

UNIVERSITE ASSANE SECK DE ZIGUINCHOR bvn



UFR SCIENCES ET TECHNOLOGIES

Département de Physique

Mention : Physique et Applications

Mémoire de MASTER

Spécialité : Énergies Renouvelables et Efficacité Énergétique

Option : Énergie Solaire et Bioénergie

Sujet :

**METHODES DE CARACTERISATION DE LA BIOMASSE
OLEAGINEUSE POUVANT PERMETTRE LA SHYNTHESE
DES BIOCARBURANTS.**

Présenté et soutenu publiquement par

Sankoung BODIANG

Le 22/03/2023 devant le jury composé de :

Nom Prénom	Grade	Qualité	Établissement
KOBOR DIOUMA	Professeur Titulaire	Président de jury	UASZ
THIAO Serigne	Maître de Conférences	Rapporteur	UASZ
DIATTA Joseph Sambasene	Maître de Conférences	Examineur	UASZ
SAMBOU Oumar	Maître de Conférences Assimilé	Examineur	UASZ
DIEDHIOU Ansoumane	Maître de Conférences Assimilé	Encadrant	UASZ
NDIAYE Momath	Maître de Conférences	Directeur de stage	USSEIN/UFR SFI

Dédicaces

Je m'incline devant Dieu le tout puissant qui m'a ouvert la Porte du savoir et m'a aidé la franchir.

C'est avec grand plaisir que je dédie ce modeste travail à :

- Ma mère, Sa fierté à mon égard aujourd'hui est pour moi la meilleure des récompenses ;
- Mon défunt père « Que la terre lui soit légère et qu'ALLAH, Le MISERICORDIEUX, l'accueille dans son Paradis ! » ;
- Ma grande sœur Astou BODIAN, qui m'a toujours soutenu dans l'accomplissement de ce travail. En témoignage de ma profonde gratitude, je vous remercie pour tous les efforts et les soutiens que vous avez déployé pour mon éducation ;
- Mon grand frère Momodou Abdoulaye BODIAN ;
- Mes grands frères et petits frères, mes grandes sœurs et petites sœurs, Mes oncles, mes tantes, mes amis ;
- Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible.

REMERCIEMENTS

Je rends grâce à Dieu le tout puissant pour tous les louables aides et soutiens qu'il m'a donné tout au long de ma vie et à la réalisation de ce modeste travail.

J'exprime mes vifs remerciements à :

Mr Ansoumane DIEDHIOU et Mr Momath NDIAYE, mes directeurs de mémoire. Leurs soutiens permanents m'ont permis de mener à bien ce travail dans un environnement de recherche; leurs critiques toujours constructives sur mon rapport m'ont permis également d'améliorer sa lisibilité.

Les membres du Jury : Mr Diouma KOBOR, Mr Sérigne THIAO, Mr Joseph Sambasene DIATTA, Mr Oumar SAMBOU d'avoir acceptés d'examiner notre travail et surtout pour leur conseils et accompagnement.

Je tiens aussi à remercier toute l'équipe du laboratoire de physique et chimique pour l'appui technique qu'ils m'ont apportés.

Mes remerciements s'adressent aussi à l'ensemble des collègues et amis du MIER, aux doctorants avec qui j'ai eu le plaisir de travailler.

J'adresse également mes remerciements à l'ensemble des enseignants du département de Physique et de Chimie de l'UASZ pour avoir de loin ou de près participé à ma formation universitaire.

RESUME

Dans un contexte où l'énergie est devenue indispensable au fonctionnement de l'économie et devant la déplétion des énergies fossiles, la recherche d'alternatives énergétiques devient une préoccupation majeure à l'échelle mondiale. La hausse des prix des produits pétroliers a lourdement pesé sur la balance des paiements du pays ces dernières années. Dans la perspective d'un prix du baril de pétrole qui ne cesse de croître sur le long terme et d'une importante croissance démographique, les huiles végétales font de plus en plus l'objet d'une considération en tant que carburants que ce soit dans les pays du Sud comme dans ceux du Nord. Ce travail vise à étudier des protocoles de caractérisation des teneurs et de la qualité des oléagineux qui peuvent être utilisés pour produire des biocarburants. Les graines de coton, *Jatropha curcas* et d'arachide sont collectées puis leur extraction en huiles est faite au laboratoire LCPM de UASZ. Nous avons caractérisés ces huiles comme biocarburant c'est-à-dire nous avons produit le biodiesel de chaque huile végétale brute, les mélangés avec 50% de gasoil et déterminé leurs paramètres physico-chimiques (teneur en eau, teneur en huile, indice d'acidité, le point éclair, la densité, la viscosité, ...).

MOTS CLES

Biomasse oléagineuse, Paramètres physico-chimiques, Biocarburant, Huile Végétale, Biodiesel.

ABSTRACT

In a context where energy has become essential to the functioning of the economy and faced with the depletion of fossil fuels, the search for energy alternatives is becoming a major concern on a global scale. The rise in the price of petroleum products has weighed heavily on the country's balance of payments in recent years. In the perspective of a price per barrel of oil which continues to grow over the long term and of significant population growth, vegetable oils are more and more the subject of consideration as fuels, whether in the countries of the South as in those of the North. This work aims to study protocols for characterizing the content and quality of oilseeds that can be used to produce biofuels. Cotton, *Jatropha curcas* and peanut seeds are collected and then extracted into oils at the LCPM laboratory in Ziguinchor. We characterized these oils as biofuel, i.e. we produced biodiesel from each crude vegetable oil, mixed them with 50% diesel and determined their physico-chemical parameters (water content, oil content, index of acidity, flash point, density, viscosity, etc.).

Keywords: noilseed biomass; physico-chimical parameters; vegetable oil; biodiesel.

Table des matières	
Dédicaces	i
REMERCIEMENTS	ii
RESUME.....	iii
ABSTRACT	iii
INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	2
I. LA TRANSFORMATION DES OLEAGINEUX	3
I.1 Préparation des graines	3
I.2 Les procédés de production d’huile végétale pure	7
I.3 Les produits issus des huileries et leurs utilisations	8
I.4 Les oléagineux bonnes huiles pour carburant	9
II. PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES DES BIOMASSES OLEAGINEUSES COMME BIOCARBURANT	11
II.1 Paramètres physico-chimiques des huiles végétales	11
CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES	13
I. MATERIELS	13
I.1 Matériels biologiques.....	13
I.2 Matériels d’analyses physico-chimiques	13
II.1 Méthodes d’identification des biomasses oléagineuses.....	18
II.2 Méthodes d’extractions des huiles.....	21
CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS	24
I. RESULTATS ET DISCUSSIONS	24
II. CONCLUSION ET PERSPECTIVE	31
BIBLIOGRAPHIE	33
ANNEXES	36

Liste des figures

LISTE DES FIGURES

FIGURE I 1: QUELQUES EXEMPLES DE GRAINES OLEAGINEUSES.....	2
FIGURE I 2: SCHEMA DE RAFFINAGE DES HUILES [12]	6
FIGURE I 3 : SCHEMA D'OPERATIONS UNITAIRES DU PROCEDE DE TRITURATION.....	8
FIGURE I 4 : SCHEMA DE VALORISATION DU BIOCARBURANT OLEAGINEUX.....	10
FIGURE II 1: VISCOSIMETRE	14
FIGURE II 2: UN DENSIMETRE DMA -35N [19]	14
FIGURE II 3: TESTEUR DE POINT ECLAIR.	15
FIGURE II 4: MONTAGE DE L'APPAREIL DE DISTILLATION SUR LE DISPOSITIF DE CHAUFFAGE...	16
FIGURE II 5: MONTAGE DE L'APPAREIL D'EXTRACTION POUR LA DETERMINATION DE LA TENEUR EN HUILE	16
FIGURE II 6: TITRAGE PAR RAPPORT A LA SOLUTION DE KOH DES HUILES OLEAGINEUX.	17
FIGURE II 7: EVAPORATEUR ROTATIF	17
FIGURE II 8: HOTTE A FILTRATION CHIMIQUE.....	18
FIGURE II 9: LES DIFFERENTES ETAPES DE LA TRANSFORMATION DE L'ARACHIDE EN HUILE PUIS EN BIODIESEL.	22
FIGURE II 10: LES DIFFERENTES ETAPES DE LA TRANSFORMATION DU JATROPHA CURCAS EN HUILE	23
FIGURE II 11: LES DIFFERENTES ETAPES DE LA TRANSFORMATION DU COTON EN HUILE	23
FIGURE III 1: COMPARAISON DE L'EXTRACTION DE L'HUILE DES GRAINES AVEC DE L'HEXANE. 24	
FIGURE III 2: COURBES DE VISCOSITE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DES HUILES ET DU GASOIL.	27
FIGURE III 3 : COURBES DE VISCOSITE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DES BIODIESELS ET DU GASOIL.	28
FIGURE III 4: COURBES DE VISCOSITE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DES MELANGES BIODIESELS AVEC 50% DU GASOIL ET DU GASOIL.....	28
FIGURE III 5: HISTOGRAMME DES DENSITES DES HUILES ET DU GASOIL A 15°C.	29

Liste des tableaux

Liste des tableaux

TABLEAU III 1: PARAMETRES PHYSIQUES DES HUILES ET DU GASOIL.	25
TABLEAU III 2: PARAMETRES PHYSIQUES DES BODIESELS, DU MELANGE BODIESEL AVEC 50 % DE GASOIL ET DU GASOIL.....	26
TABLEAU III 3: PARAMETRES CHIMIQUES DES HUILES ET DU GASOIL.	30
TABLEAU III 4: PARAMETRES CHIMIQUES DES BODIESELS ET DU GASOIL.	30
TABLEAU III 5: TENEUR EN HUILE	51
TABLEAU III 6: VISCOSITE DES HUILES ET DU GASOIL PAR DIFFERENTES TEMPERATURES.....	51
TABLEAU III 7: VISCOSITE DES BODIESELS ET DU GASOIL PAR DIFFERENTES TEMPERATURES ..	51
TABLEAU III 8 : LES NORMES DU GASOIL	53

Liste des abréviations

OMM : Organisation Météorologique Mondiale

CO₂ : Dioxyde de carbone

H₃PO₄ : Acide Phosphorique

HVB : Huiles Végétales Brutes

HVC : Huiles Végétales Carburants

EMHV : Esters Méthyliques d'Huile Végétale

EEHV : Esters Ethyliques d'Huile Végétale

ISO : Organisation Internationale de Normalisation

PCI : Pouvoir Calorifique Inférieur

TEP : Tonne-Equivalent-Pétrole

PCS : Pouvoir Calorifique Supérieur

KOH : Hydroxyde de potassium

IS : Indices de Saponification

Ii : Indices d'iode

IA : Indice d'Acide

ICI : Monochlorure d'iode

SO₂ : Dioxyde de Soufre

H₂S : Sulfure d'Hydrogène

TMV : Teneur en Matières Volatiles

TE : Teneur en Eau

DIN : Deutsches Institut für Normung

CEI : Commission Electrotechnique Internationale

TH : Teneur en Huile

TS : Teneur en Sédiment

EN : Norme Européenne

NF : Norme Française

J/kg : Joule par kilogramme (unité du pouvoir calorifique)

BIODIESEL : Biocarburant Obtenu Par Estérification De L'huile Végétale

°C : Degré Celsius

% : Pourcentage

ppm : Partie par million

g/cm² : gramme par centimètre carré

TC : Teneur en Cendre

m : mètre

mm : millimètre

cm : centimètre

mm²/s : millimètre carré par seconde

KJ/kg : kilojoule par kilogramme

HCl : Chlorure d'Hydrogène

ASTM: American Society for Testing and Material

INTRODUCTION GENERALE

Dans l'histoire de l'humanité, les besoins en énergie restent toujours croissants. L'élaboration d'une stratégie pour la promotion des biocarburants intervient dans un contexte de crise énergétique sans précédent, caractérisé par un déficit dans la fourniture de l'énergie au consommateur, et une hausse du prix à la pompe des produits pétroliers, due à la flambée du baril de pétrole. Aujourd'hui, avec la guerre en Ukraine, les pays dépendants du carburant sont devancés par un autre souci énergétique. Ainsi, le Sénégal qui est un pays non producteur de pétrole est tout ressentiment confronté à des problèmes de transport et financements liés aux carburants (Le prix du gazole est passé de 655 à 755 FCFA le litre et Le prix du supercarburant est passé de 755 à 990 FCFA le litre) [1]. Par ailleurs, les gaz à effet de serre sont considérés comme les principales causes du réchauffement planétaire et conséquence des changements climatiques. Selon l'Organisation Météorologique Mondiale (OMM)[2], la hausse de 81 % de la teneur en CO₂ de l'atmosphère depuis la fin du 18^e siècle est dû en grande partie aux émissions liées à la combustion de combustibles fossiles. Face à ce bilan énergétique sombre au niveau mondial (épuisement des réserves, hausse des prix des énergies fossiles et réchauffement climatique), le développement de technologies et de systèmes énergétiques durables est préconisé. Parmi les solutions économiquement possibles, les biocarburants (bioéthanol et biodiésel) offrent de solides perspectives d'avenir. Aujourd'hui de nombreux procédés pour l'extraction, la transformation et le raffinage de biocarburants sont mis en place.

Nous nous sommes fixés comme objectif principal, l'étude des méthodes de caractérisation de la biomasse oléagineuse pouvant permettre la synthèse des biocarburants.

Pour ce faire, le travail peut être réparti en trois chapitres : le premier chapitre concerne l'étude bibliographique : de la collecte des principales oléagineuses à sa technique de valorisation, le chapitre deux va concerner la présentation de la méthodologie et des matériels utilisés pour la production du biocarburant, enfin dans le chapitre trois, nous traiterons des techniques de valorisation des oléagineux en biocarburant.

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Le terme "oléagineux" désigne une famille de végétaux dont on extrait l'huile à des fins alimentaires énergétique. Contenant énormément de matière grasse et très riche en oméga 3, les oléagineux sont cependant pauvres en eau. Par ailleurs, ils peuvent contenir jusqu'à 60% d'acides gras, et leurs apports caloriques sont relativement élevés. On peut distinguer les graines oléagineuses (Jatropha, arachide, colza, coton, tournesol, soja...etc) et les fruits oléagineux (olive, palme, coprah, avocat), qui sont en pratique des fruits à coque. Un grand nombre d'entre elles proviennent de plantes annuelles, cultivées spécifiquement pour leur contenu en huile. D'autres sont au contraire issues d'arbres fruitiers (noix, noisettes, amandes...).

Les graines récoltées peuvent avoir des propriétés très différentes (taille, structure, dureté, composition en acides gras...) et se distinguent notamment par leur teneur en huile. Ce paramètre définit en grande partie le procédé d'extraction qui sera employé. Les graines à faible teneur en huile, comme le soja et le coton (environ 20 %), subissent généralement une simple extraction par solvant. Au contraire, pour les graines plus riches en huile, telles que le Jatropha curcas (40 %) par exemple, l'extraction se fait en deux étapes : un pressage mécanique suivi d'une extraction par solvant. Les résidus de l'extraction constituent les tourteaux généralement recyclés pour l'alimentation animale [3].



Jatropha



Arachide



Coton

Figure I 1: Quelques exemples de graines oléagineuses

I. LA TRANSFORMATION DES OLEAGINEUX

I.1 Préparation des graines

La qualité des graines à traiter dépend des conditions de récolte (maturité, variété, humidité et propreté), de stockage (température, humidité et temps de stockage) et de transport (température et humidité). En effet, après la récolte, les graines ne se présentent pas toujours dans des conditions favorables à leur bonne conservation.

Le nettoyage dans ce cas permettra d'éliminer les corps étrangers que peut contenir les graines fraîchement récoltées (tiges, branches, feuilles...). Cette étape présente des intérêts multiples, à la fois pour assurer la bonne conduite du procédé de trituration et pour garantir la qualité des produits formés (huile et tourteau). Le nettoyage permet tout d'abord d'éviter tout risque d'échauffement lié à la présence de matériaux secs dans le sécheur. Il permet également d'éviter l'usure prématurée des presses souvent provoquée par l'introduction de matériaux très rigides. De plus, la suppression des feuilles et branches, matières putrescibles et pauvres en protéines, réduit les risques de détérioration de la qualité des graines par leur décomposition et conserve la valeur nutritionnelle du gâteau de pressage[4].

Industriellement, le nettoyage est réalisé par séparation mécanique des différents constituants présents dans les graines et combine différentes technologies. Une plaque d'agitation perforée, ou tamiseur, permet de séparer les graines et les particules fines (poussières, sable, fibres...) par gravité. Certaines particules fines sont cependant trop légères pour être récupérées efficacement de cette manière. Un système pneumatique complète donc cette installation : les particules légères sont mises en suspension dans l'air et évacuées par aspiration. Les graines propres sont récupérées à travers une deuxième grille perforée de type feuilles...) [5]. L'installation est également équipée d'aimants qui permettent de récupérer les éléments métalliques.

Après nettoyage, le séchage qui est généralement effectué directement après la récolte, dans les coopératives agricoles. Il permet d'éviter la détérioration des graines, due aux mécanismes précédemment cités, mais également de faciliter les étapes de fractionnement, de dépelliculage et de pressage[6].

Des séchoirs à grains de grande capacité sont couramment utilisés en industrie. Ce sont des colonnes verticales de 10 à 15 m de haut [5], à l'intérieur desquelles les graines sont séchées par échanges convectifs avec un courant d'air sec, chaud ou tempéré (70 à 75°C). Le taux d'humidité préconisé dépend du fonctionnement des équipements de prétraitement et de l'espèce traitée. Des graines trop humides vont en effet produire un gâteau de pressage pâteux difficile à presser. L'étape de cuisson, intervenant plus loin dans le procédé, permet de réajuster

l'humidité de la matière, avant qu'elle n'entre dans la presse. Les paramètres de séchage permettant d'atteindre des rendements d'extraction optimaux varient selon les espèces. Les graines comme le Jatropha ou le sésame possèdent un taux d'humidité optimal, pour lequel leur rendement d'extraction est maximisé [7].

Le décortiquage ou dépelliculage des graines consiste à séparer la pellicule de l'amande et permet d'augmenter la capacité de l'installation des équipements d'extraction. Il améliore également le contenu en protéines du gâteau de pressage et donc son intérêt nutritionnel pour les animaux d'élevage.

La première étape consiste à décrocher la pellicule, par un passage sous les rouleaux du décortiquer. La séparation entre les amandes et les pellicules repose sur les mêmes équipements que l'étape de nettoyage des graines : tamiseur, épierreur, système pneumatique, aimants. Leur efficacité est étroitement liée à la bonne réalisation des étapes préalables de séchage et concassage [8].

Le dépelliculage n'est pas appliqué systématiquement à tous les types de graines et peu d'études ont été menées pour évaluer son impact sur le rendement d'extraction. Cependant, il est couramment mis en œuvre industriellement, notamment pour les graines dont la coque est très épaisse (cacahuètes, noix, tournesol...) [7]. Le cas du lin décortiqué a été étudié à l'échelle laboratoire et l'observation révèle de meilleurs rendements d'extraction pour des graines entières. De manière analogue, il a été montré que le pressage des graines entières permet d'obtenir un meilleur rendement en huile par rapport aux graines décortiquées[9].

Le fractionnement des graines est notamment essentiel dans le procédé de trituration. En effet, la réduction de la taille permet une cuisson et un séchage plus rapide ainsi qu'un aplatissage plus efficace. Ce procédé utilise une large gamme d'équipements tels que des concasseurs, des broyeurs, des moulins, des désintégrateurs, des couteaux, des hachoirs, et des homogénéisateurs [10].

L'aplatissage, est l'une des étapes les plus importantes de la préparation des graines. Par ce procédé, une plus grande surface de la matière est mise en contact de l'humidité et de la chaleur lors du chauffage. La disponibilité de l'huile est nettement améliorée. En effet, il provoque

l'éclatement de la quasi-totalité des membranes cellulaires et diminue en même temps la distance que l'huile doit parcourir pour atteindre le milieu extérieur lors de son extraction [5].

Un conditionnement préalable est souhaitable afin de diminuer la plasticité des graines et faciliter ainsi leur laminage. Il implique un préchauffage et un ajustement de la teneur en eau, par humidification ou séchage des graines. Elles passent ensuite à travers une ou plusieurs rangées de rouleaux compresseurs, dont l'écartement peut être ajusté en fonction de l'espèce traitée et du procédé de trituration choisi (pressage, pré-pressage, extraction par solvant)[8].

La cuisson est également une étape clef pour garantir une bonne extraction de l'huile pendant le pressage. En effet, elle permet : d'ajuster l'humidité des graines, de diminuer la viscosité de l'huile et faciliter son écoulement à travers le gâteau, de compléter la rupture des membranes cellulaires, de coaguler les protéines dans les cellules, de stériliser les graines, de détruire l'activité enzymatique et d'éliminer certains constituants indésirables[11]. Industriellement, la cuisson est appliquée à tous les types de graines, mais les paramètres de cuisson (temps et température) varient d'une espèce à l'autre. Différents auteurs mentionnent l'amélioration des rendements de pressage des graines après cuisson [12].

Les huiles brutes de pression et d'extraction sont ensuite mélangées puis raffinées afin de fournir aux consommateurs une huile de qualité, répondant aux exigences des consommateurs, en y éliminant les phospholipides et autres impuretés (colorants, glycolipides...etc.). Deux voies sont possibles : le raffinage par voie chimique, utilisant une base (la soude), et le raffinage par voie physique où l'élimination d'impuretés se fait par distillation à haute température. Dans les deux cas, le procédé se décompose en 5 étapes (figure I 2) :

- Le dégomme (ou démulgation) : Cette opération, consiste en l'ajout d'acide et/ou d'eau aux huiles brutes, permet d'éliminer les 0,2 à 1,8 % de phospholipides qu'elles contiennent [13].

- La neutralisation : Les acides gras libres, dont les teneurs dans les huiles varient entre 0,3 et 5 %, sont extraits au cours de la neutralisation. Cette étape du procédé consiste en l'ajout d'une solution de soude, dont la concentration dépend de l'acidité de l'huile, aux mélanges issus du

dégommage. Après mélangeage et centrifugation, les pâtes de neutralisation formées sont lavées à l'eau à plusieurs reprises avant d'être séchées sous vide.

- Le déchirage : pour avoir une huile limpide et brillante, une cristallisation et une séparation des cires sont nécessaires.

- La décoloration : Dans un décolorant contenant de l'huile à 90–110 °C sont introduits de 0,2 à 2 % d'agents d'adsorption tels que les terres décolorantes. Après une mise en contact de 30 min sous agitation et sous vide poussé, l'huile est refroidie puis filtrée afin d'en extraire les pigments encore présents.

- La désodorisation : Les composés volatils contenus dans l'huile à 180–230 °C sont enlevés par entraînement à la vapeur d'eau sous vide très poussé.

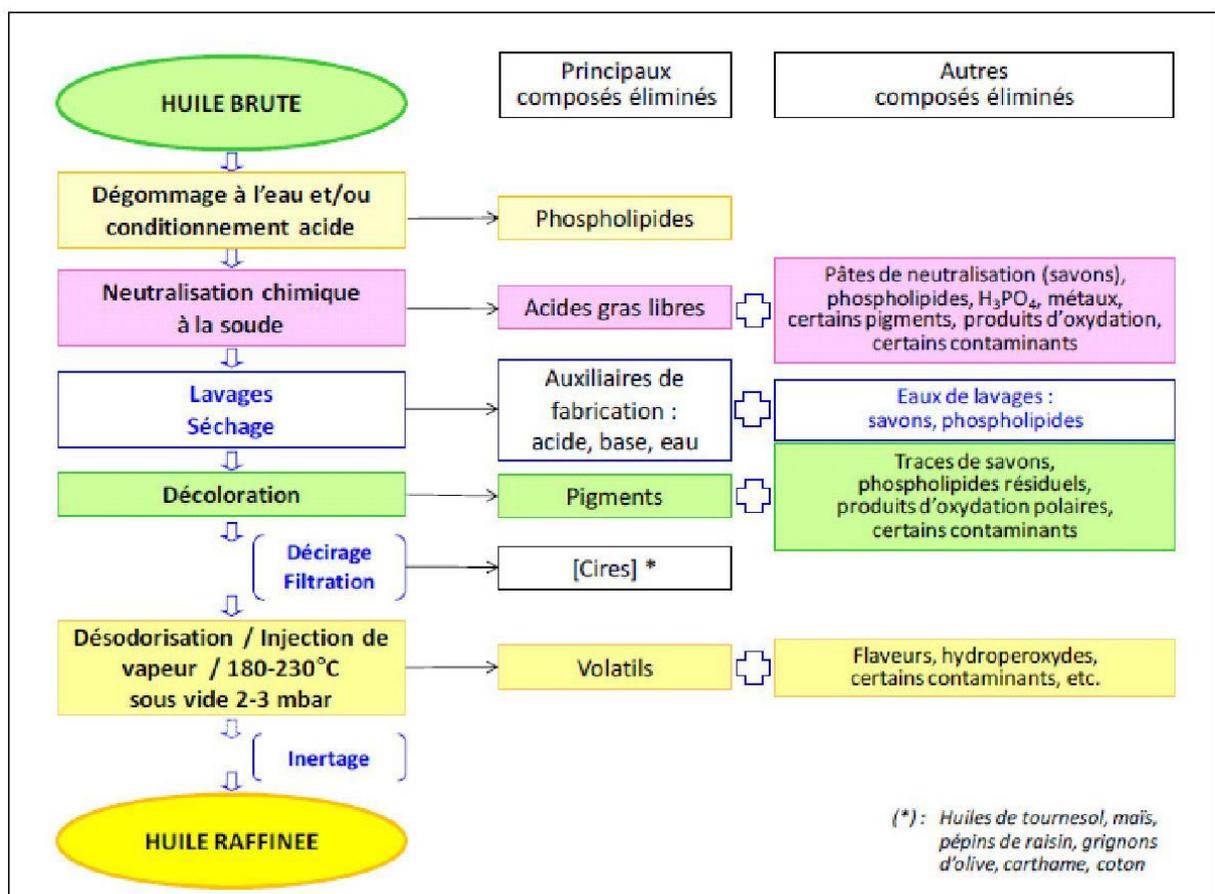


Figure I 2: Schéma de Raffinage des huiles [12]

I.2 Les procédés de production d'huile végétale pure

Deux grands groupes de procédés sont disponibles pour extraire une huile végétale à partir des graines d'oléagineux ou de protéagineux : le pressage et l'extraction.

❖ le pressage

Le pressage à froid : méthode d'extraction d'huile plus populaire pour certaines graines oléagineuses, permet d'extraire l'huile par pressage simple ou successif à une température inférieure à 60°C. Le rendement de cette méthode est le plus faible, le contenu en matière grasse du résidu de pressage (le tourteau) demeurant typiquement entre 6 et 18 % selon le type de presse utilisée (presse à vis, presse à barreaux). L'huile est de bonne qualité, peut être utilisée directement après sa filtration et contient peu de phospholipides, ce qui est souhaitable d'un point de vue carburant. Le tourteau étant très huileux, sa durée de conservation est réduite. L'installation est minimale de même que les investissements requis[14].

Le pressage à chaud : est réalisé en une étape unique ou en deux étapes (première pression à froid et seconde pression à chaud), selon les utilisations prévues de l'huile et du tourteau. Dans le procédé en une seule étape, les graines sont d'abord broyées puis préchauffées avant d'être pressées. Dans le procédé en deux étapes, une première pression à froid est effectuée puis le tourteau huileux est réchauffé avant d'être pressé. La température peut atteindre jusqu'à 120°C. Le rendement est ainsi amélioré, la teneur en matière grasse dans le tourteau obtenu étant de l'ordre de 4 à 6 %. Cette méthode entraîne, dans l'huile, une plus grande quantité de phospholipides, responsables de l'encrassement de la culasse et des têtes des injecteurs. Elle requiert également plus d'investissement, notamment pour le réchauffage des graines ou du tourteau, et entraîne des coûts d'opération supérieurs, entre autres en énergie. Le tourteau nécessite d'être refroidi afin d'assurer sa conservation. Cette technique s'applique généralement à des capacités supérieures à 80 tonnes / jour[15].

❖ Extraction

Comprend généralement deux étapes pour les graines à haute teneur en huile, soit une pré-pression à froid et une extraction avec un solvant. L'extraction des huiles dans la seconde étape utilise un solvant organique (comme l'hexane) chauffé à 50-60°C. Ainsi l'épuisement du gâteau se déroule dans un extracteur fonctionnant en continu par immersion ou par percolation et dans lequel de l'hexane circule à contre-courant. Le solvant qui s'est continuellement enrichi en huile au cours de l'extraction, est alors distillé tandis que le marc est désolvanté par évaporation de l'hexane dans un désolvanteur [13]. Le rendement de cette méthode est grandement supérieur au rendement obtenu par pressage, car elle produit des

tourteaux déshuilés contenant de 0,5 à 2,5 % de matière grasse. La figure2 illustre les différentes étapes[13]. Le recours à ce procédé implique le traitement d'une très grande quantité de matériel, souvent plus de 300 tonnes par jour. L'huile extraite subit une étape de raffinage pour enlever les impuretés (colorants, phospholipides, sédiments)[16].

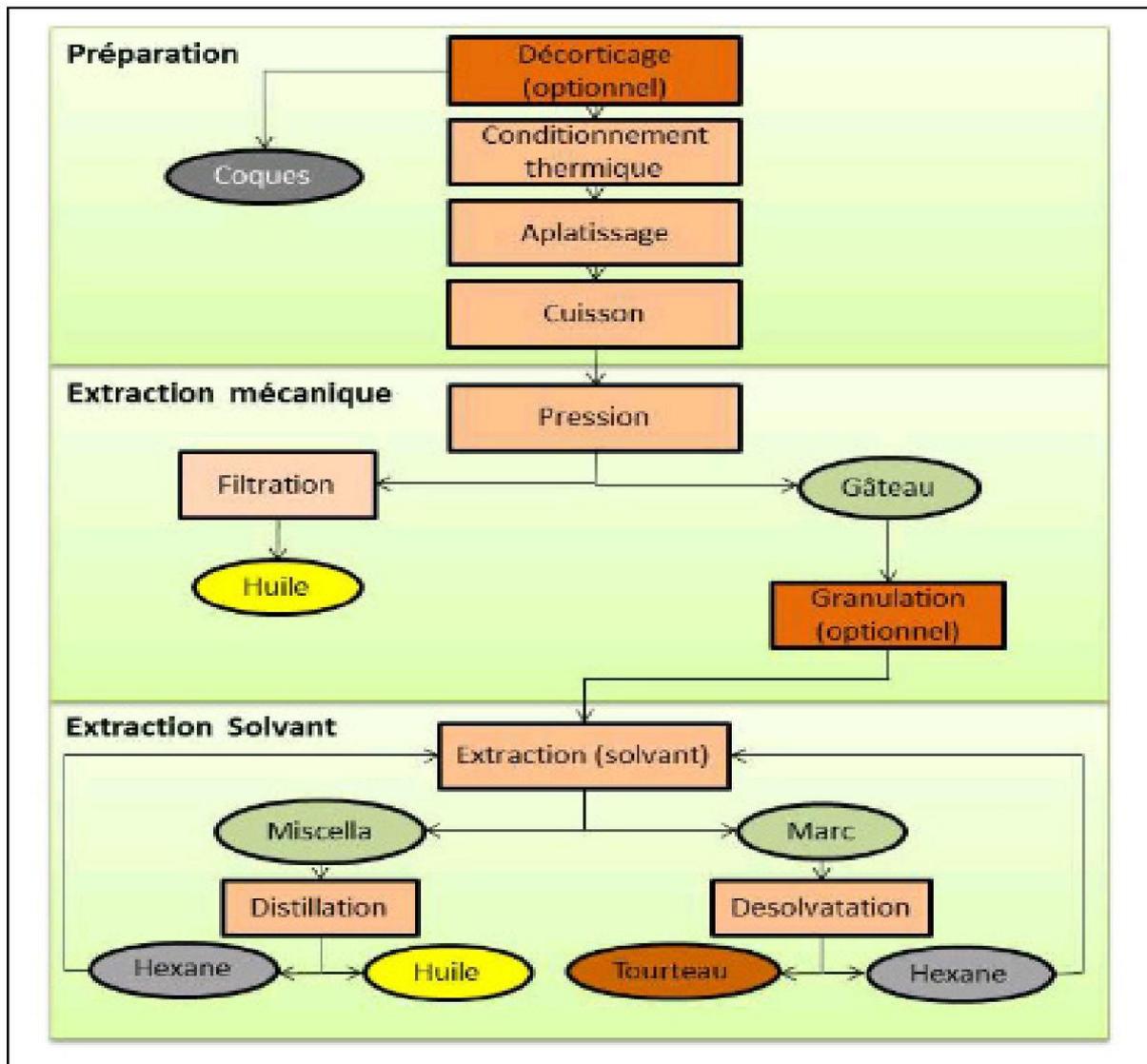


Figure I 3 : Schéma d'opérations unitaires du procédé de trituration[17]

I.3 Les produits issus des huileries et leurs utilisations

Les graines oléagineuses donnent deux produits :

- ❖ L'huile,
- ❖ Les tourteaux.

L'huile, suivant sa qualité et son emploi, reçoit ces divers noms :

- **Huiles brutes de pression**

C'est l'huile obtenue après pressage et qui n'est pas consommable n'étant pas encore raffinée. Le raffinage agissant sur les paramètres organoleptiques et sur certaines caractéristiques notamment pour une meilleure conservation[18].

- **Huiles vierges**

Elle est réservée aux huiles alimentaires composées de l'un des produits ainsi dénommés. Ces huiles sont obtenues par des procédés mécaniques, clarifiées exclusivement par des moyens physiques et ne peuvent avoir subi ni traitement chimique ni aucune opération de raffinage[19].

- **Huiles raffinées**

Huile issue des opérations de raffinage, qui visent à extraire des composés présents dans l'huile brute, à obtenir une huile transparente voire incolore, sans odeur spécifique[19].

- **Huiles techniques**

C'est une huile semi raffinée non destinée à la consommation humaine[20]

Tourteaux :

Les plantes oléagineuses sont principalement cultivées pour la production d'huiles végétales. Ces huiles sont obtenues par un procédé appelé trituration au cours duquel les graines sont broyées et pressées, laissant alors un coproduit appelé tourteau d'oléagineux. Ces derniers ne contiennent qu'une très faible teneur en matières grasses résiduelles, mais sont concentrés en d'autres nutriments, notamment en protéines. Cette caractéristique fait des tourteaux d'oléagineux les principaux ingrédients protéiques pour l'alimentation animale dans le monde. Plus de 20 millions de tonnes de tourteaux d'oléagineux sont produits chaque année par les pays de l'Union Européenne. Le soja, le colza et le tournesol représentent 94% de la production totale. Pays d'élevage, la France est le premier consommateur de tourteaux de l'Union Européenne, devant l'Allemagne, l'Espagne et les Pays-Bas[21]

I.4 Les oléagineux bonnes huiles pour carburant

Deux types de produits ont été examinés : les huiles végétales elles-mêmes appelées huiles végétales brutes (HVB), également connues sous le nom de "huiles végétales carburants" (HVC) employées pures ou en mélange au gazole, et les esters méthyliques d'huile végétale EMHV ou "esters éthyliques d'huile végétale"(EEHV) de ces huiles utilisés tels quels. Lors

d'un fonctionnement de courte durée les huiles aussi bien que les esters conduisent globalement à un fonctionnement satisfaisant du moteur; les pertes de performances par rapport au gazole restent modérées voire imperceptibles [22]. Les seuls problèmes dans ce cas concernent la mise en œuvre, difficile avec les huiles en raison de leur très forte viscosité, beaucoup plus aisée avec les esters. En endurance, l'inconvénient majeur des huiles végétales et de leurs dérivés concerne la formation de dépôts au nez des injecteurs. Sur les moteurs à Injection directe la formation de dépôts constitue une très sérieuse contrainte puisqu'elle conduit pratiquement à proscrire l'utilisation d'huiles même en mélange (25 ou 50 %) dans le gazole. Les esters peuvent alors être proposés à condition qu'un certain nombre de précautions soient prises au stade de leur préparation [22]. La figure ci-dessous montre la synthèse du biocarburant oléagineux :

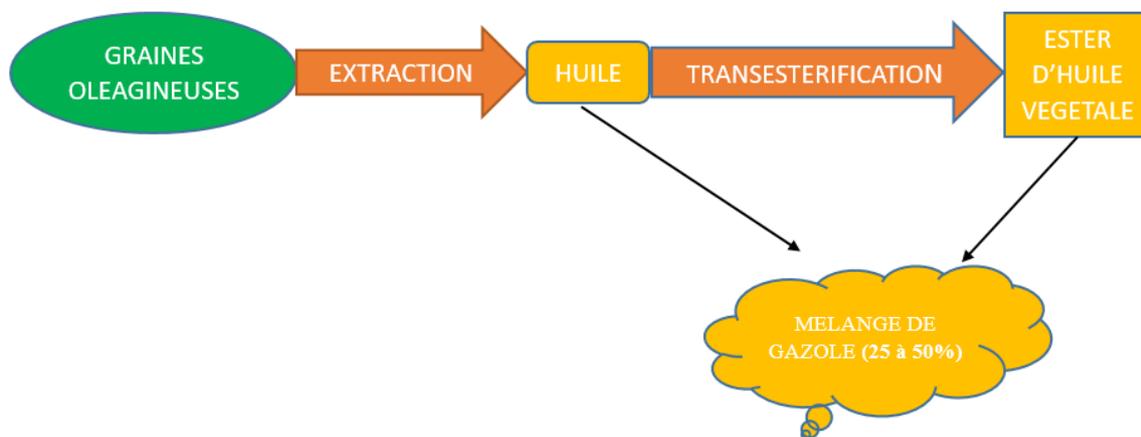


Figure I 4 : Schéma de valorisation du biocarburant oléagineux

La qualité d'huile dépend de la manière dont on l'extrait mais aussi de la qualité de la graine ou du fruit récolté ainsi que de son stockage avant pressage. Pour améliorer la qualité des huiles végétales, il faut peu de matières insolubles. Moins de 500 ppm après une filtration à 10 microns [23].

Pour répondre aux critères et à la normalisation des huiles végétales carburants, on effectue une décantation puis une filtration afin d'éliminer les impuretés et de diminuer la teneur en phospholipides et en cire. L'utilisation des huiles de coton, d'arachide et de Jatropha dans le moteur nécessite la connaissance de ses qualités en tant que carburant, d'où l'intérêt de faire l'analyse et la caractérisation des oléagineux [23].

II. PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES DES BIOMASSES OLEAGINEUSES COMME BIOCARBURANT

Pour caractériser les huiles oléagineuses, on fait appel à deux types de propriétés à savoir : les propriétés physiques et les propriétés chimiques.

II.1 Paramètres physico-chimiques des huiles végétales

Le facteur le plus important est la composition en acides gras de l'huile. Il augmente avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée et diminue avec le nombre de doubles liaisons et le nombre de carbone. Cependant, en fonction de l'utilisation prévue, notamment l'utilisation carburant, d'autres paramètres physico-chimiques peuvent également être importantes.

- Les paramètres physiques

- Viscosité

La viscosité peut être définie comme une résistance à l'écoulement, à la déformation. Le degré de viscosité conditionne l'écoulement des fluides le long des parois. La température exerce une grande influence sur la viscosité: si la température de l'huile augmente, celle-ci devient plus fluide, et la viscosité diminue, l'inverse s'appliquant si la température diminue.

La viscosité des huiles végétales est fonction de la nature des graines et est généralement plus élevée que celle du fioul. Cette viscosité élevée peut poser de problème lors de l'alimentation de moteurs, une des solutions est donc de chauffer l'huile pour en abaisser la viscosité [23].

- Point éclair

Le point éclair d'un liquide se définit comme la température minimale à laquelle il faut porter dans les conditions normalisées pour que les vapeurs s'enflamment instantanément en présence d'une flamme. Cette caractéristique est importante dans le cas d'une utilisation énergétique de l'huile (combustion plus difficile notamment au démarrage) [23].

- Densité

La densité peut être définie comme étant la masse de produit contenue dans un volume déterminé dans des conditions normalisées. Ainsi pour les carburants la température de mesure est fixée à 15°C (par rapport à l'eau à 4°C). Elle varie peu entre les différentes huiles végétales, mais elle est supérieure à celle du gazole d'environ 10%. La comparaison de la densité d'une huile usagée avec celle de l'huile neuve permet de détecter d'éventuelle pollution [23].

- Indice de cétane

L'indice de cétane permet de mesurer la qualité de combustion d'un carburant en fonction du délai d'auto-inflammation. Plus l'indice de cétane est élevé, plus le délai d'inflammation est court et meilleure est la qualité de la combustion. Inversement, les carburants avec un faible indice de cétane sont lents à s'enflammer puis ils brûlent trop rapidement, entraînant des taux élevés d'augmentation de pression [23].

- Les paramètres chimiques

- La teneur en eau

La présence d'eau dans l'huile n'est pas nécessairement un désavantage si elle se présente sous forme d'émulsion avec l'huile, forme qui est cependant instable avec le temps. Un pourcentage hydrique élevé favorisera l'hydrolyse et les processus d'oxydation et posera des problèmes de corrosion dans les moteurs. La teneur en eau peut être influencée par un stockage adéquat sans variations de température, et par le raffinage. Il y'a deux méthodes pour déterminer la teneur en eau : les méthodes de Dean-Stark et de Karl Fisher [23].

- Teneur en acide

L'acidité ou degré d'acidité, est une expression conventionnelle du contenu en pourcentage d'acides gras libres dans les carburants. C'est la quantité de potasse nécessaire pour neutraliser l'acide. La mesure de l'acidité libre d'un corps gras est donc un des moyens les plus importants pour connaître son altération [23].

- Teneur en phosphore

La teneur en phosphore indicateur de présence de phospholipides est également importante en usage carburant. En effet les phospholipides sont montrés du doigt lors de certains problèmes d'encrassement des soupapes et de la chambre de combustion des cylindres lors de l'utilisation des huiles végétale carburants (Phénomène de gommage). La pression à froid des graines permet d'éviter à la base une extraction trop importante de phospholipides [23].

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

Ce chapitre est consacré à la description de la méthodologie expérimentale mise en œuvre au cours du mémoire. Il présente les matières végétales utilisées, les dispositifs et les protocoles expérimentaux, ainsi que les méthodes d'analyses.

I. MATERIELS

I.1 Matériels biomasses

L'arachide, le Jatropha curcas et le coton ont été sélectionnés pour étudier l'extraction continue des graines oléagineuses dans le cadre du mémoire.

I.2 Matériels d'analyses physico-chimiques

Matériels d'analyses physiques

La viscosité des huiles végétales

Elle représente les forces de frottement internes et dépend fortement de la température. Pour les triglycérides et les acides gras, elle est liée à leurs structures et ramifications. Les triglycérides sont plus visqueux que les acides gras qui les composent et la viscosité est une propriété importante du carburant, car elle influe sur le fonctionnement du système d'injection dans le moteur. En effet, une augmentation de la viscosité affecte la fluidité du carburant.

EQUIPEMENTS

Les matériels sont :

- Un viscosimètre à chute de bille (voir figure II 1)
- Thermomètre à immersion
- Cuve pour thermostat
- Chronomètre
- Boite à bille de tailles différentes
- Pince universel avec articulation
- Fiole jaugé de 100ml
- Bécher
- Collier de serrage.



Figure II 1: Viscosimètre

Le protocole utilisé pour déterminer la viscosité nous est présenté en annexe 3.

✓ **La densité des huiles végétales**

La densité est une caractéristique importante entrant dans la valorisation de la matière première liquide, utilisée comme source de production d'un biocarburant.

Dans cette optique, un densimètre convient pour la détermination de la masse volumique et de la concentration des biocarburants.

○ **EQUIPEMENTS**

Les matériels à utiliser sont :

-Un Densimètre électronique, qui affiche la valeur de densité à la température de mesures (25 °C) (figure II 2). Cette valeur est ramenée à une température de référence de 15 °C grâce à des tables de conversion de densité à 15°C selon ASTM Norme ISO 91-1, appliquée aux produits pétroliers,

-Une seringue appropriée,

-Un bécher.

Références : Norme D 4052 -96 équivalent de la norme français NF EN ISO 12185 : 1996



Figure II 2: Un densimètre DMA -35N [19]

Le protocole utilisé pour déterminer la densité nous est présenté en annexe 4.

✓ **Point éclair**

Le point éclair d'un liquide est la température minimale à laquelle il faut porter dans les conditions normalisées pour que les vapeurs s'enflamment instantanément en présence d'une flamme [23].

○ EQUIPEMENTS

Les matériels utilisés sont :

- Une coupelle
- Un thermomètre
- Un Réchaud.



Figure II 3: Testeur de point éclair.

□ Matériels d'analyses chimiques

✓ **Teneur en eau**

La teneur en eau peut être définie comme la quantité d'eau contenue dans un produit, exprimée en pourcentage du poids ou de volume de ce produit. La présence de l'eau a un effet nuisible sur le processus réactionnel de la transestérification (elle peut favoriser la saponification, réaction inverse de la transestérification) et même sur le fonctionnement d'un moteur si le biocarburant est utilisé à l'état pur.

○ EQUIPEMENTS

Les matériels nécessaires pour la détermination de la teneur en eau sont :

- Eprouvette graduée de 100ml
- Ballon de distillation en verre
- Chauffe ballon : dispositif électrique de chauffage.
- Tube de recette
- Réfrigérant : système de refroidissement
- Billes de verre.

Le protocole utilisé pour déterminer la teneur en eau nous est présenté en annexe 1.

Les réactifs et les produits utilisés sont : l'hexane et l'échantillon d'huile végétale.

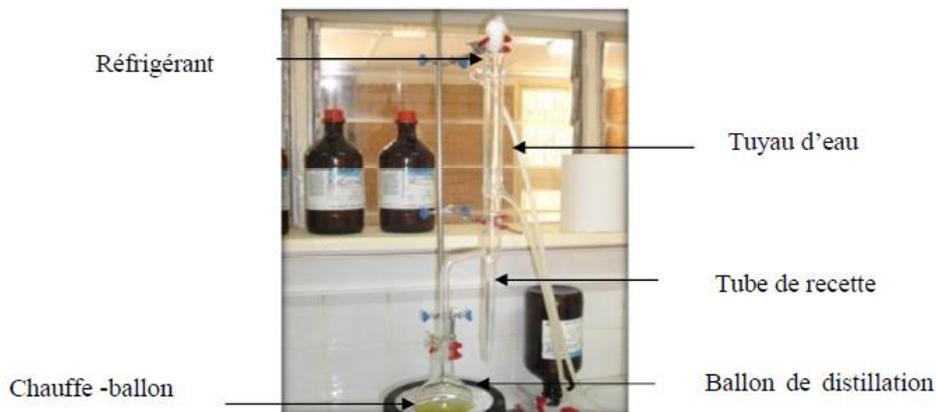


Figure II 4: montage de l'appareil de distillation sur le dispositif de chauffage

✓ Teneur en huile

La teneur en huile est la quantité d'huile contenue dans une graine oléagineuse.

○ EQUIPEMENTS

Les matériels nécessaires pour la détermination de la teneur en huile sont :

- Extracteur de Soxhlet
- Cyclebas ballon (toujours en pot)
- condenseur refroidi à l'eau
- chauffe-ballon Mantle
- Les tuyaux en caoutchouc
- Stand et agrafes.

Cette procédure fait suite à l'extraction (solide / liquide) principe, la norme DIN 12602, mais également la norme CEI EN 60529 (sécurité de l'équipement).

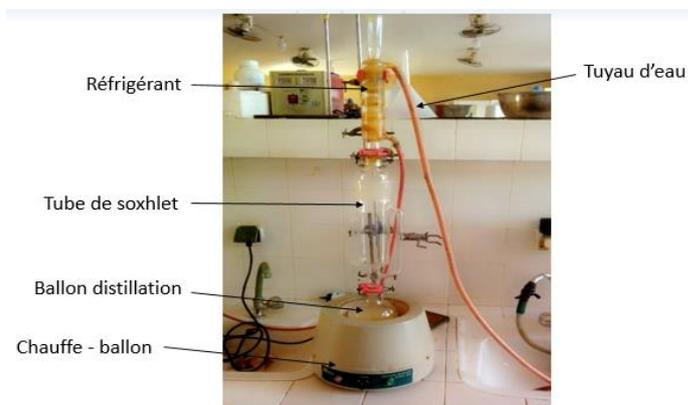


Figure II 5: montage de l'appareil d'extraction pour la détermination de la teneur en huile

Le protocole utilisé pour déterminer la teneur en huile nous est présenté en annexe 2.

✓ Teneur en acidité

L'indice d'acidité de l'huile est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1g d'huile, exprimé en $\text{mg}_{(\text{KOH})}/\text{g}$.

○ EQUIPEMENTS

- une fiole jaugée
- plaque chauffante
- la solution d'hydroxyde de potassium 0,1 M
- éthanol
- phénolphtaléine.



Figure II 6: titrage par rapport à la solution de KOH des huiles oléagineux.

Le protocole utilisé pour déterminer l'indice d'acide nous est présenté en annexe 5.

✓ Evaporateur rotatif

Cet appareil permet d'éliminer rapidement un solvant volatil par évaporation. Le principe est basé sur l'abaissement du point d'ébullition avec la diminution de la pression.



Figure II 7: Evaporateur rotatif

Le protocole utilisé nous est présenté en annexe 7.

✓ Hotte à filtration chimique

La hotte à filtration chimique assure une qualité de filtration pour la protection des opérateurs. Les gaz toxiques sont captés à la source.



Figure II 8: Hotte à filtration chimique

II. Méthodes

II.1 Méthodes d'identification des biomasses oléagineuses

Au Sénégal, l'arachide compte parmi les quatre premiers produits d'exportation et sa production occupe environ 63% des populations rurales, selon les chiffres du ministère de l'Agriculture[24]. Son tourteau est valorisable en aliment de bétail. L'huile d'arachide est une huile alimentaire mais aussi une bonne huile carburant.

Le coton représente le second produit de rente du pays derrière l'arachide. Actuellement, les autorités sénégalaises déploient des efforts pour relancer le coton, une des principales cultures de rente. Son huile est un bon carburant [25].

Le choix *de* *Jatropha Curcas* L comme espèce prioritaire se justifie par le fait que ses graines contiennent une huile de haute valeur énergétique dont les propriétés sont comparables à celles du diesel. En outre, cette plante est peu exigeante et fournit divers produits et avantages qui favorisent un développement rural intégré. Des expériences réussies de plantation de cette espèce existent au Sénégal.

Ce sous paragraphe a pour objectif l'élaboration d'une fiche technique de ces biomasses oléagineuses. Elle décrit les aspects botaniques, morphologiques, et agronomiques.

□ **ARACHIDE (*ARACHIS HYPOGAEA*)**

- Description botanique
 - **Famille** : Fabaceae
 - **Espèce** : *Arachis hypogaea*
 - **Nom populaire** : arachide
- Description morphologique

L'arachide est une herbe composée d'une petite tige et de feuilles trifoliées abondantes. Sa racine pivot mesure entre 30 et 50 cm. Ses fleurs sont de couleur jaune. Après fécondation elles s'inclinent vers le sol et son fruit (ou gousse) se développe en terre.

- Conditions édapho-climatiques
 - **Climat** : saison végétative chaude, bien définie et pluies modérées.
 - **Sol** : la plante peut être cultivée dans tous les types de sol. Cependant sa productivité augmente si la parcelle est bien drainée. Des sols sablonneux sont également préférables car ils favorisent la pénétration des gynophores ou « ergots », ainsi que le développement des gousses.
 - **Température** : pour une meilleure productivité, il est recommandé qu'elle reste dans une fourchette située entre 22 °C et 29 °C. La température annuelle moyenne ne peut pas être inférieure à 17 °C.
 - **Humidité** : variable.
 - **Précipitation** : de 500 à 700 mm. La plante résiste bien à la sécheresse grâce à sa longue racine.
 - **Altitude** : adaptation à différentes altitudes[26].

□ COTON (*GOSSYPIMUM*)

- Description botanique
 - **Famille** : Malvacée
 - **Espèces** : *Gossypium hirsutum* et *G. barbadense*
 - **Nom populaire** : Coton, cotonnier
- Description morphologique

Le cotonnier est un arbuste pérenne, qui sous la pression de la sélection variétale est maintenant cultivé comme une plante annuelle.

Sa tige principale est cylindrique, droite, et porte des rameaux émis au niveau de ses nœuds. Les branches latérales sont soit « végétatives », en nombre variable à la base du plant, soit « fructifères » à partir d'un certain niveau.

Le cotonnier présente plusieurs types de feuilles, les feuilles principales étant généralement lobées, mais avec un grand polymorphisme suivant les espèces et les variétés. La fleur de type hermaphrodite, est symétrique et complète, entourée de bractées, avec des pétales généralement jaunes qui deviennent roses après la fécondation. Le fruit vert est une capsule fermée de 3 à 5 loges, dans laquelle des fibres de coton se développent à la surface des graines. La capsule mûre est déhiscente, ce qui permet la récupération des graines et de la fibre (le coton-graine). Sa racine principale est pivotante, dans la continuité de la tige principale de la plante, pouvant atteindre jusqu'à 2,5 m de profondeur. L'ensemble des racines se situe en grande partie dans les 20 premiers centimètres du sol[27].

- Conditions édapho-climatiques
 - **Climat** : chaud, avec une période sèche surtout lors de la maturation de la plante et de la récolte.
 - **Sol** : la plante préfère des sols de texture moyenne, profonds et riches en matière organique, perméables, bien drainés et assez fertiles. Toutefois, cette plante à grande adaptabilité, peut être cultivée dans différents types de sols aux caractéristiques physiques plus hostiles et moins fertiles, avec un minimum de corrections.
 - **Température** : elle doit être comprise entre 14 °C et 40 °C, la température idéale se situant entre 23 °C et 32 °C. Au-dessus de 35°C, la photorespiration est trop élevée ce qui réduit la photosynthèse nette et handicape la capacité productive de la plante.
 - **Humidité** : autour de 60 %.
 - **Précipitation** : de 700 à 1300 mm ; mais une production raisonnable peut être obtenue avec moins de 600 mm de pluies durant son cycle, ou au contraire avec plus de 2000 mm.
- **Altitude** : peut-être cultivé jusqu'à 1000 m si la température le permet.

□ **POURGHÈRE (*JATROPHA CURCAS*)**

- Description botanique
 - **Famille** : Euphorbiacées
 - **Espèce** : *Jatropha curcas* L.
 - **Nom populaire** : Pigne du Paraguay, Pourgère
- Description morphologique
 - Il s'agit d'un grand arbuste à croissance rapide d'une hauteur de 2 à 3 m, pouvant atteindre 5 m si les conditions lui sont favorables. Le diamètre du tronc est d'environ 20 cm, son écorce est lisse et la texture de son bois molle. Son canal médullaire est

développé et peu résistant ; Ses tissus présentent de longs canaux qui s'étendent jusqu'aux racines et dans lesquels circulent du latex, substance laiteuse qui coule abondamment en cas de coupure. Le tronc est dès sa base subdivisé en branches. Il présente de nombreuses cicatrices causées par la chute des feuilles qui tombent pendant la saison sèche et qui repoussent dès les premières pluies.

Ses feuilles sont vertes, éparses, brillantes, larges et alternées, en forme de palme, avec 3 ou 5 lobules et pétiolées. Leurs nervures sont blanchâtres et sortent sur leur face intérieure.

La floraison monoïque est présente sur la même plante mais avec des sexes séparés. Les fleurs masculines, en plus grand nombre, se trouvent aux extrémités des ramifications, alors que les féminines se trouvent sur les ramifications. Elles sont toutes de couleur jaune-vert, mais les masculines sont sans pédoncules articulés, alors que les féminines sont largement pédonculées[28].

- Conditions édapho-climatiques
 - **Climat** : des climats les plus humides aux régions semi-arides. La culture de cette plante est conseillée pour les régions chaudes ayant une saison sèche bien définie.
 - **Sol** : La plante ne supporte pas un pH inférieur à 4,5. Elle se développe rapidement, même dans des sols pauvres et pierreux. Elle s'adapte aussi bien sur les terrains en pente et arides que dans des sols humides. Cependant, pour obtenir de bonnes productions les sols fertiles sont recommandés, tout comme des corrections et des épandages d'engrais périodiques.
 - **Température** : elle ne résiste pas à des températures très basses, mais tolère les gelées légères.
 - **Humidité** : très résistante à la sécheresse, mais pour obtenir une bonne production de graines de bonnes conditions d'humidité sont nécessaires.
 - **Précipitation** : idéale entre 300 et 1000 mm de pluies par an
 - **Altitude** : les résultats sont meilleurs lorsqu'elle est plantée entre 600 et 800 m.

II.2 Méthodes d'extractions des huiles

L'extraction de l'huile végétale fut longtemps effectuée de façon artisanale, elle est maintenant réalisée de façon industrielle, à grande échelle. Peu importe la matière de base utilisée, la

fabrication de l'huile débute toujours par le nettoyage et le décorticage, suivis du pressage qui varie selon le type d'huile.

❖ EXTRACTION DES HUILES D'ARACHIDE

La première opération appliquée aux arachides après décorticage a été de les griller légèrement, ensuite les refroidir puis séparer de leurs enveloppes rouges. Ces graines légèrement grillées sont broyées dans un broyeur jusqu'à obtention d'une mixture homogène de pâtes. Cette pâte d'arachide est mélangée avec deux litres d'eau puis chauffée dans une marmite. Le mélange pâtes est remué plusieurs fois pendant plus de trente minutes, l'huile remontée à la surface, est récupérée et clarifiée en la chauffant. Ce procédé traditionnel donne un faible rendement. Avec 250 g en poudre, le volume d'huile obtenu est de 89ml. Ces tourteaux sont utilisés à la préparation de la sauce d'arachide et sont valorisables en aliment de bétail. L'huile d'arachide peut être obtenue aussi par la méthode de soxhlet.

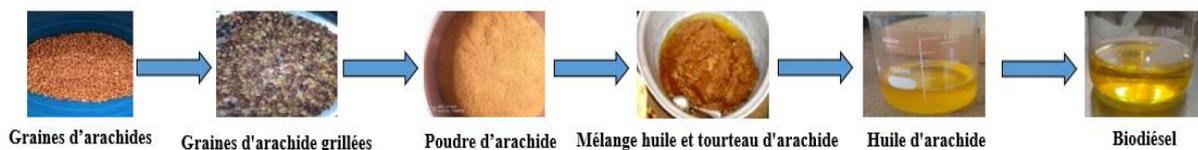


Figure II 9: les différentes étapes de la transformation de l'arachide en huile puis en biodiésel.

Nous avons choisis les graines d'arachide comme référence pour faire nos expériences puisqu'il est riche en acide gras. Le problème est qu'il est en compétition alimentaire.

❖ EXTRACTION DES HUILES DU JATROPHA CURCAS

Traditionnellement, l'huile de *Jatropha curcas* est extraite par des procédés simples: les graines sont d'abord décortiquées, puis les amandes sont bouies dans l'eau. L'huile surnageant dans le récipient est alors facile à récupérer. Ensuite, l'huile est filtrée et clarifiée, pour obtenir un produit sans impuretés. L'huile de *Jatropha* a été extraite au laboratoire par le solvant (hexane) à température ambiante pendant 48h.



Figure II 10: Les différentes étapes de la transformation du Jatropha curcas en huile

❖ **EXTRACTION DE L'HUILE DE COTON**

Après séchage des graines de coton qui est un processus destiné à réduire la teneur en humidité, vient le processus de broyage qui nous permet d'avoir un substrat homogène et on obtient ainsi une farine fine. Le but du broyage est d'augmenter la surface de contact entre le solvant d'extraction et la poudre des graines. L'huile peut être obtenue grâce à l'extracteur de soxhlet. L'huile de coton a été extraite au laboratoire par le solvant (hexane) à température ambiante aussi pendant 48h.



Figure II 11: Les différentes étapes de la transformation du coton en huile

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Ce chapitre nous permettra de traiter, d'interpréter et de discuter sur les résultats obtenus à partir de nos essais en laboratoire.

I. RESULTATS ET DISCUSSIONS

L'huile végétale devient biocarburant lors que ses paramètres sont conformes aux normes pétrolières de ASTM (American Society for Testing and Materials) .La caractérisation est l'opération qui consiste par une analyse physicochimique de confirmer la qualité d'huile.

- Teneur en huile des graines :

Le solvant utilisé pour extraire l'huile des graines est l'hexane. La moyenne des données pour les trois essais de chaque échantillon est représentée dans l'histogramme ci-dessous.

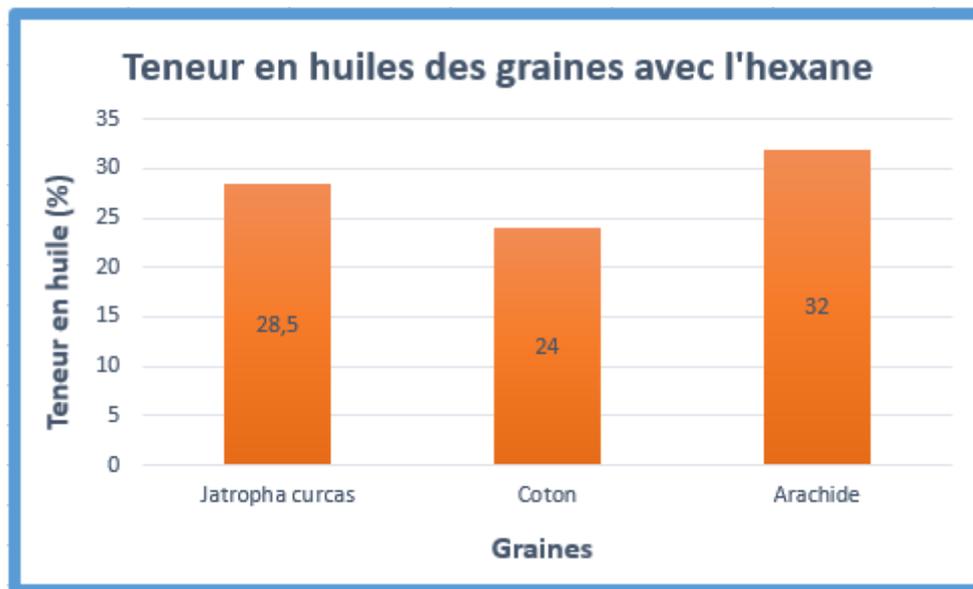


Figure III 1: Comparaison de l'extraction de l'huile des graines avec de l'hexane.

Après l'extraction, la séparation entre l'huile et le solvant est faite dans un évaporateur rotatif à une température de 70 °C environ cinq minutes. La teneur moyenne en huile du Jatropha curcas après séparation est de 28,5 % , comparée à celle publiée par [29] qui est de 40 % . Cette teneur en huile montre que le Jatropha curcas a des atouts pour son utilisation en biocarburant et les valeurs obtenus peuvent être expliquées par la disposition de la matière première (c'est des graines que nous n'avons pas cultivé directement, ils ont été obtenus dans les impasses).

La valeur moyenne de l'huile de coton obtenu après extraction est de 24 %. Ce qui montre que le coton contient une bonne teneur en huile comparée à celle trouvée dans les publications qui est de 20 % de matières grasses[30]. Le problème est qu'il se coagule très vite et perd une bonne quantité à moins de 24 h et à température ambiante après transestérification. Cette bonne quantité perdue a moins de 24 h, pourrait être due à la présence d'éthanol ou de méthanol dans le biocarburant obtenu après transestérification.

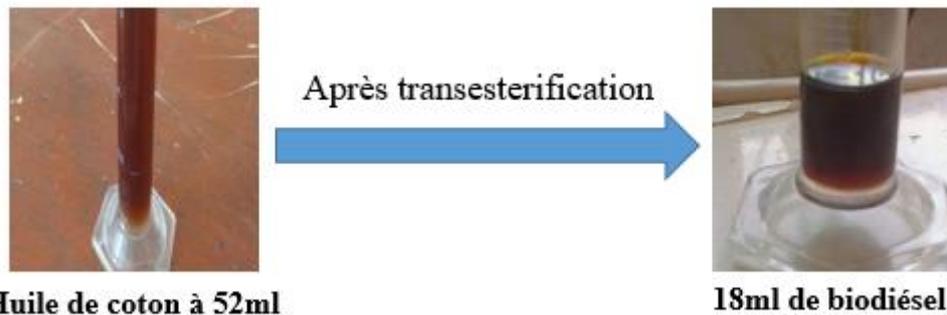


Figure III 2 : Biodiesel coton après transestérification de l'huile

La teneur en huile des graines d'arachide obtenue au laboratoire est de 32 %, comparée à celle obtenue dans les publications qui est de 50 % [31]. On peut conclure que les graines d'arachides contiennent une bonne teneur en huile.

□ Paramètres physiques des huiles oléagineux et du gasoil

Le tableau suivant illustre les diverses propriétés physiques déterminées expérimentalement pour les huiles oléagineuses comparativement au gasoil.

Tableau III 1: Paramètres physiques des huiles et du gasoil.

Paramètres physiques	Huiles végétales et Gasoil			
	Gasoil	Jatropha Curcas	Coton	Arachide
Viscosité à 40,5 °C (mm ² /s)	2,79	48,36	65,11	144,38
Densité à 15 °C	0,830	0,923	0,930	0,914
Point éclair en °C	70	272	263	288

La température exerce une grande influence sur la viscosité. Elle diminue avec l'augmentation de la température de l'huile. Une des conditions, pour que les huiles puissent être employées comme combustible dans un moteur diesel, sera d'avoir une viscosité qui soit proche de celle du diesel, soit un maximum de 2,79 mm²/s à 40,5°C (d'après nos expériences).

Les viscosités élevées des huiles posent de problèmes notamment lors de l'alimentation des moteurs, une des solutions est donc de chauffer l'huile pour en abaisser la viscosité.

Les résultats révèlent que les valeurs de densité trouvées dans notre étude sont de 0,923 ; 0,930 ; 0,914 à 15°C pour les huiles brutes des graines de Jatropha curcas, des graines de coton et d'arachide respectivement. Ce qui signifie que ce sont les huiles de coton et de Jatropha curcas qui sont plus lourdes par rapport à l'huile d'arachide. Comparée à la densité du gasoil qui est de 0,830, La densité des huiles ne respectent pas la norme ASTM D 1298 (norme pétrolière) dont la spécification Mini 0,820 Maxi 0,860. Seul le gasoil respecte cette norme. (Normes voir annexe 12).

La température du point d'éclair correspond à la température la plus basse, à laquelle un corps combustible émet suffisamment de vapeurs. En général, les huiles oléagineuses sont des carburants plus sûrs que le diesel du fait qu'ils ont un point d'éclair largement supérieur à celui de ce dernier. En effet, une valeur élevée du point éclair est synonyme de sécurité lors du stockage, de la manipulation et de la manutention du produit. Les valeurs obtenues au laboratoire répondent à la norme européenne (Norme(EN14214) point éclair ≥ 120)[32].

Tableau III 2: Paramètres physiques des biodiesels, du mélange biodiesel avec 50 % de gasoil et du gasoil.

Paramètres physiques	Biodiesel et Gasoil					
	Gasoil	Biodiesel Jatropha curcas	Biodiesel Coton	Biodiesel Arachide	Biodiesel Jatropha plus 50% de gasoil	Biodiesel Arachide plus 50% de gasoil
Viscosité à 40,5°C (mm ² /s)	2,79	24,48	-	90,37	7,08	68,95
Densité à 15°C	0,830	0,916	0,922	0,909	0,880	0,861
Point éclair en °C	70	256	241	267	103	196

A ce qui concerne le tableau III 2, On peut citer les faits suivants :

- Les viscosités des mélanges biodiesels gasoil sont plus proches de la valeur de la viscosité du gasoil pur.

- Les densités des biodiesels de Jatropha curcas, de coton et d'arachide sont plus petites que celles de leurs huiles brutes.
- Le mélange du biodiesel avec 50 % du gasoil permet d'avoir des densités beaucoup plus petites qui se rapprochent de celle du gasoil (0,830).
- Les points éclair des biodiesels sont plus élevés que celui du gazole, cela en fait des biocarburants moins dangereux à manipuler que le gazole. Ces valeurs permettent d'évaluer la sécurité de manutention de l'huile végétale.

- **Viscosité**

Les graphes ci-dessous montrent les différentes courbes de viscosités en fonction des températures (35,5°C ; 40,5°C ; 45,5°C ; 50,5°C ; 55,5°C ; 60°C) des huiles, des biodiesels, des mélanges biodiesels avec 50% du gazole et du gasoil.

Elle est donc le produit du temps d'écoulement mesuré par la constante du viscosimètre.

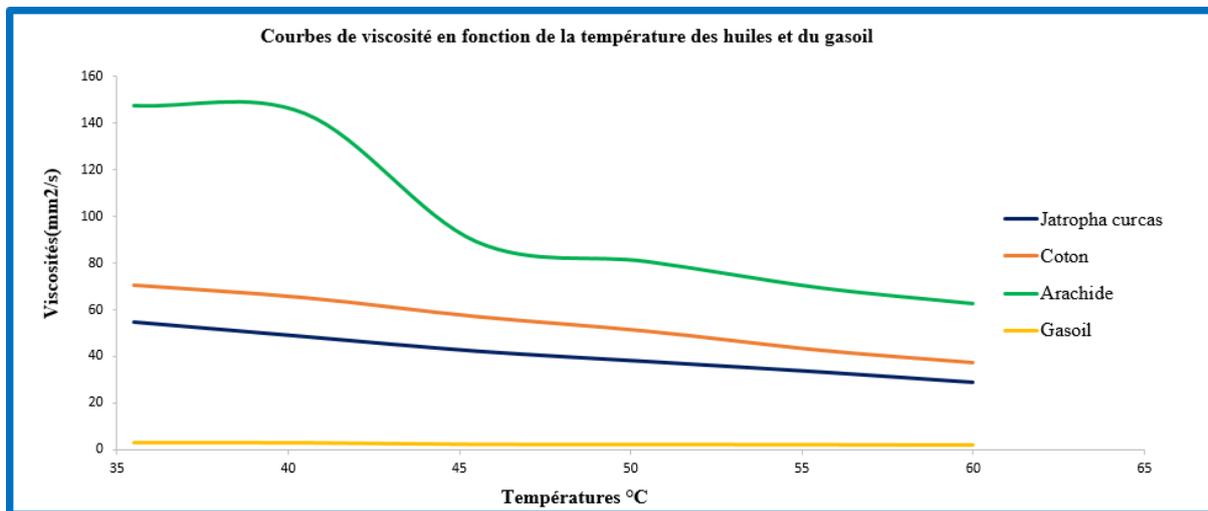


Figure III 2: Courbes de Viscosité en fonction de la température des huiles et du gasoil.

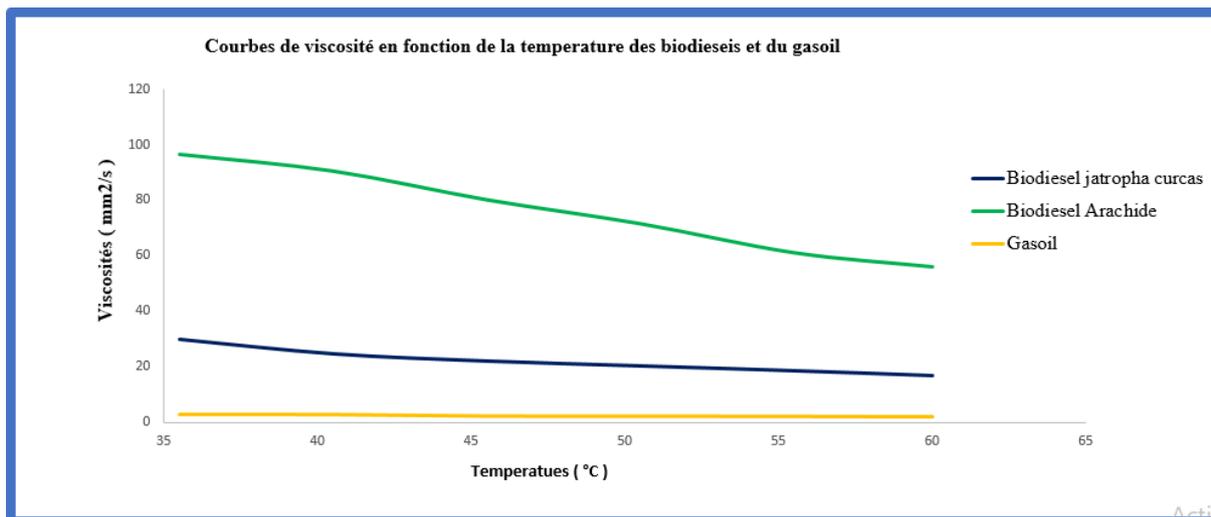


Figure III 3 : Courbes de viscosité en fonction de la température des biodiesels et du gasoil.

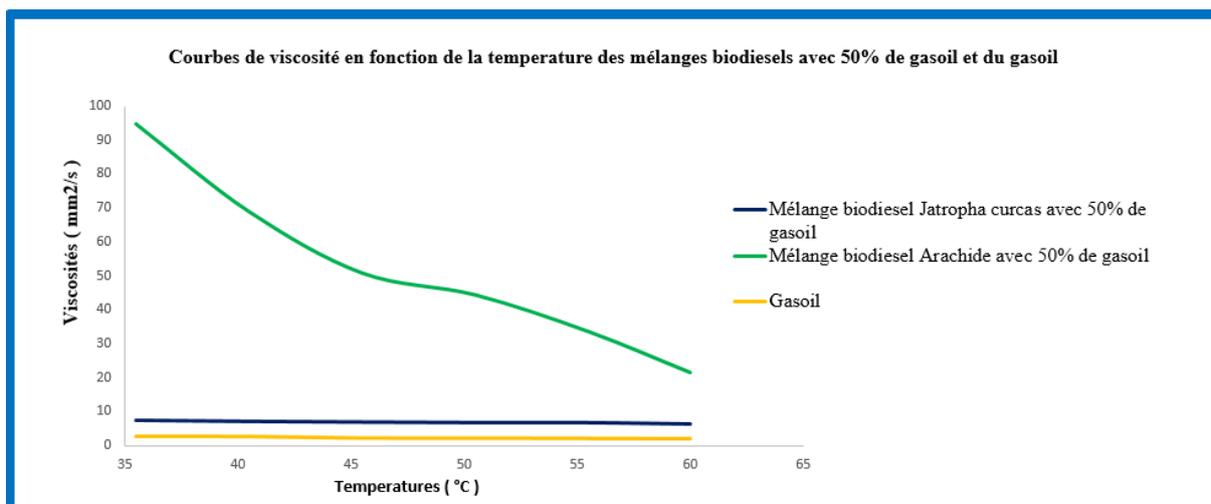


Figure III 4: Courbes de viscosité en fonction de la température des mélanges biodiesels avec 50% du gasoil et du gasoil.

La viscosité est un paramètre très important dans l'utilisation des produits pétroliers et dérivés comme carburant. Le test de la viscosité pour les différents mélanges a été fait telle que nous le montre les figures ci-dessus à des différentes températures.

D'après les résultats obtenus, la viscosité des huiles est significativement plus élevée que la viscosité du gazole à différentes températures. Ce qui pose des problèmes de pompage et d'écoulement à travers les tuyaux et les filtres. En effet, la viscosité a une influence sur la régularité et la qualité de pulvérisation du combustible. Plus elle est faible, plus le produit est

pulvérisé finement, ce qui optimise le mélange combustible/air à l'origine d'un meilleur fonctionnement du brûleur ou du moteur diesel[33]. Nous remarquons aussi que la viscosité des échantillons diminue lorsque la température augmente. Nous pouvons avancer une explication en disant que lorsque la température augmente, les molécules glissent plus facilement les unes sur les autres et la résistance due aux forces de frottement diminue, d'où un abaissement de la viscosité. Cet abaissement est plus important pour un mélange de 50% de gasoil avec le biodiesel qui se rapproche de celle du gasoil pur.

- **Densité**

La densité est une autre propriété importante du biocarburant. Elle est en fonction non seulement de l'insaturation mais aussi de l'oxydation ou de polymérisation (densité augmente avec l'accroissement de celles-ci).

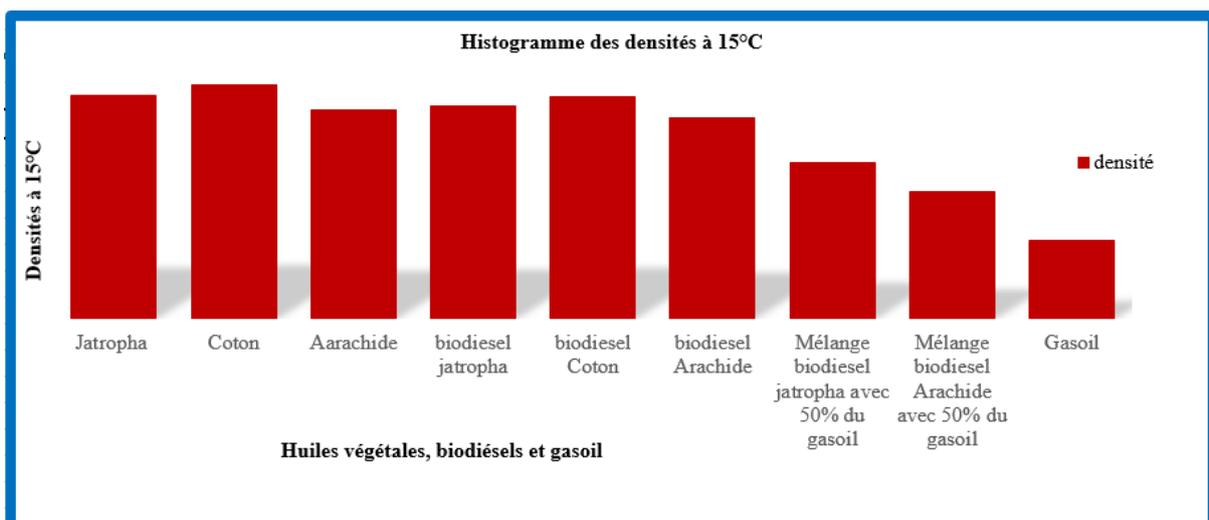


Figure III 5: Histogramme des densités des huiles et du gasoil à 15°C.

La densité dépend de la température du produit. Plus la masse volumique est élevée, plus le contenu énergétique du produit est important. Dans le graphe de la Figure III 5, nous remarquons que la densité des huiles, est supérieure à celui des biodiésels. Après mélange de 50% de gasoil avec le biodiesel, la densité se rapproche de plus à celle du gasoil.

□ **Paramètres chimiques des huiles et gasoil**

Les tableaux ci-dessous illustrent les paramètres chimiques des huiles oléagineuses, des biodiésels et du gasoil.

Tableau III 3: Paramètres chimiques des huiles et du gasoil.

paramètres chimiques	Huiles végétales et Gasoil			
	Gasoil	Jatropha curcas	Coton	Arachide
Teneur en eau (%)	0	5	7,69	5,88
Indice d'acide (mg _{KOH} /g)	-	1,602	2,116	0,280

Tableau III 4: Paramètres chimiques des biodiesels et du gasoil.

Paramètres chimiques	Biodiesels et Gasoil			
	Gasoil	Biodiesel Jatropha curcas	Biodiesel Coton	Biodiesel Arachide
Indice d'acide (mg _{KOH} /g)	-	1,122	1,402	0,168

La teneur en eau est en excès dans les échantillons comme indique les résultats d'analyse ; la présence d'eau forme des acides gras libres et cause les problèmes de corrosion et diminue l'énergie libérée. Les résultats obtenus au laboratoire sont : 5% pour le Jatropha curcas, 7,69% pour le coton et 5,88% pour l'arachide. La plupart des huiles aussi bien importées que locales ont une teneur en eau comprise entre 0,06 et 0,1%. nos valeurs sont relativement élevées comparés avec les valeurs trouvées par Soumanou et al [34].

L'acidité est la quantité d'acides gras libres résultant des réactions hydrolytiques des triglycérides. C'est un critère de qualité permettant de se rendre compte l'état de conservation d'une huile. Les valeurs d'acidité obtenues dans notre étude sont de 1,602 mg/g pour l'huile des graines de Jatropha curcas, 2,116 mg/g pour l'huile des graines de coton, 0,280 mg/g pour l'huile d'arachide, 1,122 mg/g pour le biodiesel du Jatropha curcas, 1,402 mg/g pour le biodiesel du coton et 0,168 mg/g pour le biodiesel d'arachide. Ainsi une huile végétale de bonne qualité, voit son indice d'acidité entre 0 et 2 mg(KOH)/g selon [23]. Par comparaison

avec la valeur de la norme AMST D664 (max 0,5mg_(KOH)/g) pour biodiesel, seul l'huile d'arachide qui respecte la norme. Le raffinage dans ce cas permet de diminuer la teneur en acide des huiles pour une bonne conservation.

II. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le biodiesel est en train de devenir l'un des biocarburants les plus utilisés pour le remplacement partiel des produits à base de pétrole, carburant diesel, en particulier ces dernières années. Les matières premières les plus utilisées pour la production de biodiesel sont les huiles végétales. Dans ce travail, nous avons synthétisé du biodiesel à partir des huiles de *Jatropha curcas*, de coton et d'arachide en utilisant le procédé de transestérification. Nous avons prévu de faire l'extraction de ces huiles par la méthode Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant organique. Face à des problèmes liés aux matériels, nous avons utilisé la méthode artisanale pour extraire l'huile d'arachide et l'extraction par solvant à température ambiante pendant 48h dans un ballon pour extraire l'huile des autres échantillons. Nous avons prévu d'utiliser la méthode de Dean-Stark pour déterminer la teneur en eau des huiles ; mais le matériel avait des problèmes et nous avons utilisé l'étuve pour finir le travail. L'huile et le biodiesel produits ont été caractérisés par des méthodes physico-chimiques à savoir : la densité, la viscosité, le point éclair, la teneur en eau, l'acidité. Les viscosités des huiles brutes étudiées sont assez élevées, ce qui est un handicap pour les utiliser directement comme biocarburants. Nous sommes également convaincus que nous n'avons pas épuisé ce domaine de recherche et que des approfondissements et améliorations sont toujours possibles. Nous n'avons pas assez de matériels pour déterminer les autres paramètres non abordés dans ce mémoire.

Les informations recueillies lors de ce travail ont permis d'ouvrir les portes d'un domaine de recherche encore très peu étudié et ont, par conséquent, soulevé de nouvelles perspectives d'investigation. Pour une compréhension plus poussée de l'étude des méthodes de caractérisation de la biomasse oléagineuse pouvant permettre la synthèse des biocarburants, des recherches complémentaires sont nécessaires aussi bien sur le plan scientifique et technologique. Les Perspectives sont les suivantes :

- Approfondir la compréhension des phénomènes physico-chimiques des huiles oléagineuses ;
- Reproduire les conditions expérimentales de l'extraction des huiles sur des machines à extraction et vérifier l'adéquation des valeurs des paramètres physico-chimique obtenus dans ce cas ;

- Faire le raffinage des huiles extraites que nous comparons avec les paramètres du gasoil ;
- Tester les huiles dans un moteur diesel.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] « Super carburant : Le prix du litre passe de 775 à 890 FCFA ce dimanche - InvestActu ».
- [2] A. Danjou, « Émissions de CO2 estimées par données satellitaires sur les villes à forte croissance démographique », phdthesis, Université Paris-Saclay, 2022. Consulté le: 5 avril 2023. [En ligne].
- [3] Nigella sativa, « Optimisation de l'extraction d'huile par pressage et étude des fractions lipidique et phénolique », (2015).
- [4] « Guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales ».
- [5] I. DEBRUYNE, « Soja : transformation et aspects industriels », *Soja Transform. Asp. Ind.*, vol. F3, n° F6030, p. F6030.1-F6030.12, 2001.
- [6] G. Wolff, « Influence Des Conditions De Stockage Sur L'acidité Des Huiles Contenues Dans Les Graines Oléagineuses », *Ann. Nutr. Aliment.*, vol. 13, p. A317-A325, 1959.
- [7] R. Savoie, J.-L. Lanoisellé, et E. Vorobiev, « Mechanical Continuous Oil Expression from Oilseeds: A Review », *Food Bioprocess Technol.*, vol. 6, n° 1, p. 1-16, janv. 2013, doi: 10.1007/s11947-012-0947-x.
- [8] J. P. Galloway, « Cleaning, cracking, dehulling, decorticating, and flaking of oil-bearing materials », *J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 53, n° 6, p. 271-274, juin 1976, doi: 10.1007/BF02605699.
- [9] azaquar, « Préparation des graines oléagineuses – Scientecal.Com », (2023).
- [10] Y. J. Lee, M. G. Lee, et W. B. Yoon, « Effect of seed moisture content on the grinding kinetics, yield and quality of soybean oil », *J. Food Eng.*, vol. 119, n° 4, p. 758-764, déc. 2013, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2013.06.034.
- [11] F. Fine, M. A. Vian, A.-S. F. Tixier, P. Carre, X. Pages, et F. Chemat, « Les agrosolvants pour l'extraction des huiles végétales issues de graines oléagineuses », *OCL*, vol. 20, n° 5, p. A502, sept. 2013, doi: 10.1051/ocl/2013020.
- [12] « Etude et modélisation du pressage continu des graines oléagineuses - PDF Free Download », (2022).
- [13] J. Régis, F. Joffre, et F. Fine, « Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol », *OCL*, vol. 23, n° 3, Art. n° 3, mai 2016, doi: 10.1051/ocl/2016010.
- [14] B. Fabien, « Dégradabilité de l'azote de tourteaux gras de colza obtenus par pressage à chaud ou à froid : études in sacco et in vitro ».

- [15] D. K. A., D. B, B. T, et S. J. B, « Propriétés Physiques et Mécaniques des Graines et Amandes de *Jatropha curcas* L. », *Eur. Sci. J. ESJ*, vol. 15, n° 36, déc. 2019, doi: 10.19044/esj.2019.v15n36p81.
- [16] L. Bogaert, H. Mhemdi, et E. Vorobiev, « Residence time distribution and flow pattern modeling of oilseeds in a pilot screw press », *OCL*, vol. 27, p. 65, 2020, doi: 10.1051/ocl/2020060.
- [17] F. Fine, M. A. Vian, A.-S. F. Tixier, P. Carre, X. Pages, et F. Chemat, « Les agrosolvants pour l'extraction des huiles végétales issues de graines oléagineuses », *OCL*, vol. 20, n° 5, Art. n° 5, sept. 2013, doi: 10.1051/ocl/2013020.
- [18] J. Régis, F. Joffre, et F. Fine, « Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol », *OCL*, vol. 23, n° 3, p. D302, mai 2016, doi: 10.1051/ocl/2016010.
- [19] D. Ollivier, « Recherche d'adultération dans les huiles végétales : application à la qualité des huiles vierges et notamment de l'huile d'olive », *Ol. Corps Gras Lipides*, vol. 10, n° 4, p. 315-320, juill. 2003, doi: 10.1051/ocl.2003.0315.
- [20] M. E. Lucchesi, « Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles ».
- [21] R. Ferrando, R. Jacquot, et P. Mérat, « Réalisations Nouvelles Et Perspectives D'avenir Pour Les Tourteaux Oléagineux », *Ann. Nutr. Aliment.*, vol. 8, n° 5, p. 547-588, 1954.
- [22] P. Gateau, J. C. Guibet, G. Hillion, et R. Stern, « Utilisation des huiles végétales et de leurs produits de transestérification comme carburants Diesel », *Rev. Inst. Fr. Pétrole*, vol. 40, n° 4, Art. n° 4, juill. 1985, doi: 10.2516/ogst:1985032.
- [23] Momath NDIAYE, « IDENTIFICATION ET CARACTÉRISATION DE LA BIOMASSE OLÉAGINEUSE POUVANT PERMETTRE LA SYNTHÈSE DES BIOCARBURANTS : CAS DU BURKINA FASO., int.search.myway.com », p. 68-77, 2009.
- [24] D. Clavel, N. K. Drame, N. D. Diop, et Y. Zuily-Fodil, « Adaptation à la sécheresse et création variétale : le cas de l'arachide en zone sahélienne: Première partie : revue bibliographique », *Ol. Corps Gras Lipides*, vol. 12, n° 3, p. 248-260, mai 2005, doi: 10.1051/ocl.2005.0248.
- [25] Mamadou Tandiang DIAW, « VALORISATION DES CO-PRODUITS DE LA GRAINE DE COTON EXEMPTÉ DE GLANDES A GOSSYPOL EN PRODUCTION DE POULETS AU SENEGAL », p. 147-168, 2010.

- [26] A. Chevalier, « Monographie de l'Arachide (Suite) », *J. Agric. Tradit. Bot. Appliquée*, vol. 14, n° 156, p. 565-632, 1934, doi: 10.3406/jatba.1934.5400.
- [27] M. O. Faye *et al*, « Soutenu le 30 juin 2021 devant le jury composé de ».
- [28] Allain Frank RAHERIZAH, « PROJET D'EXPLOITATION DE *Jatropha curcas* ou « TANATANAPOTSY »DANS LE FIRAISANA DE MAHITSYREGION D'ANALAMANGA », p. 103- 112, 2009.
- [29] D. Fairless, « Biofuel: The little shrub that could - maybe », *Nature*, vol. 449, n° 7163, p. 652-655, oct. 2007, doi: 10.1038/449652a.
- [30] J. BOURELY **, « Observations sur le dosage de l'huile des graines de cotonnier *», p. 1-14.
- [31] « Oléagineux », *Wikipédia*. 13 janvier 2023. Consulté le: 8 février 2023. [En ligne].
- [32] Ramzi AMARI, « Conversion d'une huile de friture usagée en biodiésel par une méthode enzymatique verte », p. 1- 96, 2011.
- [33] Q. Leclere, « ETUDE ET DEVELOPPEMENT DE LA MESURE INDIRECTE D'EFFORTS - Application à l'identification des sources internes d'un moteur Diesel », phdthesis, INSA de Lyon, 2003.
- [34] V. M. Aïssi, M. M. Soumanou, F. P. Tchobo, et D. Kiki, « Etude comparative de la qualité des huiles végétales alimentaires raffinées en usage au Bénin », 2009.

ANNEXES

ANNEXE 1: DETERMINATION DE LA TENEUR EN EAU	37
ANNEXE 2: PROTOCOLE D'EXTRACTION DE L'HUILE	40
ANNEXE 3: DETERMINATION DE LA VISCOSITE DES HUILES VEGETALES	42
ANNEXE 4 : DETERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE DES HUILES VEGETALES.....	44
ANNEXE 5: DETERMINATION DE L'INDICE D'ACIDE.....	46
ANNEXE 6 : LA TRANSESTERICATION	48
ANNEXE 7: EVAPORATEUR ROTATIF.....	50
ANNEXE 8: LES VALEURS DE LA TENEUR EN HUILE DES GRAINES ET LA VISCOSITE	51
ANNEXE 9: LES NORMES PETROLIERES DU GASOIL.	53

Annexe 1: Détermination de la teneur en eau

INTRODUCTION

L'appareil de Dean-Stark est un montage de verrerie de laboratoire utilisé en chimie des synthèses pour extraire l'eau (ou parfois d'autres liquides) du milieu réactionnel. Il est utilisé en association avec un réfrigérant à eau et un chauffe-ballon afin d'éliminer l'eau produite par une réaction chimique s'effectuant en chauffage à reflux. L'appareil de Dean Stark en laboratoire se compose généralement d'un élément de verrerie cylindrique et vertical, étant généralement gradué sur toute sa longueur. Le haut du cylindre est ajusté au bas du condenseur à reflux, mais possède aussi un bras qui est ajusté au ballon ou réacteur contenant le milieu réactionnel. Au cours de la réaction, des vapeurs contenant le solvant et l'espèce à extraire (l'eau) montent jusqu'au condenseur, et une fois liquéfiées, tombent dans le cylindre gradué. A l'intérieur de celui-ci les liquides non-miscibles se séparent en phases. Lorsque la phase supérieure (moins dense) atteint le niveau du bras, elle coule dans celui-ci et retourne dans le ballon réacteur, alors que la phase inférieure (l'eau) reste dans le cylindre. Ce dispositif est généralement utilisé pour la distillation azéotrope. Par exemple, pour éliminer l'eau produite par une réaction impliquant l'hexane ou le toluène. Un mélange hétéro-azéotrope de l'hexane et d'eau s'évaporent du ballon, mais seul l'hexane y retourne (étant de densité inférieure) puisqu'il flotte au-dessus de l'eau qui elle s'accumule dans le cylindre gradué. La méthode de Dean-Stark est souvent utilisée pour mesurer le taux d'humidité d'un bon nombre de produits comme par exemple les huiles, le pain et la brute.

DEFINITION

Teneur en eau: On peut définir la teneur en eau comme la quantité d'eau contenue dans un produit, exprimée en pourcentage du poids ou de volume de ce produit.

Mélange azéotrope : Un mélange azéotrope peut être défini comme un mélange formé de deux liquides dont la distillation se fait à température constante et produit une vapeur de même composition que le mélange.

MATERIELS

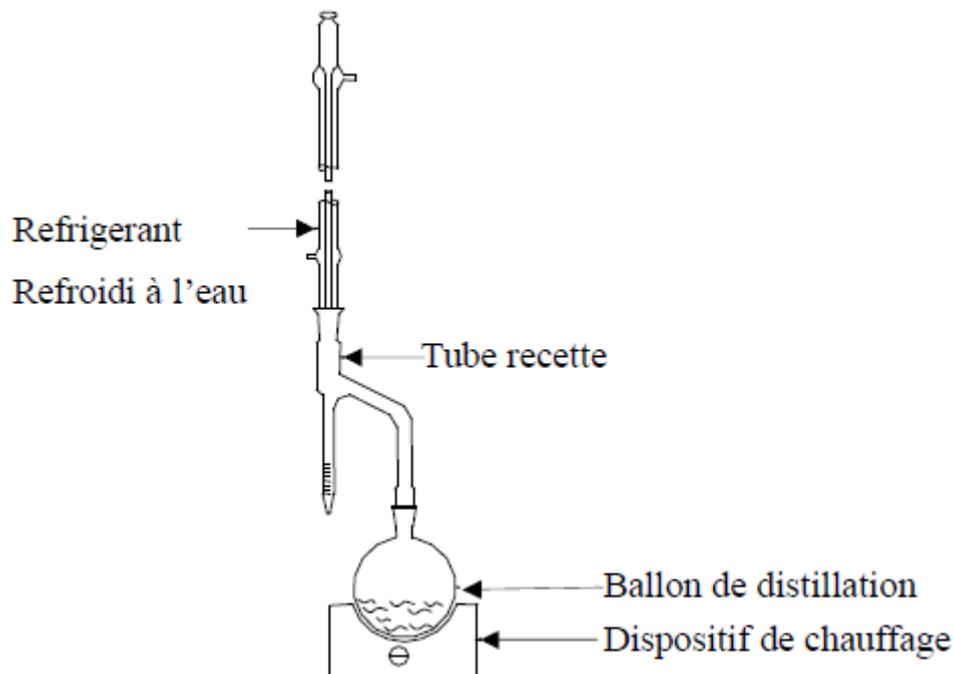
- Eprouvette graduée de 100ml
- Ballon de distillation en verre
- Chauffe ballon : dispositif électrique de chauffage.
- Tube de recette
- Réfrigérant : système de refroidissement
- Billes de verre.

REACTIFS ET PRODUITS

Hexane

Echantillon d'huile végétale

5. MONTAGE



MODE OPERATOIRE

Prélever 100 ml de l'échantillon et 100ml d'hexane à l'aide d'une éprouvette graduée.

Introduire 100ml du produit et 100 ml d'hexane dans le ballon.

Placer les billes en verres dans le ballon afin de réduire les soubresauts.

Monter l'ensemble de l'appareillage (ballon + tube de recette + réfrigérant)

S'assurer que tous les raccords sont étanches à la vapeur d'eau. Introduire un tampon de coton dans l'extrémité supérieure du réfrigérant sans l'obstruer afin d'éviter que l'humidité atmosphérique ne se condense à l'intérieur.

Faire circuler de l'eau froide (eau du robinet) dans la chemise du réfrigérant.

Chauffer le ballon de distillation en réglant le reflux à la base du réfrigérant au rythme de 2 à 5 gouttes par seconde. Le transfert d'eau terminé, laisser le tube de recette et son contenu refroidir jusqu'à la température ambiante de la recette. L'eau et le solvant se démarque nettement dans le tube recette. Lire le volume d'eau dans le tube recette (l'interface eau-solvant)

CALCUL DE LA TENEUR EN EAU (% VOLUME)

$$\text{teneur en eau} = \frac{V_{eau}}{V_i} * 100 \quad (1.1)$$

La teneur en eau est exprimée en pourcentage de volume de l'échantillon

V_{eau} : volume d'eau en ml

V_i : le volume initial de l'échantillon

Annexe 2: Protocole d'extraction de l'huile

1. BUT:

Le but de la manipulation est d'extraire l'huile à partir des graines oléagineuses par la méthode Extraction par solvant. L'extraction par solvant consiste à faire passer, par solubilisation, la substance à extraire dans un solvant.

2. REFERENCES

Cette procédure fait suite à l'extraction (solide / liquide) principe, la norme DIN 12602, mais également la norme CEI EN 60529 (sécurité de l'équipement).

3. MATERIEL ET EQUIPEMENT

- Extracteur de Soxhlet
- Cyclebas ballon (toujours en pot)
- condenseur refroidi à l'eau
- chauffe-ballon Mantle
- les tuyaux en caoutchouc
- Stand et agrafes

4. PRODUITS UTILISES

Solvant : hexane ou l'éther de pétrole.

5. Mode opératoire

- Pesez et placez le matériau solide contenant le composé désiré pour l'extraction dans un dé à coudre à partir de papier filtre épais (de préférence de la cellulose), et il se charge dans le tube de l'extracteur de Soxhlet.
- Fixer l'extracteur Soxhlet sur un flacon contenant le solvant d'extraction, en vous assurant que le solvant est de 3 à 4 fois le volume du tube de l'extracteur de Soxhlet. Ajouter à la fiole d'un agitateur magnétique ou des boules de verre d'une homogénéité du chauffage.
- Equiper le Soxhlet avec un condenseur relié à une alimentation en eau pour le refroidissement.
- Après l'assurance que toutes les connexions sont bien serrées pour empêcher la perte de solvant, chauffer le solvant par reflux. Vapeurs de solvant se déplace d'un bras de distillation. Le condensateur assure que toutes les vapeurs de solvant se refroidissent, les gouttes redescendent dans le tube de la matière solide.
- Comme le tube contenant le matériau solide remplit lentement avec du solvant chaud, certains des composés souhaités alors se dissolvent dans la chaleur de solvant. Lorsque le tube de Soxhlet

est presque plein, il est automatiquement vidé par un siphon coté du bras, avec le solvant marche arrière dans le ballon de distillation. Afin de réaliser une bonne extraction du produit désiré, l'expérience dure plusieurs heures ou de jours. Au cours de chaque cycle, une partie du composé non-volatile se dissout dans le solvant.

•Après plusieurs cycles (siphonages) et après environ 06 heures d'extraction (temps de contact), on enlève le ballon contenant l'huile et le solvant et on procède ensuite à la distillation pour séparer les deux liquides.

Une fois obtenue, l'huile est mise dans une étuve à 80°C pendant une heure afin de la purifier, en éliminant le reste du solvant.

6. CALCUL DE LA TENEUR EN HUILE (% EN MASSE)

$$\text{teneur en huile} = \frac{M(\text{huile})}{M(\text{échantillon})} * 100 \quad (1.2)$$

La teneur en huile est exprimée en pourcentage de la masse de l'échantillon initial, ou :

M (huiles): l'huile extraite de la masse en grammes (g)

M (échantillon): Masse de l'échantillon initial en grammes (g)

Annexe 3: Détermination de la viscosité des huiles végétales

1- OBJET

La procédure a pour objectif de déterminer la viscosité cinématique des huiles végétales par mesurage du temps d'écoulement par gravité de l'huile dans un viscosimètre calibré.

2- DOMAINE D'APPLICATION

La procédure s'applique à toutes les huiles d'origine végétale.

3- DEFINITIONS

La viscosité cinématique se définit comme étant la résistance à l'écoulement d'un liquide soumis à la pesanteur.

4 –EQUIPEMENT

-Un viscosimètre à chute de bille

-Thermomètre à immersion

-Cuve pour thermostat

- Chronomètre

-Boite à bille de tailles différentes

-Pince universel avec articulation

-Fiole jaugé de 100ml

-Bécher

-Collier de serrage

5 -REFERENCES

Norme ISO 3104 : (1994)

6- MODE OPERATOIRE

6.1- ECHANTILLONNAGE

L'huile est filtrée préalablement dans un bécher de 50ml.

6.2- MODE OPERATOIRE

L'appareil comporte un long tube, mobile autour d'un axe horizontal perpendiculaire au plan de la figure. Le tube comporte deux traits repères a et b. on y introduit de l'huile et une bille en acier de diamètre calibré, un peu inférieur au diamètre du tube. Le tube est muni d'une double enveloppe transparente dans laquelle est fixé un thermomètre ; on peut ainsi réaliser des

expériences à température régulée. Le tube vertical est retourné bout pour bout ; la bille se retrouvant en haut tombe à travers le liquide.

Le trait repère du haut est placé de façon telle que la bille lorsqu'elle passe à son niveau a atteint sa vitesse de chute limite : son mouvement est alors rectiligne uniforme. On mesure le temps de chute de la bille entre les deux repères distants de L fixée.

7- CALCUL DE LA VISCOSITE

7.1- VISCOSITE CINEMATIQUE

Pour une température d'essai donnée on détermine la viscosité par la formule :

$$n = \frac{g \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot R^3 (\rho_b - \rho_h)}{6 \cdot \pi \cdot R \cdot v} \quad (1.3)$$

n : La viscosité cinématique (mm²/s);

v : la vitesse de chute (m/s);

R : le rayon de la bille;

P_b : masse volumique de la bille ;

P_h : masse volumique de l'huile ;

g : accélération de la pesanteur (m/s²)

Annexe 4 : Détermination de la masse volumique des huiles végétales

1- OBJET

La procédure a pour objectif de déterminer la densité des huiles végétales par la méthode du tube en U oscillant.

2 -DOMAINE D'APPLICATION

La procédure s'applique à toutes les huiles d'origine végétale.

3 -DEFINITIONS

- La masse volumique est le rapport d'une masse d'une substance homogène exprimé en kg, par son volume exprimé en m³.
- La température de référence est la température à laquelle la masse volumique de l'échantillon doit être ramené. Elle sera fixée à 15°C qui est la valeur usuelle pour les carburants.
- Température d'essai : température à laquelle s'effectuent les mesures.

4- EQUIPEMENTS

- Densimètre électronique
- Une seringue appropriée
- Becher

5- REFERENCES

Norme D 4052 -96 équivalent de la norme française NF EN ISO 12185 : 1996

6- MODE OPERATOIRE

6.1- ECHANTILLONNAGE

- Echantillon d'essai
- Essence utilisée comme solvant de rinçage

6.2- MODE OPERATOIRE

- Rincer proprement le tube en U, avec de l'essence
- Introduire la fraction de l'échantillon d'essai dans le tube en U, en utilisant une seringue appropriée.
- Lors de l'introduction du produit à l'extrémité indiquée du tube, veiller à ce que l'autre extrémité soit bouché, afin d'éviter les bulles d'air.
- Attendre jusqu'à ce que le densimètre affiche une lecture stable de la masse volumique.
- Noter le chiffre indiqué qui n'est autre que la masse volumique en kg/m³.

- Rincer à l'essence le tube, afin d'obtenir un tube sec et propre pour la manip suivante.

NB : La température d'essai est réglée à 25°C

7- Calcul de la masse volumique à 15°C

La masse volumique doit être évaluée pour une température de référence : 15°C.

La conversion de la densité à 15°C se fait d'après la table ASTM Norme ISO 91-1 pour 15°C.

Avec comme paramètre d'entrée (densité à 25°C et la température de 25°C) moyen de la table de conversion on en déduit la densité pour 15°C.

Annexe 5: Détermination de l'indice d'acide

INTRODUCTION

Les huiles végétales sont des esters de glycérol, justifiant leur appellation commune de triglycérides. L'huile végétale pure (fraîchement pressée ou raffinée) est souvent d'une acidité plus ou moins nulle. Néanmoins, dans certaines conditions, ces huiles pourraient perdre une partie de leurs acides gras entraînant un certain degré d'acidité. Afin d'être sûr de la qualité de l'huile à l'état brut matériau pour des processus tels que la saponification et l'estérification, l'acidité de l'huile est une propriété indispensable.

1. REFERENCES

Cette procédure découle de la norme NF EN ISO 660 : 1996.

2. DEFINITIONS

Acidité : L'acidité de l'huile est la quantité d'acides gras libres exprimée en pourcentage en masse de l'huile.

Indice d'acidité : L'indice d'acidité de l'huile est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1g d'huile, exprimé en mg(KOH)/g.

3. PROCEDURE

Titrer la solution pré-préparée de KOH 0,1 M contre 10 ml d'une solution de HCl 0,1 M (3répétitions).

Dans une fiole jaugée, peser 10g d'échantillon d'huile.

Dans une deuxième fiole jaugée, placer 50 ml d'éthanol et 0,25 ml (5 gouttes) de phénolphtaléine et chauffer le mélange sur une plaque chauffante jusqu'à ébullition (premières bulles persistantes). Alors qu'il était encore chaud, neutralisez-le avec la solution d'hydroxyde de potassium 0,1 M.

Point final de la réaction : lorsqu'une seule goutte de solution provoque même un léger changement de couleur tant qu'il persiste pendant au moins 15 secondes.

Ajouter l'éthanol neutralisé à l'échantillon d'huile de 10 g dans la première fiole jaugée et chauffer jusqu'à ébullition (apparition des premières bulles persistantes).

Ce mélange est ensuite titré par rapport à la solution de KOH 0,1 M (3 répétitions conseillées).

4. CALCUL

4.1 DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ

L'acidité de l'huile dépend de la nature de ses acides gras.

$$\text{Acidité} = \frac{(C*V*M)}{(10*m)} \quad (1.5)$$

4.2 DÉTERMINATION DE L'INDICE D'ACIDITÉ

$$\text{Indice d'acidité} = \frac{(56,1*C*V)}{(m)} \quad (2.5)$$

Où pour les calculs ci-dessus:

V = volume de solution de KOH en ml

C = concentration de la solution de KOH en mol.l⁻¹

m = masse d'huile en grammes

M = Masse molaire en g/mol d'acide gras retenu pour l'expression des résultats (si non renseigné, doit être indiqué dans le rapport pratique)

Annexe 6 : La transestérisation

La Trans estérification est la technique classique la plus utilisée pour la production de biodiesel. Au cours de cette réaction les huiles végétales réagissent avec des molécules de méthanol ou d'éthanol pour former des mono esters méthyliques ou éthyliques et du glycérol.

1. DEROULEMENT DE LA MANIPULATION

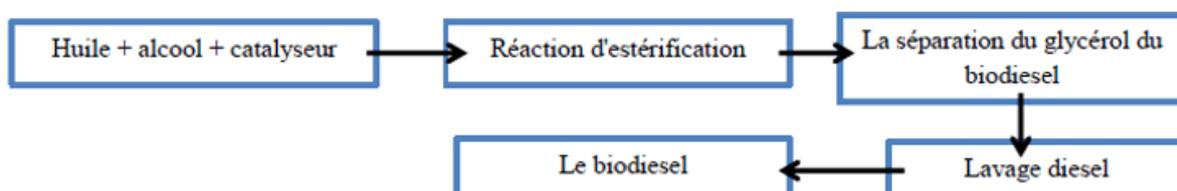
Nous avons mélangé le catalyseur (KOH) dans de l'éthanol jusqu'à ce qu'il soit complètement dissous et converti en métoxyde de potassium par un mélangeur magnétique. Nous avons mis progressivement la solution de métoxyde de potassium dans de l'huile et fixé la température à 65 ° C et laissé la réaction pendant deux heures.

2. La séparation

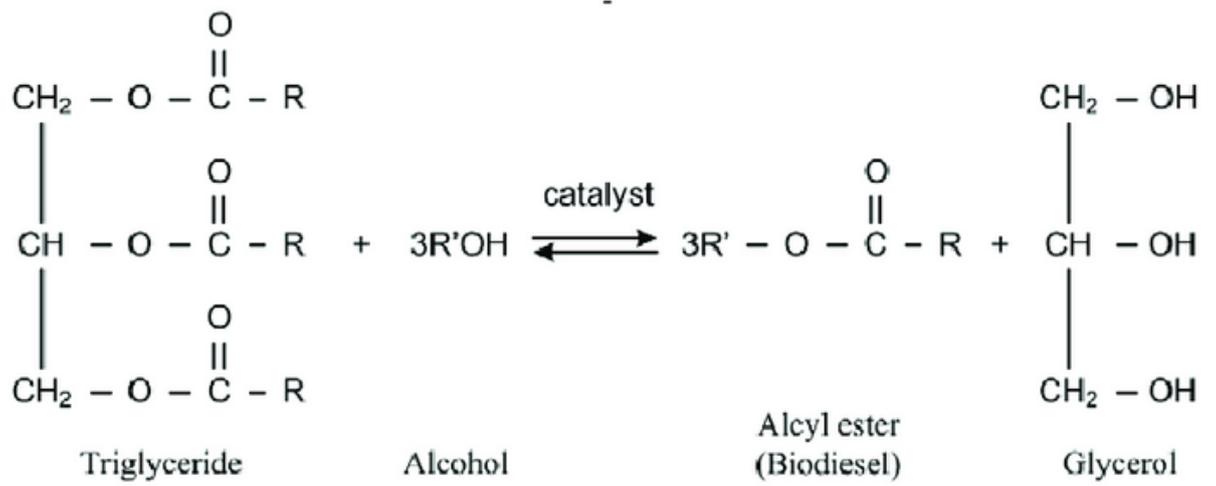
Après 2 heures de réaction on met le mélange dans une ampoule à décanter pendant 24 heures (sans agitation) afin de permettre la séparation des phases, la phase supérieure contenant de biodiesel et la couche inférieure contenant de la glycérine. Après séparation on verse la glycérine dans un flacon et laisser le biodiesel dans l'ampoule de décantation.

3. Le lavage

Après avoir séparé la glycérine du biodiesel, nous le lavons à l'eau tiède et laissons le mélange de biodiesel et d'eau se déposer, afin de se débarrasser des traces de l'éthanol et KOH ou de glycérine restant dans la couche de biocarburant, puis répétons le processus deux fois.



4. L'équation de la réaction



Annexe 7: Evaporateur rotatif

PROCEDURE

Placer la solution contenant le solvant à évaporer dans le ballon 1 et le mettre ensuite sous rotation. Ouvrir le robinet d'eau froide reliée au réfrigérant. Fermer ensuite la vanne reliant le montage à la pression extérieure (vanne de fermeture) et faire le vide à l'intérieur de l'appareillage à l'aide d'une trompe à eau. Si l'évaporation n'est pas assez rapide, plonger le ballon 1 dans le bain marie d'eau chaude. Procéder à l'évaporation jusqu'à disparition complète du solvant.

Annexe 8: les valeurs de la teneur en huile des graines et la viscosité

Tableau III 5: Teneur en huilé

Solvant	Jatropha curcas (50g)	Coton (50g)	Arachide (50g)
Hexane (300ml)	28,5%	24%	32%

Tableau III 6: viscosité des huiles et du gasoil par différentes températures

Viscosité des huiles et du Gasoil				
Température (°C)	Jatropha curcas	Coton	Arachide	Gasoil
35,5	54,52	70,53	147,82	2,81
40,5	48,36	65,11	144,38	2,79
45,5	42,21	56,97	89,38	2,31
50,5	37,81	50,64	80,78	2,26
55,5	33,41	42,50	69,61	2,19
60	29,01	37,07	62,74	2,10

Tableau III 7: Viscosité des biodiesels et du gasoil par différentes températures

Viscosité des biodiesels et du Gasoil			
Température (°C)	Biodiesel Jatropha curcas	Biodiesel arachide	Gasoil
35,5	29,72	96,39	2,81
40,5	24,48	90,37	2,79
45,5	21,86	80,04	2,31
50,5	20,11	71,43	2,26
55,5	18,36	61	2,19
60	16,61	55,94	2,10

Tableau III 6: Viscosité des mélanges biodiesels plus 50% du gasoil et du gasoil par différentes températures

Viscosité des mélanges biodiesels plus 50% du gasoil et du gasoil			
Température (°C)	Mélange biodiesel Jatropha et gasoil	Mélange biodiesel arachide et arachide	Gasoil
35,5	7,41	94,81	2,81
40,5	7,08	68,95	2,79
45,5	6,88	50,85	2,31
50,5	6,70	44,41	2,26
55,5	6,69	33,61	2,19
60	6,27	21,54	2,10

Annexe 9: Les normes pétrolières du gasoil.

Tableau III 8 : Les normes du gasoil

Property specification	Units	Diesel ASTM D975		Biodiesel			
		Test method	Limits	ASTM D6751		EN 14214	
				Test method	Limits	Test method	Limits
Flash point	°C	ASTM D975	60-80	ASTM D 93	130 minimum	EN ISO 3679	101 minimum
Cloud point	°C	ASTM D975	-15 to -5	ASTM D2500	-3 to -12	-	-
Pour Point	°C	ASTM D975	-35 to -15	ASTM D97	-15 to -16	-	-
Cetane number		ASTM D4737	46	ASTM D613	47 minimum	EN ISO 5165	51 minimum
Density at 15 °C	Kg/m ³	ASTM D1298	820-860	ASTM D 1298	880	EN ISO 3675/12185	860-900
Kinematic viscosity at 40 °C	mm ² /s	ASTM D445	2.0 to 4.5	ASTM D445	1.9-6.0	EN ISO 3104	3.5-5.0
Iodine number	g I ₂ /100 g	-	-	-	-	EN 14111	-
Acid number	mg KOH/g	-	-	ASTM D664	0.5 maximum	EN 14104	0.5 v maximum
Cold filter plugging point	°C	EN 590	-8	ASTM D6371	Maximum +5	EN 14214	-
Oxidation stability		ASTM D2274	25 mg/L maximum	-	-	EN 14112	3 h minimum
Carbon residue	% m/m	ASTM D4530	0.2 maximum	ASTM D 4530	0.050 maximum	EN ISO 10370	0.3 maximum
Copper corrosion		ASTM D130	Class 1 maximum	ASTM D 130	No. 3 maximum	EN ISO 2160	Class 1
Distillation temperature	°C	ASTM D86	370 maximum	ASTM D 1160	360	-	-
Lubricity (HFRR)	m	IP 450	0.460 mm (max.) (all diesel containing less than 500 ppm - sulphur)	ASTM D6079	520 maximum	-	-
Sulphated ash content	%mass	-	-	ASTM D874	0.002 maximum	EN ISO 3987	0.02 maximum
Ash content	%mass	ASTM D482	100 maximum	-	-	-	-
Water and sediment		ASTM D2709	0.05 maximum	ASTM D 2709	0.005 vol% maximum	EN ISO 12937	500 mg/kg
Monoglycerides	% mass	-	-	-	-	EN 14105	0.8 maximum
Diglycerides	% mass	-	-	-	-	EN 14105	0.2 maximum
Triglycerides	% mass	-	-	-	-	EN 14106	0.2 maximum
Free glycerine	%mass	-	-	ASTM D 6584	0.02 maximum	EN 1405/14016	0.02 maximum
Total glycerine	%mass	-	-	ASTM D6548	0.24	EN 14105	0.25
Phosphorus	%mass	-	-	ASTM D4951	0.001 maximum	EN 14107	0.001 maximum
Sulphur (S 10 grade)	ppm	ASTM D5453	10 maximum	-	-	-	-
Sulphur (S 15 grade)	ppm	-	-	ASTM D5453	150 maximum	-	-
Sulphur (S 50 grade)	ppm	ASTM D5453	50 maximum	-	-	-	-
Sulphur (S 500 grade)	ppm	ASTM D5453	500 maximum	ASTM D5453	500 maximum	-	-
Carbon	wt%	ASTM D975	87	ASTM PS121	77	-	-
Hydrogen	wt%	ASTM D975	13	ASTM PS121	12	-	-
Oxygen	wt%	-	-	ASTM PS121	11	-	-
BOCLE scuff	g	ASTM D975	2000-5000	ASTM PS121	> 7000	-	-
Conductivity at ambient temperature	pS/m	ASTM D2624	50 m minimum at ambient temp. (all diesel held by a terminal or refinery for sale or distribution)	-	-	-	-
Total contamination	mg/kg	-	-	ASTM D5452	24	EN 12662	24
Boiling point	°C	-	-	ASTM-D7398	100-615	-	-
Saponification value	mg KOH/g	-	-	ASTM D5558	370 maximum	-	-