant les propriétés requises pour les étapes ultérieures de séchage et de mise en forme.

On entend par procédé discontinu (aussi appelé par « batch » ou en cuve), au sens de la présente demande, un procédé dans lequel le savon est fabriqué par lots discrets à partir de réactifs placés en quantités déterminées dans une cuve de contenance déterminée, par opposition aux procédés continus basés sur un système de pompes doseuses qui alimentent, en continu, le réacteur de saponification en matières premières. Le procédé discontinu est de préférence mis en œuvre dans des cuves ou réacteurs ouverts, c'est-à-dire non hermétiques. De préférence, dans le procédé discontinu de l'invention, les différentes étapes sont conduites à la pression atmosphérique, en présence d'air. Le procédé de l'invention étant mise en œuvre de préférence dans un réacteur agité, garantissant l'homogénéité du milieu et dans des conditions douces de température, les pertes de matière par évaporation peuvent être considérablement limitées sans avoir besoin d'opérer dans des réacteurs hermétiques. Les conditions opératoires permettent de préserver la qualité des matières premières et de ne pas dénaturer le produit lors de sa fabrication et ainsi de garantir la qualité du savon obtenu.

15 **Empâtage et cuisson**

Le procédé de fabrication de l'invention met en œuvre au moins une étape a. d'empâtage et de cuisson dans laquelle :

- on mélange au moins un acide gras et/ou ester d'acide gras avec une solution aqueuse de soude,
- 20 - on chauffe le mélange pour obtenir une pâte de savon,

L'étape d'empâtage et cuisson met en œuvre la réaction de saponification à proprement parler.

Dans cette étape, on mélange au moins un acide gras et/ou ester d'acide gras avec une solution aqueuse de soude, et optionnellement de la saumure (solution aqueuse comprenant au moins 3,5% en poids de chlorure de sodium (NaCl), de préférence entre 10 et 30% de NaCl).

Par acide gras, on entend les acides carboxyliques comprenant un radical hydrocarboné, saturé ou non, linéaire ou ramifié, comprenant 6 à 30 atomes de carbone, et de préférence 12 à 22 atomes de carbone.

A titre d'exemple d'acides gras saturés, on peut citer l'acide caproïque, l'acide énanthique, l'acide caprylique, l'acide pélargonique, l'acide caprique, l'acide undécylique, l'acide laurique, l'acide tridécylique, l'acide myristique, l'acide pentadécylique, l'acide palmitique, l'acide

margarique, l'acide stéarique, l'acide nonadécylique, l'acide éicosanoïque, l'acide béhénique, l'acide tetracosanoïque, et leurs mélanges.

A titre d'exemple d'acides gras insaturés, on peut citer l'acide sorbique, acide décylénique, acide caproléique, acide undécylénique, acide laurooléique, acide myristoléique, acide pentadécénoïque, acide palmitoléique, acide palmitélaïdique, acide oléique, acide élaïdique, acide vaccénique, acide linoléique, acide gamma-linolénique, acide alpha-linolénique, acide stéradonique, acide parinarique ou stéaridonique, acide gadoléique, acide diholo-linoléique, acide diholo-gamma-linolénique, acide arachidonique, acide timnodonique ou éicosapentaénoïque, acide érucique, acide brassidique, acide cétoléique, acide adrénique, acide clupanodonique, acide docosahexaénoïque, acide nervonique ou sélacholéique, acide eicosadiénoïque, acide eicosatriénoïque, acide docosadiénoïque, acide docosatétraténoïque, acide docosapentaénoïque.

L'acide gras et/ou l'ester d'acide gras mis en œuvre dans l'étape a. est usuellement contenu dans un corps gras, de préférence d'origine végétale.

Ainsi, selon un mode préféré de réalisation, l'acide gras et/ou l'ester d'acide gras mis en œuvre dans l'étape a. est un corps gras, de préférence encore, le corps gras est une huile ou un pâteux végétal ou d'origine végétale. Selon les critères de certains savonniers, la dénomination « savon de Marseille » peut en effet imposer la mise en œuvre exclusive de corps gras végétaux ou d'origine végétale.

On entend par "huile" tout composé lipophile, non ionique, insoluble dans l'eau et liquide à température ambiante (25 °C) et sous pression atmosphérique (760 mm de Hg, soit 101 325 Pa). Par insoluble dans l'eau, on entend au sens de la présente invention un composé dont la solubilité à pH spontané dans l'eau à 25 °C et à pression atmosphérique est inférieure à 1 %, et de préférence inférieure à 0,5 % en poids. Les huiles ont de préférence une viscosité inférieure à 500 cPs à 25 °C à un taux de cisaillement de $1s^{-1}$.

On entend par pâteux tout composé lipophile, non ionique, insoluble dans l'eau et semi-solide ou solide à température ambiante (25 °C) et sous pression atmosphérique. Les pâteux ont de préférence une viscosité supérieure à 500 cPs à 25 °C à un taux de cisaillement de $1s^{-1}$.

En particulier, le corps gras comprenant l'acide gras et/ou l'ester d'acide gras est extrait d'une espèce appartenant au règne végétal. A titre d'exemple de corps gras utilisable dans les compositions de l'invention, on peut citer l'huile d'amande douce, l'huile d'argan, l'huile d'avocat, l'huile d'arachide, l'huile de camélia, l'huile de carthame, l'huile de calophyllum, l'huile de colza, l'huile de coprah, l'huile de coriandre, l'huile de courge, l'huile de germes de blé, l'huile de jojoba ou cire liquide de jojoba, l'huile de lin, l'huile de macadamia, l'huile de germes de maïs, l'huile de

noisette, l'huile de noix, l'huile de vernonia, l'huile de noyau d'abricot, l'huile d'olive, en particulier l'huile de grignons d'olive, l'huile d'onagre, l'huile de palme, l'huile de passiflore, l'huile de pépins de raisin, l'huile de rosier, l'huile de ricin, l'huile de seigle, l'huile de sésame, l'huile de son de riz, l'huile de soja, et l'huile de tournesol.

5 Parmi les corps gras cités ci-dessus, on utilise de préférence l'huile d'olive, en particulier l'huile acide de grignons d'olive, l'huile de coprah, l'huile de palme, ou un mélange de celles-ci.

10 Au sens de l'invention, « l'huile acide de grignons d'olive » désigne une huile acide obtenue à partir de grignons d'olive. Une telle huile peut, par exemple, être issue de l'hydrolyse acide des pâtes de neutralisation obtenues lors du raffinage d'huile de grignons d'olive destinée à l'alimentation. En effet, lors du raffinage de l'huile de grignons d'olive, une étape consiste à neutraliser les acides gras libres par ajout de soude. On obtient une huile débarrassée des acides gras libres d'un côté (à destination alimentaire) et des sels sodiques d'acides gras donc des pâtes de neutralisation de l'autre. Ce sont ces pâtes de neutralisations qui sont ensuite ré-acidifiées pour obtenir de l'huile : l'huile acide de grignons. Tout autre procédé de fabrication d'huile acide à partir de grignons d'olive connu de l'homme de l'art peut également être envisagé.

20 Selon un mode préféré de réalisation, les corps gras et en particulier les huiles et pâteux mis en œuvre dans le procédé de l'invention sont raffinés, afin de limiter les impuretés introduites dans le savon lors de l'étape a., qui pourraient impacter l'odeur, la couleur et les qualités dermatologiques du savon final. Le raffinage consiste à éliminer les métaux (P, Ca, Mg, Zn, Cu, Fe) présents naturellement dans l'huile. Le raffinage permet également l'élimination des pigments, des impuretés susceptibles de conférer une mauvaise odeur, couleur et qualité au savon, ainsi que les traces de pesticides. Le raffinage peut consister en la neutralisation des acides gras par ajout de soude ou distillation, un lavage à l'eau et séchage, une décoloration sur charbon actif, une désodorisation à la vapeur, des filtrations...

25 La solution aqueuse de soude mise en œuvre dans l'étape a. comprend de préférence 20% à 31% en poids de soude, de préférence 25% à 30% en poids.

30 La quantité de solution aqueuse de soude est de préférence ajustée dans l'étape a. pour être en excès de moins de 5% par rapport à la stœchiométrie, plus préférentiellement de moins de 2%, encore plus préférentiellement de moins de 1%, de manière à assurer la saponification de la totalité des acides gras et/ou esters d'acide gras mis en œuvre dans le procédé.

 La quantité de saumure optionnellement introduite dans l'étape a. peut notamment être comprise entre 0,1 et 5% en poids du mélange de l'étape a.

Ainsi, le mélange de corps gras et de solution aqueuse de soude est de préférence constitué de :

- 60 à 70% en poids de corps gras, de préférence 63 à 68% en poids,
- 25 à 40% en poids de solution aqueuse de soude, de préférence 29 à 36% en poids,
- 0,5 à 5% en poids de saumure, de préférence 1 à 3% en poids.

Le mélange est chauffé à une température comprise entre 75 et 99°C, de préférence entre 80°C et 90°C, pendant une durée de 1h à 6h, de préférence de 2h à 5h.

Le chauffage permet d'amorcer la réaction de saponification. La réaction de saponification étant ensuite exothermique, la température requise à l'étape a. est maintenue entre 75 et 99°C, de préférence au moyen d'un réacteur thermostaté, ledit réacteur pouvant par exemple être à double enveloppe et calorifugé, afin d'optimiser les consommations énergétiques.

La quantité de soude présente dans le milieu réactionnel de l'étape a. est contrôlée par dosage (titration de la base contenu dans le savon, donc la soude, par un acide, ici de l'acide chlorhydrique, après solubilisation du savon dans de l'éthanol à chaud ; selon la norme NFT60-306 – détermination de la teneur en alcali libre caustique), permettant une surveillance de l'avancement de la réaction. Il est en effet essentiel de s'assurer que la totalité des corps gras a été saponifiée puisque d'éventuels triglycérides non saponifiés pourraient s'oxyder et rancir, affectant ainsi la couleur et l'odeur du savon final.

Selon un mode préféré de réalisation, l'étape a., est conduite dans un réacteur muni d'un système d'agitation mécanique, permettant de préférence de cisailer et de pomper simultanément, assure un mélange intime de l'acide gras et/ou de l'ester d'acide gras avec la solution aqueuse de soude, ce qui permet d'éviter les zones de prise en masse et les risques d'emballement de la réaction et garantie l'homogénéité donc la qualité de la pâte. En outre, il n'est plus nécessaire d'introduire un fond de savon provenant d'une précédente fabrication pour permettre l'émulsion, laquelle est assurée mécaniquement, ce qui limite l'introduction d'impuretés dans le savon. L'homogénéité du mélange étant garantie, la soude peut être introduite en quantité sensiblement stœchiométrique (moins de 5% d'excès de soude), et introduite en une seule fois (contre plusieurs ajouts progressifs dans le procédé traditionnel). A l'issue de l'étape a., une pâte de savon comprenant un mélange de carboxylates de sodium, c'est-à-dire de sels d'acides gras constituant le savon, de la soude et de l'eau et de glycérine.

Le relargage/lavage

Le procédé selon l'invention met en œuvre au moins une étape b. de relargage/lavage de la pâte de savon obtenue à l'étape a. dans laquelle :

- 5 - la pâte de savon est mélangée avec une solution aqueuse comprenant 1 à 42% en poids d'un mélange de soude et de sel,
- le mélange est chauffé, et laissé à décanter jusqu'à formation de deux phases : le savon grainé comprenant du sel, de la soude et de la glycérine, et une solution aqueuse comprenant du sel, de la soude et de la glycérine,
- le savon grainé et la solution aqueuse sont séparés.

10 Le savon grainé obtenu à l'étape b. comprend du sel et de la soude, et de la glycérine.

L'étape de relargage/lavage est déterminante dans le procédé de l'invention. Les inventeurs ont en effet optimisé cette étape pour permettre de conserver une quantité contrôlée de glycérine, de préférence entre 1 et 8% en poids du savon lisse obtenu après une seule étape de lavage, de préférence entre 2 et 5% en poids.

15 Ainsi, la pâte de savon issue de l'étape a. est mélangée avec une solution aqueuse comprenant :

- 1 à 7% en poids de sel, de préférence 2 à 5% en poids de sel, plus préférentiellement 2 à 4% en poids de sel, et
- 0,01% à 40% en poids de soude, de préférence 0,9% à 20% en poids de soude,
20 - plus préférentiellement de 2% à 8% en poids de soude.

Les teneurs en sel et en soude peuvent être ajustées par l'homme du métier selon la nature des huiles utilisées pour la fabrication du savon et la teneur en glycérine souhaitée dans le savon final.

25 Les procédés traditionnels de fabrication du savon préconisent de mettre en œuvre autant d'eau que de corps gras pour le lavage de la pâte à savon pour permettre une bonne séparation du savon et de la solution aqueuse comprenant du sel, de la soude et de la glycérine. Du fait de la composition particulière en électrolytes de la solution de lavage mise en œuvre à l'étape b. du procédé de l'invention, il est possible de laver efficacement la pâte à savon issue de l'étape a. sans qu'il soit nécessaire d'utiliser une quantité trop importante d'eau.

30 Ainsi, le rapport pondéral de la solution aqueuse de lavage mise en œuvre à l'étape b. sur les acides gras et/ou esters d'acide gras introduits à l'étape a. est inférieur à 1, de préférence comprise entre 0,2 et 0,99, et plus préférentiellement entre 0,3 et 0,6.

Selon un mode préféré de réalisation, la solution aqueuse de lavage mise en œuvre dans l'étape b. est ajoutée à la pâte de savon issue de l'étape a., dans le même réacteur muni d'un système d'agitation mécanique que celui utilisé pour l'étape a. De même que pour l'étape a., la présence d'un système d'agitation mécanique, permettant de préférence de cisailer et de pomper
5 simultanément, assure un mélange intime du savon avec la solution de lavage, ce qui permet de réduire la durée de l'étape de relavage/lavage et les températures mises en œuvre et de limiter la quantité d'eau de lavage nécessaire. Ainsi les consommations énergétiques et les rejets sont réduits et la qualité du savon est préservée par un temps de chauffe limité et des températures douces.

Ainsi, au cours de l'étape b., le mélange est chauffé à une température comprise entre 70 et
10 99°C, de préférence entre 80 et 99°C pendant 30 min à 2 jours, de préférence pendant 45 min à 24h, et plus préférentiellement pendant 1h à 18h.

Selon un mode préféré de réalisation, le mélange est ensuite laissé à décanter, par exemple entre 30 minutes et 24h.

Selon un mode plus préféré de réalisation, la décantation est réalisée en deux étapes :

- 15 - le mélange est laissé à décanter pendant 30 minutes à 6h, plus préférentiellement 1h à 4h, et un premier soutirage permet de récupérer la solution aqueuse ayant décanté,
- le mélange de savon est à nouveau laissé à décanter pendant 6h à 2 jours, de préférence pendant 8 à 23h, plus préférentiellement de 12 à 18h et un second
20 soutirage permet de séparer le savon grainé de la solution aqueuse comprenant du sel, de la soude et de la glycérine.

Le rendement en solution aqueuse de lavage, exprimé en masse de solution aqueuse
soutirée sur masse de solution aqueuse de lavage (comprenant eau + électrolytes) introduite à l'étape b. de relavage/lavage permet de caractériser l'efficacité de la décantation. Le rendement en
25 solution aqueuse de lavage dans l'étape b. est de préférence supérieur à 60%, préférentiellement compris entre 75 et 99,5%, et plus préférentiellement compris entre 85 et 95%.

Ainsi, en optimisant d'une part la composition de la solution aqueuse de lavage et sa quantité et, d'autre part, les paramètres opératoires, notamment par l'utilisation d'un système d'agitation approprié, il a été possible de limiter significativement le nombre d'étapes de lavage par
30 rapport aux procédés traditionnels de fabrication de savon qui nécessitent entre 4 et 6 étapes de relavage/lavage.

Ainsi, selon un mode préféré de réalisation, le procédé selon l'invention met en œuvre au plus deux étapes b. de lavage, de préférence au plus une étape b. de lavage.

La consommation en eau et les rejets des eaux de lavages sont réduits d'autant. Il en résulte un procédé plus respectueux de l'environnement et moins consommateur d'énergie et permettant de préserver la qualité du savon par des températures douces et des temps de chauffe réduits.

5 Lissage

Enfin, le procédé de fabrication de savon selon l'invention comprend au moins une étape de lissage du savon grainé obtenu à l'étape b. par neutralisation dans laquelle :

- le savon grainé est mélangé avec au moins un agent de neutralisation pouvant être un acide, un acide gras ou un ester d'acide gras,
- 10 - le mélange est chauffé et le savon lisse est obtenu.

Dans les procédés traditionnels, l'introduction d'eau salée lors des différentes étapes de relavage/lavages permet de séparer le savon des solutions aqueuses de lavage contenant notamment des impuretés, de la soude et de la glycérine mais le savon lavé présente une teneur en sel (NaCl) trop élevée pour permettre sa mise en forme. Il est donc nécessaire de diminuer le taux
15 de sel dans le savon. Pour ce faire le savon est généralement lissé par liquidation, c'est-à-dire par ajout d'eau pure. Cette étape entraîne la formation d'une phase intermédiaire de savon solubilisé dans l'eau appelé gras noir. Cette solubilisation partielle du savon affecte les rendements de la réaction, grevant la productivité du procédé et créé des rejets à retraiter.

En introduisant, dans la solution aqueuse de lavage, un mélange de sel et de soude en une
20 teneur contrôlée, les inventeurs ont mis en évidence qu'il était ainsi possible de séparer efficacement le savon des solutions aqueuses de lavage sans former de gras noir lors de l'étape du lissage et de solubiliser une fraction de la glycérine. On peut ainsi obtenir un savon débarrassé de ses impuretés tout en conservant une partie de la glycérine résultant de la saponification.

Pour obtenir un savon lisse processable, c'est-à-dire pouvant être séché et mis en forme, le
25 savon lisse doit de préférence comprendre moins de 33% en poids d'eau, moins de 0,7% en poids de sel et moins de 0,2% en poids de soude libre (sous forme NaOH). Le procédé selon l'invention met donc en œuvre une étape de lissage par neutralisation afin notamment de réduire la teneur en soude du savon.

Le savon grainé est ainsi mélangé avec au moins un agent de neutralisation pouvant être un
30 acide, un acide gras ou un ester d'acide gras. L'utilisation d'un acide ou d'un acide gras permet la neutralisation rapide de la soude par réaction acido-basique. La mise en œuvre d'un ester d'acide gras permet une neutralisation plus lente de la soude par saponification.

De préférence l'agent de neutralisation est un acide gras ou un ester d'acide gras.

Par acide gras, on entend les acides carboxyliques comprenant un radical hydrocarboné, saturé ou non, linéaire ou ramifié, comprenant 6 à 30 atomes de carbone, et de préférence 12 à 22 atomes de carbone.

5 A titre d'exemple d'acides gras saturés, on peut citer l'acide caproïque, l'acide énanthique, l'acide caprylique, l'acide pélargonique, l'acide caprique, l'acide undécylique, l'acide laurique, l'acide tridécylique, l'acide myristique, l'acide pentadécylique, l'acide palmitique, l'acide margarique, l'acide stéarique, l'acide nonadécylique, l'acide éicosanoïque, l'acide béhénique, l'acide tetracosanoïque, et leurs mélanges.

10 De préférences, les acides gras saturés sont choisis parmi l'acide caproïque, l'acide caprylique, l'acide caprique, l'acide laurique, l'acide myristique, l'acide palmitique, l'acide stéarique, et leurs mélanges.

A titre d'exemple d'acides gras insaturés, on peut citer l'acide sorbique, acide décylénique, acide caproléique, acide undécylénique, acide laurooléique, acide myristoléique, acide pentadécénoïque, acide palmitoléique, acide palmitélaïdique, acide oléique, acide élaïdique, acide vaccénique, acide linoléique, acide gamma-linolénique, acide alpha-linolénique, acide stéradonique, acide parinarique ou stéaridonique, acide gadoléique, acide diholo-linoléique, acide diholo-gamma-linolénique, acide arachidonique, acide timnodonique ou éicosapentaénoïque, acide érucique, acide brassidique, acide cétoléique, acide adrénique, acide clupanodonique, acide docosahexaénoïque, acide nervonique ou sélacholéique, acide eicosadiénoïque, acide eicosatriénoïque, acide docosadiénoïque, acide docosatétrénoïque, acide docosapentaénoïque.

15
20

De préférences, les acides gras insaturés sont choisis parmi l'acide palmitoléique, l'acide oléique, l'acide linoléique, et leurs mélanges.

Les esters d'acide gras sont de préférence ceux précédemment décrits pour être mis en œuvre dans l'étape a. d'empâtage/ cuisson, notamment les corps gras, et notamment les huiles précédemment décrits.

25

Selon un mode préféré de réalisation, l'étape c. de lissage est mise en œuvre avec un mélange d'acides gras saturés et insaturés, de préférence issus de matières grasses d'origine végétale telles que par exemple l'huile d'olive, l'huile de coco ou l'huile de palme. De préférence, les corps gras mis en œuvre lors de l'étape c. de lissage sont issus des mêmes espèces végétales que celles utilisées pour la saponification lors de l'étape a.

30

Ainsi, au cours de l'étape c., le mélange est chauffé à une température comprise entre 70 et 99°C, de préférence entre 80 et 99°C pendant 10min à 5h, de préférence pendant 30min à 2h.

Selon un mode préféré de réalisation, le lissage mis en œuvre dans l'étape c. est réalisé dans le même réacteur muni d'un système d'agitation mécanique que celui utilisé pour les étapes a ou b. De même que pour les étapes a. et b., la présence d'un système d'agitation mécanique, permettant de préférence de cisailer et de pomper simultanément, assure un mélange intime du savon grainé avec l'acide gras, permettant une neutralisation efficace de la soude contenue dans le savon grainé, ce qui permet de réduire la durée de l'étape de lissage et les températures mises en œuvre. L'homogénéité assurée, les durées et températures réduites permettent d'assurer la bonne qualité du savon.

Système d'agitation mécanique

Les étapes a., b. et/ou c. du procédé selon l'invention peuvent être mises en œuvre dans un réacteur muni d'un système d'agitation mécanique. Le système d'agitation mécanique permet de préférence de cisailer et de pomper simultanément les mélanges des étapes a., b. et/ou c.

Selon un mode préféré de réalisation, les étapes a., b. et/ou c. du procédé selon l'invention peuvent être mises en œuvre dans le même réacteur.

Le réacteur comprend notamment une cuve comportant un espace intérieur permettant de réaliser un mélange d'au moins un corps gras et d'une base (soude) dans l'espace intérieur de la cuve, et de chauffer le mélange,

le réacteur comprenant en outre un système d'agitation déplaçable dans l'espace intérieur de la cuve de manière à faire circuler le mélange dans l'espace intérieur de la cuve, et à cisailer au moins localement le mélange, et

de sorte que, au cours de l'étape d'empâtage et de cuisson, le système d'agitation est déplacé dans le mélange de manière à faire circuler le mélange dans l'espace intérieur de la cuve et à cisailer au moins localement le mélange.

Ainsi, l'utilisation d'un tel réacteur dans le procédé de l'invention, dont le système d'agitation combine une mise en circulation et un cisaillement, permet d'assurer l'homogénéité du mélange et ce, quelle que soit la viscosité du mélange au cours du procédé de fabrication. La prise en masse dans le mélange ainsi que l'emballement de la réaction peuvent ainsi être évités notamment sans qu'il soit nécessaire d'introduire la base (soude) en plusieurs fois. Le système d'agitation selon l'invention qui met en œuvre un cisaillement permet également de diminuer une

taille de gouttelettes de corps gras et de base formant une émulsion et ainsi d'augmenter une surface d'échange entre le corps gras et la base. Il n'est alors notamment plus nécessaire d'avoir recours à un réactif additionnel pour faciliter la formation de l'émulsion. Le procédé de fabrication de savon s'en trouve simplifié et sa durée de mise en œuvre réduite. De plus, les propriétés du savon peuvent être préservées.

Le système d'agitation peut comprendre au moins un premier organe d'agitation adapté pour cisailer le mélange et au moins un deuxième organe d'agitation adapté pour déplacer le mélange dans un sens de pompage, le premier organe d'agitation étant disposé en aval du deuxième organe d'agitation par rapport au sens de pompage. Dans le procédé de fabrication, le mélange peut être déplacé dans le sens de pompage par le deuxième organe d'agitation vers le premier organe d'agitation et cisailé par le premier organe d'agitation.

La cuve peut comporter une paroi latérale cylindrique selon un axe central, le deuxième organe d'agitation étant agencé pour que le sens de pompage soit selon l'axe central de la cuve, le premier organe d'agitation étant en outre adapté pour déplacer le mélange transversalement par rapport à l'axe central vers la paroi latérale. Dans le procédé de fabrication, le mélange peut être déplacé selon l'axe central de la cuve par le deuxième organe d'agitation et déplacé transversalement par rapport à l'axe central vers la paroi latérale par le premier organe d'agitation.

La cuve peut comporter un fond depuis lequel s'étend la paroi latérale, le premier organe d'agitation étant agencé à proximité du fond de la cuve, le deuxième organe d'agitation étant agencé à distance du fond de la cuve. Dans le procédé de fabrication, le mélange peut être déplacé vers le fond de la cuve par le deuxième organe d'agitation et déplacé vers la paroi latérale à proximité du fond de la cuve par le premier organe d'agitation.

La cuve peut présenter une section transversale circulaire et au moins l'un des premier et deuxième organes d'agitation peut être un mobile comportant un moyeu et une pluralité de pales équiréparties s'étendant chacune depuis le moyeu jusqu'à une extrémité libre, le moyeu du mobile étant monté pivotant par rapport à la cuve selon un axe de pivotement coaxial à l'axe central.

Le premier organe d'agitation peut être un mobile à pompage radial et le deuxième organe d'agitation peut être un mobile à pompage axial. Le mobile à pompage radial permet de créer localement des gradients de vitesse plutôt que de pomper le mélange. Le mobile à pompage axial est, quant à lui, cisailant mais favorise la mise en circulation.

Le mobile à pompage radial du premier organe d'agitation peut présenter un premier

$$P_0 1 = \frac{P1}{\rho N_1^3 D^5}$$

nombre de puissance P01 compris entre 1,5 et 6 où

avec D diamètre du mobile, en mètres,

ρ viscosité du mélange, en Pascals/seconde,

P1 puissance dissipée dans la cuve par le premier organe d'agitation, en Watts,

5 N1 vitesse de rotation du premier organe d'agitation, en tours/seconde, et

dans laquelle le mobile à pompage axial du deuxième organe d'agitation présente un

deuxième nombre de pompage $Q_0 2$ compris entre 0,5 et 2 où

$$Q_0 2 = \frac{Q_2}{N_2 D^3}$$

avec Q2, en mètres cubes/seconde, débit passant dans une surface projetée dans un plan perpendiculaire à l'axe de pivotement du deuxième organe d'agitation.

10 Le mobile peut présenter un diamètre compris entre 40% et 80%, de préférence entre 50% et 70%, du diamètre de la section transversale de la cuve.

Le premier organe d'agitation peut être un mobile dont chacune des pales présente un bord inférieur en regard du fond de la cuve, le bord inférieur de chacune des pales étant conformé pour présenter un écartement sensiblement constant avec une partie du fond de la cuve sur toute une partie essentielle, c'est-à-dire 50% ou plus, d'une longueur de ladite pale.

15

Le système d'agitation peut comporter au moins un organe de déviation, tel qu'une contre-pale ou, en termes anglo-saxon, un baffle, agencé à proximité de la paroi latérale en regard du deuxième organe d'agitation pour dévier une partie du mélange située à proximité de la paroi latérale vers le deuxième organe d'agitation. Dans le procédé de fabrication, une partie supérieure du mélange située à proximité de la paroi latérale peut être déviée vers le deuxième organe d'agitation par l'organe de déviation.

20

La figure représente un réacteur 1 destiné à être utilisé dans un procédé de fabrication de savon. En particulier, comme il apparaîtra dans la suite de la description, le procédé de fabrication de savon prévoit de réaliser un mélange de réactifs au cours de différentes étapes pour obtenir du savon.

25

Le réacteur 1 comprend une cuve 2 comportant un fond 3 depuis lequel s'étend une paroi latérale 4 pour délimiter un espace intérieur 5. Dans le mode de réalisation représenté, le fond 3 est elliptique et la paroi latérale 4 cylindrique de section transversale circulaire selon un axe central A. L'espace intérieur 5 présente un diamètre T et un niveau de remplissage H. La cuve 2 peut être dimensionnée pour qu'un rapport H/T soit compris entre 1,5 et 5. A l'opposé du fond 3, la cuve 2

30

présente une ouverture supérieure 6. L'ouverture supérieure 6 peut être obturée par un couvercle 8. En particulier, le couvercle 8 peut être monté sur un bord de l'ouverture supérieure 6 de manière non-hermétique pour pouvoir réaliser des mélanges en cuve 2 dite « ouverte », c'est-à-dire dont l'espace intérieur 5 est à pression atmosphérique.

5 En variante, la cuve 2 pourrait présenter tout autre forme adaptée avec de préférence un fond 3 non plat et notamment un fond conique.

La cuve 2 peut être équipée d'un système de chauffe non représenté. En particulier, la cuve 2 peut présenter un fond 3 et une paroi latérale 4 à double enveloppe connectés à une source d'alimentation en fluide à une température appropriée.

10 Le réacteur 1 comprend en outre un système d'agitation 10 adapté pour faire circuler le mélange dans l'espace intérieur 5 de la cuve 2, et pour cisailer au moins localement le mélange.

Dans le mode de réalisation représenté, le système d'agitation 10 comprend un arbre 11 s'étendant selon l'axe central A dans l'espace intérieur 5 de la cuve 2 et au travers du couvercle 8. L'arbre 11 présente une première extrémité 11a reliée à un dispositif d'entraînement en rotation, tel qu'un motoréducteur 12, et une deuxième extrémité 11b disposée au voisinage du fond 3 de la cuve 2. L'arbre 11 peut ainsi être entraîné en rotation propre selon un axe de pivotement P coaxial à l'axe central A par le dispositif d'entraînement 12. Le dispositif d'entraînement 12 peut notamment être adapté pour entraîner l'arbre 11 en rotation propre à une vitesse de rotation allant jusqu'à 80 tr/min ou plus.

20 Le système d'agitation 10 comprend également un premier organe d'agitation 15 monté sur l'arbre 11 au voisinage de la deuxième extrémité 11b. Le premier organe d'agitation 15 est alors monté pivotant selon l'axe de pivotement P par rapport à la cuve 2.

Le premier organe d'agitation 15, agencé à proximité du fond 3 de la cuve 2, est adapté pour cisailer le mélange, c'est-à-dire créer localement des gradients de vitesse, et pour déplacer le mélange transversalement par rapport à l'axe central A vers la paroi latérale 4. Le premier organe d'agitation 15 peut être un mobile à pompage radial, tel qu'un mobile à pales droites. En particulier, le mobile du premier organe d'agitation 15 comporte un moyeu 16 solidaire de l'arbre 11, et plusieurs pales 17, notamment quatre dans le mode de réalisation représenté, équiréparties et s'étendant chacune depuis le moyeu 16 jusqu'à une extrémité libre 18. Chacune des pales 17 est droite, c'est-à-dire qu'elle s'étend dans un plan contenant l'axe de pivotement P. Le mobile du premier organe d'agitation 15 peut présenter un diamètre D compris entre 40% et 80%, de préférence entre 50% et 70%, du diamètre T de l'espace intérieur 5 de la cuve 2.

La forme du mobile du premier organe d'agitation 15 peut en outre être adaptée pour longer la forme du fond 3 de la cuve 2. En particulier, chacune des pales 17 peut présenter un bord inférieur 19 en regard du fond 3 de la cuve 2 conformé pour présenter un écartement $c1$ sensiblement constant avec une partie du fond 3 de la cuve 2 sur une partie essentielle, c'est-à-dire 50% ou plus, d'une longueur de la pale 17 mesurée entre le moyeu 16 et l'extrémité libre 18. L'écartement $c1$ entre le bord inférieur 19 de chacune des pales 17 et le fond 3 de la cuve 2 peut être compris entre 5% et 20% du diamètre T de l'espace intérieur 5 de la cuve 2.

Le mobile du premier organe d'agitation 15 présente :

$$P_01 = \frac{P1}{\rho N_1^3 D^5}$$

- un premier nombre de puissance

avec ρ viscosité du mélange, en Pascals/seconde,

$P1$ puissance dissipée dans la cuve par le premier organe d'agitation 15, en Watts,

$N1$ vitesse de rotation du premier organe d'agitation 15, en tours/seconde,

$$Q_01 = \frac{Q1}{N_1 D^3}$$

- un premier nombre de pompage

avec $Q1$, en mètres cubes/seconde, débit passant dans une surface projetée dans un plan perpendiculaire à l'axe de pivotement P du premier organe d'agitation 15.

Le premier nombre de puissance $P01$ du mobile à pompage radial du premier organe d'agitation 15 est élevé, par exemple compris entre 1,5 et 6, de manière à favoriser le cisaillement. Le premier nombre de pompage $Q01$ du mobile à pompage radial du premier organe d'agitation 15 peut être bas, par exemple compris entre 0,2 et 1.

La puissance dissipée par mètre cube de mélange est comprise entre 1000 W/m³ et 8000 W/m³, préférentiellement entre 2000 W/m³ et 6000 W/m³.

En variante, le mobile du premier organe d'agitation 15 pourrait être une turbine Rushton ou tout autre mobile à débit radial.

Le système d'agitation 10 comprend également un deuxième organe d'agitation 25 monté sur l'arbre 11 du côté de la première extrémité 11a, en dessous du niveau de remplissage H . Le deuxième organe d'agitation 25 est alors disposé coaxialement au-dessus du premier organe

d'agitation 15. Le deuxième organe d'agitation 15 se trouve ainsi être monté pivotant selon l'axe de pivotement P par rapport à la cuve 2.

Le deuxième organe d'agitation 25, agencé à distance du fond 3 de la cuve 2, est adapté pour déplacer le mélange dans un sens de pompage S, matérialisé par une flèche sur la figure. Dans le mode de réalisation représenté, pour que le mélange puisse être déplacé vers le premier organe d'agitation 15, le sens de pompage S est selon l'axe central A de la cuve 2 et orienté vers le fond 3 de la cuve 2. Le deuxième organe d'agitation 20 peut être un mobile à pompage axial descendant, tel qu'une hélice à pales inclinées. En particulier, le mobile du deuxième organe d'agitation 25 comporte un moyeu 26 solidaire de l'arbre 11, et plusieurs pales 27, notamment quatre dans le mode de réalisation représenté, équiréparties et s'étendant chacune depuis le moyeu 26 jusqu'à une extrémité libre 28. Chacune des pales 27 est inclinée, c'est-à-dire qu'elle s'écarte d'un plan contenant l'axe de pivotement P. La pale 27 présente un plan médian par rapport à des bords inférieur 29 et supérieur 30 opposés selon l'axe de pivotement P. Le plan médian fait un angle avec le plan contenant l'axe de pivotement P. Cet angle est, par exemple, de 45° sur la figure avec une inclinaison telle que le bord supérieur 30 est devant le bord inférieur 29 par rapport à un sens de rotation R de l'arbre 11, matérialisé par une flèche, et donc du mobile du deuxième organe d'agitation 25. Dans le mode de réalisation représenté, le mobile du deuxième organe d'agitation 25 présente un diamètre D identique à celui mobile du premier organe d'agitation 15. En variante, le mobile du deuxième organe d'agitation 25 pourrait avoir tout autre diamètre compris entre 40% et 80%, de préférence entre 50% et 70%, du diamètre T de l'espace intérieur 5 de la cuve 2.

Le mobile du deuxième organe d'agitation 25 présente :

$$P_0 2 = \frac{P2}{\rho N_2^3 D^5}$$

- un deuxième nombre de puissance

avec P2 puissance dissipée dans la cuve par le deuxième organe d'agitation 25, en Watts,

N2 vitesse de rotation du deuxième organe d'agitation 25, en tours/seconde,

$$Q_0 2 = \frac{Q2}{N_2 D^3}$$

- un deuxième nombre de pompage

avec Q2, en mètres cubes/seconde, débit passant dans une surface projetée dans un plan perpendiculaire à l'axe de pivotement P du deuxième organe d'agitation 25.

Le deuxième nombre de pompage du mobile à pompage axial du deuxième organe d'agitation est élevé, par exemple compris entre 0,5 et 2, de manière à favoriser la mise en circulation. Le deuxième nombre de puissance du mobile à pompage axial du deuxième organe d'agitation peut être bas, par exemple compris entre 0,3 et 1,5.

5 La puissance dissipée par mètre cube de mélange comprise entre 1000 W/m³ et 8000 W/m³, préférentiellement entre 2000 W/m³ et 6000 W/m³.

L'invention n'est pas limitée au système d'agitation 10 décrit précédemment et pourrait notamment comprendre tout autre type d'organe d'agitation, en nombre approprié, notamment compris entre deux et cinq, préférentiellement entre deux et trois, et selon tout agencement
10 approprié. Par exemple, le système d'agitation 10 pourrait comprendre deux deuxièmes organes d'agitation, par exemple identiques, montés coaxialement sur l'arbre au-dessus du premier organe d'agitation.

Le système d'agitation 10 peut également comporter un ou plusieurs organes de déviation
35, par exemple entre deux et quatre, préférentiellement entre deux et trois, agencés pour dévier une partie du mélange située à proximité de la paroi latérale 4 de la cuve 2 vers le ou les deuxièmes
15 organes d'agitation 25. Les organes de déviation 35 peuvent être montés de manière amovible dans l'espace intérieur 5 de la cuve 2. Dans le mode de réalisation représenté, comme organes de déviation 35, le système d'agitation 10 comprend deux contre-pales 36 ou, en termes anglo-saxon, baffles, agencées à proximité de la paroi latérale 4 de la cuve 2 en regard des extrémités libres des
20 mobiles des deuxièmes organes d'agitation 25. Les contre-pales 36 peuvent être amovibles et pivotantes autour d'un axe longitudinal L pour permettre d'en modifier une orientation. Les contre-pales 36 peuvent présenter une largeur l_b comprise entre 3% et 8% du diamètre T de l'espace intérieur 5 de la cuve 2. Par ailleurs, les contre-pales 36 peuvent être disposées de manière à laisser un espace libre avec la paroi latérale 4 de la cuve 2 compris entre 2% et 8% du diamètre T de
25 l'espace intérieur 5 de la cuve 2.

Selon l'agencement proposé dans le mode de réalisation particulier, le mobile à pompage radial du premier organe d'agitation 15 est disposé en aval du mobile à pompage axial du deuxième organe d'agitation 25 par rapport au sens de pompage S. Le mélange peut ainsi être déplacé dans le sens de pompage S selon l'axe central A vers le fond 3 de la cuve 2 par le mobile à pompage axial
30 du deuxième organe d'agitation 25 vers le mobile à pompage radial du premier organe d'agitation 15, et cisailé et déplacé transversalement par rapport à l'axe central A vers la paroi latérale 4 par le mobile à pompage radial du premier organe d'agitation 15. Le mélange peut ainsi retourner vers le mobile à pompage axial du deuxième organe d'agitation 25 en étant dévié vers ce mobile par les contre-pales 36.

L'utilisation d'un réacteur muni d'un système d'agitation mécanique, permettant en particulier de cisailer et de pomper simultanément le mélange permet d'assurer l'homogénéité du mélange tout au long du procédé de fabrication de savon.

Ceci permet de réduire la consommation d'eau, les temps de contact entre les réactifs et les températures de réaction. Il en résulte que :

- l'étape a. d'empâtage/cuisson peut être conduite à des températures comprises entre 75 et 99°C sur une durée environ deux fois moins longue que les procédés traditionnels,
- l'étape b. de relargage/lavage peut être conduite à des températures comprises entre 70 et 99°C, et le nombre de lavages et la quantité d'eau de lavage peuvent être réduits.

Ces conditions opératoires plus douces permettent donc de réduire les consommations énergétiques et les rejets. Et elles permettent également de garantir l'intégrité des corps gras ou huiles de hautes qualité mises en œuvre et de limiter la formation d'impuretés issues de la dégradation de ces huiles ou corps gras à haute température et ainsi d'assurer la bonne qualité du savon

Séchage et finition

Selon un mode particulier de réalisation, l'étape c. du procédé de l'invention peut être suivie d'une étape de séchage du savon lisse jusqu'à obtenir un savon comprenant au plus 22% en poids d'eau, de préférence au plus 16% en poids d'eau.

Le séchage peut de préférence être réalisé par passage du savon lisse dans un atomiseur sous vide dans lequel le savon est pulvérisé. Tout autre système utilisant la convection naturelle ou forcée, chauffée ou non, de l'air ambiant ou d'un gaz vecteur peut également être utilisé comme moyen de séchage. Ainsi le savon peut par exemple également être coulé au sol et séché à l'air libre

Une fois séché, le savon peut être mis en forme par exemple par passage dans des boudineuses en série dans lesquelles il est compressé. Puis le savon sort des boudineuses au travers d'une filière qui permet l'obtention de la forme souhaitée pour le produit fini. Il peut alternativement être mis en forme par découpe, par exemple lorsque le savon a été séché au sol notamment. Le savon peut également être mis en forme par moulage.

Savon

L'invention a également pour objet un savon lisse susceptible d'être fabriqué au moyen d'un procédé discontinu de fabrication de savon comprenant au moins les étapes suivantes :

- a. une étape d'empâtage et de cuisson dans laquelle :
- 5 - on mélange au moins un acide gras et/ou ester d'acide gras avec une solution aqueuse de soude,
- on chauffe le mélange pour obtenir une pâte de savon,
- b. au moins une étape de relavage/lavage de la pâte de savon obtenue à l'étape a. dans laquelle :
- 10 - la pâte de savon est mélangée avec une solution aqueuse comprenant 1 à 42% en poids d'un mélange de soude et de sel,
- le mélange est chauffé, et laissé à décanter jusqu'à formation de deux phases : le savon grainé comprenant du sel, de la soude et de la glycérine, et une solution aqueuse comprenant du sel, de la soude et de la glycérine,
- 15 - le savon grainé et la solution aqueuse sont séparés,
- c. une étape de lissage du savon grainé obtenu à l'étape b. par neutralisation dans laquelle :
- le savon grainé est mélangé avec au moins un agent de neutralisation pouvant être un acide, un acide gras ou un ester d'acide gras,
- 20 - le mélange est chauffé, et le savon lisse est obtenu.

Le savon lisse ainsi obtenu comprend de préférence :

- au plus de 33% en poids d'eau, de préférence 25% à 33% en poids, plus préférentiellement 24% à 32% en poids d'eau,
- au plus 0,7% en poids de sel, de préférence 0,1% à 0,6%, plus
- 25 préférentiellement 0,2% à 0,5% en poids de sel, et
- au plus 0,2% en poids de soude, de préférence 0,05% à 0,2%, plus préférentiellement 0,05% à 0,1% en poids de soude libre (sous forme NaOH).

L'invention est illustrée plus en détails dans l'exemple illustratif et non limitatif suivant.

30 **EXEMPLE**

On a préparé un savon lisse selon le procédé suivant :

On a introduit 360g d'huile de grignons d'olive, 120g d'huile de coprah et 120g d'huile de palme dans un réacteur double enveloppe muni d'un système d'agitation mécanique permettant de cisailer et de pomper simultanément le mélange.

L'agitation est mise en route à une vitesse de 500tr/min. Le réacteur est mis à chauffer à
5 une température de 78°C.

On ajoute en une fois dans le réacteur, 326g d'une solution aqueuse de soude à 27 % et 2.1% de saumure.

Le mélange est maintenu sous agitation 650tr/min à une température de 87°C pendant 4h30.

10 Le dosage de la soude par titration à l'acide chlorhydrique au bout de 4h30 a permis de confirmer que la réaction de saponification est complète.

On a ensuite introduit dans le réacteur, toujours sous agitation 650tr/min à une température de 87°C, 197g d'une solution aqueuse comprenant 5% de sel et 6.8% de soude et on a maintenu l'agitation à cette température pendant 35min.

15 Au bout de 35min on a interrompu l'agitation, et on a laissé le mélange décanter pendant 1h jusqu'à formation d'au moins deux phases à 87°C

On a ensuite soutiré la lessive comprenant l'eau, de la soude et du sel et de la glycérine. On a laissé décanter une nouvelle fois pendant 1h20 à 87°C puis on a à nouveau soutiré la lessive comprenant l'eau, de la soude et du sel et de la glycérine. On a ainsi récupéré 139g de lessives
20 soutirées.

Le rendement est donc de 70,55%.

On a ensuite procédé au lissage du savon. Pour ce faire, on a introduit 24,7g d'huile de coprah dans le réacteur double enveloppe muni d'un système d'agitation contenant le savon grainé précédemment obtenu.

25 Le mélange est maintenu sous agitation 650tr/min à une température de 95°C pendant 30min.

Le savon lisse est ensuite coulé et séché à l'air libre

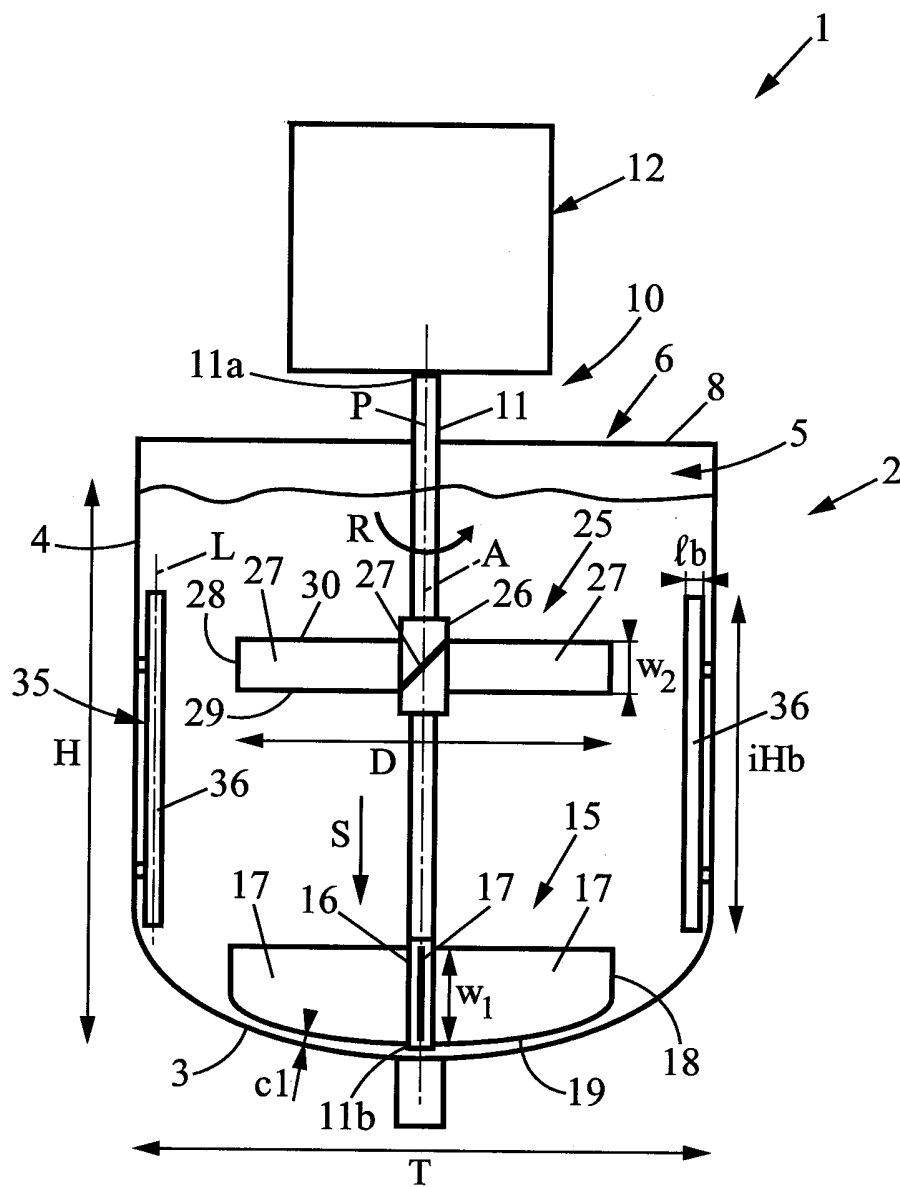
Le savon obtenu est parfaitement homogène et peut bénéficier de la dénomination savon de Marseille. Il forme une mousse particulièrement crémeuse, et la glycérine hydratante protège la
30 peau.

REVENDEICATIONS

1. Procédé discontinu de fabrication de savon comprenant au moins les étapes suivantes :
 - a. une étape d'empâtage/cuisson dans laquelle :
 - on mélange au moins un acide gras et/ou ester d'acide gras avec une solution aqueuse de soude,
 - on chauffe le mélange pour obtenir une pâte de savon,
 - b. au moins une étape de relargage/lavage de la pâte de savon obtenue à l'étape a. dans laquelle :
 - la pâte de savon est mélangée avec une solution aqueuse comprenant 1 à 42% en poids d'un mélange de soude et de sel,
 - le mélange est chauffé, et laissé à décanter jusqu'à formation de deux phases : le savon grainé comprenant du sel, de la soude et de la glycérine, et une solution aqueuse comprenant du sel, de la soude et de la glycérine,
 - le savon grainé et la solution aqueuse sont séparés,
 - c. une étape de lissage du savon grainé obtenu à l'étape b. par neutralisation dans laquelle :
 - le savon grainé est mélangé avec au moins un agent de neutralisation pouvant être un acide, un acide gras ou un ester d'acide gras,
 - le mélange est chauffé, et le savon lisse est obtenu.
2. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel l'acide gras et/ l'ester d'acide gras mis en œuvre dans l'étape a. est un corps gras, de préférence d'origine végétale, et plus préférentiellement, une huile ou un pâteux végétal ou d'origine végétale.
3. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel le corps gras, en particulier l'huile, est raffiné.
4. Procédé l'une quelconque des revendications 2 ou 3, dans lequel l'huile végétale est l'huile d'olive, en particulier l'huile acide de grignons d'olive, l'huile de coprah, l'huile de palme ou un mélange de celles-ci.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la solution aqueuse de soude mise en œuvre à l'étape a. comprend une teneur en soude allant de 20% à 31% en poids de soude, de préférence 25% à 30% en poids.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les étapes a., b. et/ou c. sont mises en œuvre dans un réacteur muni d'un système d'agitation mécanique, ledit système d'agitation mécanique du réacteur permet de cisailer et de pomper simultanément les mélanges des étapes a., b. et/ou c..

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le réacteur est thermostaté, et de préférence le réacteur est à double enveloppe.
8. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel, à l'étape a., le mélange est chauffé à une température comprise entre 75 et 99°C, de préférence entre 80°C et 90°C, pendant une durée de 1h à 6h, de préférence de 2h à 5h.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la solution aqueuse de lavage comprend :
 - 1 à 7% en poids de sel, de préférence 2 à 5% en poids de sel, plus préférentiellement 2 à 4% en poids de sel, et
 - 0,01% à 40% en poids de soude, de préférence 0,9% à 20% en poids de soude, plus préférentiellement de 2% à 8% en poids de soude.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 9, dans lequel, à l'étape b., le mélange est chauffé à une température comprise entre 70 et 99°C, de préférence entre 80 et 99°C pendant 30 min à 2 jours, de préférence pendant 45 min à 24h, et plus préférentiellement pendant 1h à 18h.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 10, dans lequel, à l'étape c., le mélange est chauffé à une température comprise entre 70 et 99°C, de préférence entre 80 et 99°C pendant 10min à 5h, de préférence pendant 30min à 2h.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant au plus deux étapes de lavages, de préférence au plus une étape de lavage.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape c. est suivie d'une étape de séchage du savon lisse jusqu'à obtenir un savon comprenant au plus 22% en poids d'eau, de préférence au plus 16% en poids d'eau.
14. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel l'étape de séchage est suivie par une étape de finition comprenant la mise en forme du savon, par exemple par moulage.
15. Savon lisse susceptible d'être fabriqué au moyen du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14.
16. Savon lisse selon la revendication précédente, comprenant :
 - au plus de 33% en poids d'eau, de préférence 25% à 33% en poids, plus préférentiellement 24% à 32% en poids d'eau,
 - au plus 0,7% en poids de sel, de préférence 0,1% à 0,6%, plus préférentiellement 0,2% à 0,5% en poids de sel, et
 - au plus 0,2% en poids de soude, de préférence 0,05% à 0,2%, plus préférentiellement 0,05% à 0,1% en poids de soude libre.

1/1



Figure

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 822671
FR 1651382

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	FR 1 337 212 A (CADUM PALMOLIVE) 13 septembre 1963 (1963-09-13) * revendications; exemples 1-4 *	1-16	C11D13/00
X	FR 2 008 916 A1 (COLGATE PALMOLIVE CO) 30 janvier 1970 (1970-01-30) * page 1, ligne 33 - page 8, ligne 4; revendications; exemple *	1-16	
X	FR 946 742 A (SCHUELLER, BECK, LACHAMPT) 13 juin 1949 (1949-06-13) * page 1, ligne 47 - page 3, ligne 30; revendications *	1-16	
X	US 5 041 234 A (INSTONE TERRY [GB] ET AL) 20 août 1991 (1991-08-20) * tableau I *	15,16	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C11D
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		10 octobre 2016	Vernier, Frédéric
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1651382 FA 822671**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 10-10-2016

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
FR 1337212	A	13-09-1963	BE	614628 A	10-10-2016
			CH	415917 A	30-06-1966
			DE	1223093 B	13-02-1975
			FR	1337212 A	13-09-1963
			GB	989745 A	22-04-1965
			NL	275152 A	10-10-2016
			OA	854 A	15-11-1967
			US	3190900 A	22-06-1965

FR 2008916	A1	30-01-1970	FR	2008916 A1	30-01-1970
			US	3926829 A	16-12-1975

FR 946742	A	13-06-1949	BE	463094 A	10-10-2016
			CH	259128 A	15-01-1949
			FR	946742 A	13-06-1949
			GB	636945 A	10-05-1950
			LU	28412 A	10-10-2016
			MY	5300008 A	31-12-1953
			NL	94073 C	10-10-2016
			US	2485204 A	18-10-1949

US 5041234	A	20-08-1991	AU	3223489 A	05-10-1989
			BR	8901470 A	14-11-1989
			EP	0335640 A2	04-10-1989
			IN	170136 B	15-02-1992
			JP	H01292097 A	24-11-1989
			PH	26056 A	29-01-1992
			TR	24260 A	29-07-1991
			US	5041234 A	20-08-1991
			ZA	8902356 B	28-12-1990
