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

UNIVERSITE d'ADRAR
FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DES SCIENCES DE LA MATIERE

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE en vue de l'obtention du diplôme de

Master en chimie de l'environnement

Thème

Production du biodiesel à partir d'une plante spontanée (*Ricinus communis L*)

Soutenu le : 08 juin 2015

Présenté par :	**Membres de jury** :
Benali Boudjemaa	**Président** :
Djaber Abdelkrim	Mr. Selkh Chouayb : M.A (Univ.Adrar)
Encadré par :	**Examinateurs**
Mr. Younsi maamar : M.A (Univ.Adrar)	Mr. M.A. DAHOU : M.A (Univ.Adrar)
Co encadreur :	
Mr. Boulal Ahmed : attaché de recherche	

Année universitaire : 2014/2015

DEDICACES

A mon Père
A ma Mère
A mes Sœurs et mes frères

A ma femme et mon fils Mohammed Achref

A mon collègue de mémoire djaber Abdelkrim

A mon amie Ahmed Messaoudi

A tous les opérateurs de raffinerie de SBAA et surtout

Mohammed Chami

A tous les travailleurs d'URER et surtout khalafi Mustapha.

A tous la famille Benali

A mes collègues de travail

A tous ce qui m'ont soutenu

Je vous remercie pour vos prières, sans lequel je ne serais pas arrivé à bout de ce travail.

REMERCIEMENTS

Nous remercions tous ceux qui ont contribué à ce mémoire particulièrement :

⇒ *Nous encadreur Monsieur YOUNSI MAAMER et Nous Co-encadreur Monsieur BOULAL AHMED qui n'ont ménagé aucun effort pour la réussite du mémoire.*

⇒ *Monsieur CHAMI MOHAMMED ingénieur du laboratoire de la SORALCINIH qui a beaucoup contribué à l'aboutissement de ce mémoire.*

⇒ *A ceux qui ont été d'un grand soutien pour nous .Monsieur KHALAFI MUSTAPHA chef d'équipe de biomasse à 'l'unité de recherche en énergie renouvelable.*

⇒Monsieur *HARMIM AREZKI pour ses cours particulièrement intéressants et ses qualités humaines exceptionnelles.*

⇒*Mon père et ma mère, qui m'ont toujours apporté aide, soutien et conseils.*

⇒ *Enfin je remercie toute Mes collègues de travail à l'unité de recherche en énergie renouvelable en milieu saharien à Adrar.*

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des photos

Liste des abréviations

Introduction.....01

PARTIE BIBLIOGRAPHIE

I. Généralités sur les biocarburants.....02

I. 1. Définition des biocarburants.....02

I. 2. Différents biocarburants.....02

I. 3. Différentes générations de Biocarburants.....02

I. 3.1. Les biocarburants de 1ère génération.....02

I. 3. 2. Les biocarburants de 2ème génération.....03

I. 3.3. Les biocarburants de 3ème génération : les micro-algues.....04

I. 4. Les avantages et inconvénients des biocarburants.....05

II. Généralités sur les huiles végétales pures carburant.....06

II.1. Composition chimique des huiles végétales.....06

II. 1.1 Les lipides simples.....06

II. 1.2 Les lipides complexes.....07

II. 1.3 La partie insaponifiable.....07

II. 2. La production de l'huile végétale.....07

II. 3. Filière traditionnelle, et artisanale.....08

II. 3.1. Filière traditionnelle.....08

II. 3.2. Filière artisanale.....09

II. 3.3. Filière industrielle.....09

II. 3. 4. Les méthodes d'extraction des huiles végétales.....10

II. 3. 5. Extraction par presse mécanique.....10

II.3.6. Extraction par solvant.....12
II.4.Utilisation de l'huile végétale.....12
II.4.1 Production de biodiesel.....12
II.4.2 Mélange huile-gazole.....13
II.4.3 HVP comme carburant.....13
II.5.Les contraintes de qualité sur les huiles.....14
II.6.Paramètres physico-chimiques d'analyse des huiles.....14
II.6.1 Paramètres physiques.....14
II.6.2 Paramètres chimiques.....16
II.7.Critères de spécifications d'huiles végétales comme carburant.....17
III. Caractérisation de la plantes Ricinus communis L.....18
III.1 Caractéristiques botaniques de la plante Ricinus communis L.....18
III. 1.1 Généralités.....18
III.1.2 Classement taxonomique.....18
III.1.3 Caractéristiques botaniques.....19
III. 2. Caractérisation physiques et chimiques de l'huile de ricin.....20
III. 3. Utilisation.....21
III. 3.1 Pharmacologie.....21
III. 3.2 Cosmétologie.....21
III. 3.3 Lubrification.....22
IV. Production de biodiesel.....22
IV. 1. Le biodiesel.....22
IV. 1.1. Historique.....22
IV. 1.2. Considérations environnementales.....23
IV.1.3. Définition du Biodiesel.....24
IV.1.4 Les méthodes de fabrications du biodiésel à partir de l'huile végétale.....25
IV.1.4.1. Dilution.....25

IV. 1.4. 2. Microemulsification 26
IV.1.4. 3. Pyrolyse 26
IV.1.4. 4. Transesterification 26
TV.1.45 But de la réaction d'estérification .30
IV.2.Procedes industriels de transesterificarion 31
IV.2.1 Procédé discontinu 31
IV.2.2 Procédé continue 32

PARTIE EXPERIMENTALE

I. Matériels et méthodes .33
1.1Materiel végétale 33
1.1.J Le choix de la plante végétale 33
1.1.2Le lieu de prélevèrent des graines *(Ricinus communis* L) 33
1.2. Méthodes d'analyses .34
1.2.1Determination de quelques paramètres des grains de Ricin 34
1.2.2 Protocole d'extraction de l'huile de *Ricinus communis* L 37
1.2.2.1Traitement des graines .37
1.1.2.2L'extraction d'huile de ricin 38
1.1.2.3 Caractérisation de l'huile de Ricin 39
1.1.2.3Protocole de synthèse de biodiésel. 46
1.1.2.4 Caractérisation du biodiesel obtenu 49

RESULTATS ET DISCUSSIOK

II. Résultats et discision 51
JLI Composition biochimique de la graine de ricin 51
II.2 Analyse physico-chimique de L'huile de Ricin 52
II.3 Caractérisation du biodiesel obtenu S4
II.3.1 Le rendement de la production de biodiesel. 55
II.3.2 La distillation de biodiesel. 55
Conclusion 60
Reference bibliographique

Liste des figures

Figure.1 : La filière des huiles végétales ou du biodiesel ……...3
Figure.2 : La filière éthanol ou filière alcool ……....3
Figure.3: biocarburants de deuxième génération tirés de déchets de l'agriculture et de l'exploitation forestière …….……4
Figure.4: Biocarburants de troisième génération tirés des cultures d'algues……....5
Figure.5 : Décomposition des triglycérides……..……7
Figure 6 : Illustration de la filière HVP (Chambre agriculture Lot et Garonne Huile Végétale pure production et valorisations à la ferme et IFHVP)……9
Figure 7 : Vue interne d'une presse à Barreaux……..…11
Figure 8 : Vue interne d'une presse à vis .....…...11
Figure 9 : pourcentage de réduction de l'émission de polluants du diesel (B100) et le mélange de 20% du Biodiesel avec 80% de diesel (B20) [14]…….…...23
Figure 10 : Réaction de transestirification…….…..27
Figure 11 Réactions successives de la transestérification ……...28
Figure .12 Courbes de conversion des triglycérides en esters méthyliques……29
Figure 13 : Schéma de principe d'un procédé en discontinu (Procédé Esterfip –Licence IFP)…….…….31
Figure 14: Schéma de principe d'un procédé continu de production d'EMHV (procédé proposé par la Société Lurgi)…….……..32
Figure 15. Schéma d'extraction d'huile de ricin des graines de *Ricinus communis* L…….45
Figure 16: schéma de production de biodiesel……50
Figure 17. : La distillation de biodiesel et différents hydro carburantes…….56
figure18: histogramme de différente densité de carburant……..57

Liste des tableaux

Tableau n°1 : Les principaux avantages et inconvénients des biocarburants ……..…..5

Tableau n°2 : Propriétés physiques d'huile de ricin ……...….21

Tableau n°3. Propriétés chimiques d'huile de ricin ……21

Tableau n°4: Composition biochimique de La graine de *Ricinus communis L.*….…..51

Tableau n°5 : Densités de quelques huiles végétales…….…….52

Tableau n°6 : Indices de réfraction de quelques huiles……...53

Tableau n°7 : Analyses physico-chimique de biodiésel et différents carburants.....59

Liste des photos

Photo. 1: Le Ricin en période de maturation……..……..…20

Photo 2. Les graines de *Ricinus communis* L.....…20

Photo 3. La plante de Ricinus communis L, en période de maturation des graines....33

Photo4. Séchage solaire des fruits …….…..…37

Photo 5. Séchage des graines dans l'étuve…….…..37

Photo 6 .Décorticage des graines de ricin……38

Photo 7.broyage des graines de ricin……...……38

Photo 8. L'extraction de l'huile de ricin par Soxhlet……..……39

Photo 9. Séparation de l'huile de ricin par le Rota vapeur…….……..…39

Photo 10. Huile extraire à partir de ricin…….…39

Photo 11. Pycnomètre rempli d'huile de ricin…….……40

Photo 12. Réfractomètre……..……41

Photo 13. La réaction de transestérifcation…….……46

Photo 14. Séparation des phases……..…47

Photo 15. Lavage du biodiesel Biodiesel……48

Photo 16. Biodiesel produit à partir d'huile de ricin……...……48

Liste des abréviations:

CE : Commission Européen

EMHV : Ester Méthylique D'huile Végétale

EMAG : Ester Méthylique D'acide Gras

HVP : Huile Végétale Pure

IFHVP : Illustration De La Filière D'huile Végétale Pure

GES: Gaz à Effet de Serre

ASTM: American Society Testing Materials

SORALCHIN: Society Raffling Algerian-Chinese

Gasoil FCC: Gasoil Factory Cracking Catalytic

Ppm : Partie Par Million

Introduction

A cause du problème lié aux émissions de gaz à effet de serre et à la prochaine pénurie d'hydrocarbures, plusieurs pays recherchent des nouvelles sources d'énergie comme solution. Les biocarburants sont produits jusqu'à présent à partir de culture alimentaire, comme le tournesol, le soja, le colza, le blé, la betterave, la canne à sucre et d'autres produits alimentaires.

La production de biodiesel a attiré une attention considérable dans le passé récent comme biocarburant pouvant contribuer à diminuer notre dépendance vis-à-vis des combustibles fossiles **(Hamad Berna, 2001).**

Le biodiesel est un mélange d'esters d'acide gras obtenus à partir des huiles végétales ou de graisses animales par transestérification en présence de catalyseurs homogènes basiques tels que la soude ou la potasse.

En conséquence, les prix des denrées alimentaires ont connu leurs plus hauts niveaux depuis les années 70 **(R. Alloune Et Al. 2012)**, ce qui est dangereux pour la sécurité alimentaire des populations pauvre de la planète. De ce fait, il est judicieux de valoriser le potentiel de culture non alimentaire en Algérie, dans le but de soutenir l'agriculture et de promouvoir l'inclusion sociale et le développement rural, et qui s'inscrira dans un concept de développement durable.

L'objectif du présent travail est d'étudier à l'échelle de laboratoire la synthèse de biodiesel par transesterification alcoolique de l'huile extraite d'une plante non alimentaire (*Ricinus communis* L) pour la production de nouvelle produit à haute valeur et aussi la protection de l'écosystème locaux ;autrement dite, préservation de l'environnement qui constitue notre objet principal.

La méthodologie pour ce travail est articulée autour de trois axes principaux:

• La recherche documentaire : C'est une phase au cours de laquelle nous avons identifié et localisé des sources d'information.

• Les manipulations : Nos manipulations ont commencé d'abord par l'extraction et caractérisation d'huile de ricin suivi par une transesterification méthanolique de cette huile.

• Les traitements de données : C'est un exercice d'analyse, d'interprétation et discussion des données obtenues expérimentale

Partie bibliographique

I. Généralités sur les biocarburants

I. 1. Définition des biocarburants

Les biocarburants sont des sources énergétiques issues des matériaux biologiques qu'ils distinguent des autres sources d'énergie non fossiles, à l'instar de l'énergie des vagues, et l'éolienne. De plus, quel que soit la forme des biocarburants (solide, liquide, ou gazeuse), il est clair que c'est une énergie durable, et renouvelable puisqu'elle est d'origine végétale et animale, et donc elle peut être remplacée après une courte période **(Scragg Alan.H, 2009)**

I. 2. Différents biocarburants

Les dix biocarburants cités par la CE (Directive 2003/30/CE) sont: le bioéthanol, le biodiesel (esters d'Huile Végétale), le biogaz, le bio-méthanol, le bio-diméthyléther (bio-DME), le bio-Ethyle-tertio-butyl-éther (bio-ETBE), le bio-Méthyl-tertio-butyl-ether (bio-MTBE), les biocarburants synthétiques, le bio-hydrogène, et les huiles végétales pures **(Poitrat. E, 2005).**Les deux principaux biocarburants candidats prêts à un développement industriel sont l'éthanol (principalement utilisé en Europe sous forme d'éthyl-tertio-butyl-étther ou ETBE) et l'ester méthylique d'huile végétale (EMHV) ou biodiesel **(Colonna Pau, 2006).**

I. 3. Différentes générations de Biocarburants

I. 3.1. Les biocarburants de 1ère génération:

Il existe deux grandes filières :

- Le biodiesel est obtenu à partir de plantes oléagineuses (colza, tournesol, soja...) ou de graisses animales ou d'huiles alimentaires usagées. Il est obtenu par L'estérification, c'est-à-dire la transformation des corps gras en esters méthyliques d'acides gras (EMAG) par une réaction chimique de transestérification en présence d'un catalyseur **(figure.1)**. Cette technologie permet de produire à partir d'une tonne d'huile et 110 kg de méthanol, 970 kg de biodiesel et 108 kg de glycérine **(Sall Hamath, 2007).**

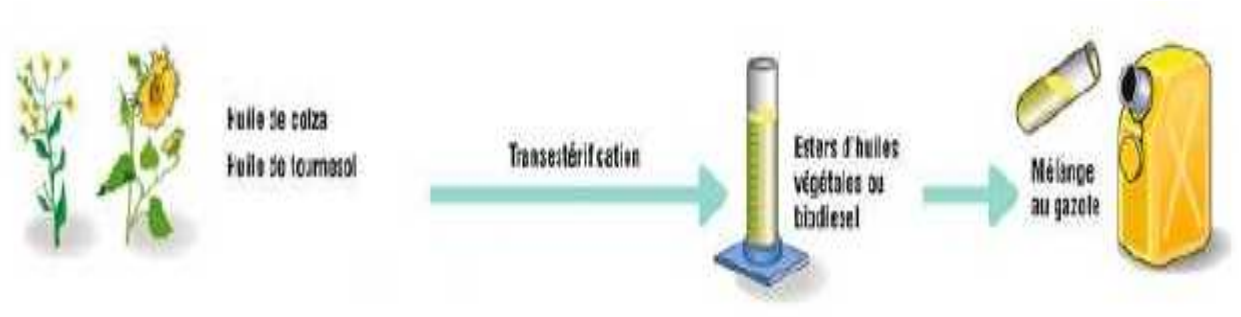

Figure.1 : La filière des huiles végétales ou du biodiesel (**Sall Hamath, 2007**).

Le bioéthanol est obtenu à partir de plantes sucrières ou de céréales (figure.2). Il est utilisé en mélange dans les essences :

Soit de manière systématique dans les supercarburants SP95-E10 (jusqu'à 10 % en volume), SP95 et SP98 (jusqu'à5% en volume).

Soit à haute teneur dans le carburant super éthanol E85, qui contient entre 65 et 85% en volume d'éthanol. Ce carburant est disponible en stations-service depuis 2007 et est destiné à des véhicules dédiés, appelés véhicules à carburant modulable. L'éthanol carburant a surtout été développé dans deux pays ; le Brésil et les Etats-Unis **(Poitrat. E, 2005).**

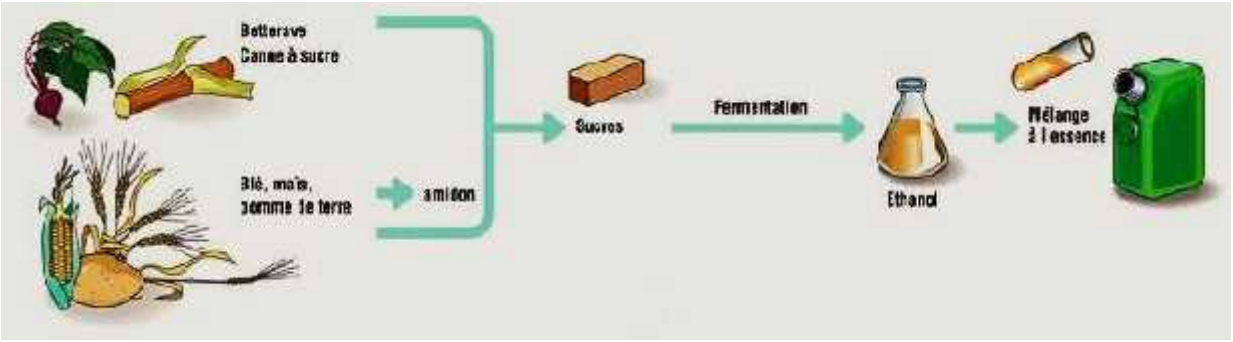

Figure.2 : La filière bioéthanol ou filière alcool **(Sall Hamath, 2007)**

I. 3. 2. Les biocarburants de 2ème génération

Issus de la transformation de la lignocellulose contenue dans les résidus agricoles (paille) et forestiers (bois), ou dans des plantes provenant de cultures dédiées (taillis à croissance rapide) (figure.3). Les nouveaux procédés cherchent à améliorer le bilan énergétique en utilisant toute la plante. Pour cela les résidus

de sylviculture, les déchets organiques, des cultures comme la luzerne ou le miscanthus sont exploités. Ces procédés permettraient en outre de limiter le problème d'usage des surfaces agricoles, d'exploiter un éventail de culture beaucoup plus large que celui de la gamme alimentaire et d'obtenir de meilleurs bilans énergétiques et environnementaux que la première génération **(BallerinDaniel, 2006).**

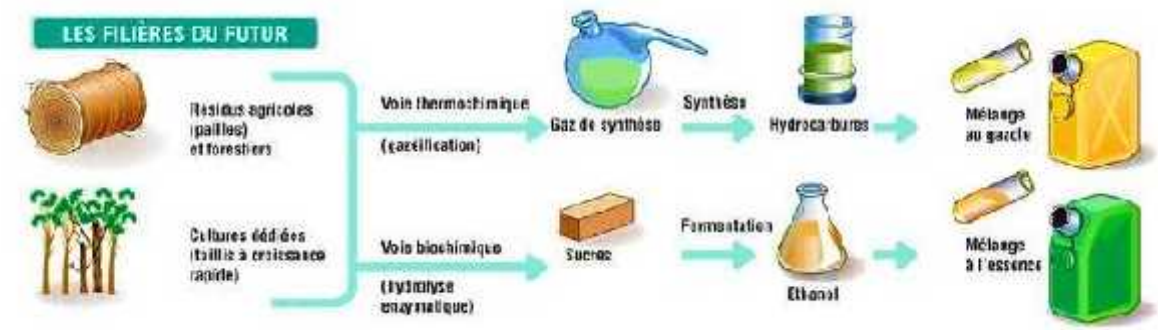

Figure.3: Biocarburants de deuxième génération tirés de déchets de l'agriculture et de l'exploitation forestière **(Ndiaye Doudou, 2007).**

I. 3.3. Les biocarburants de 3ème génération : les micro-algues

Ils sont obtenus à partir de la production de lipides ou d'hydrogène par des micro-organismes (figure 4). Le soufre est un élément chimique nécessaire au processus de formation des protéines. Lorsque l'algue *Chlamydomonas reinhardti* est privée de soufre, la photosynthèse diminue et elle met en place une autre voie énergétique : la production d'hydrogène. On peut cultiver les micro-algues avec deux procédés différents : l'utilisation d'une photo bioréacteur ou de bassins extérieurs. Les rendements prévus sont 3 à 30 fois supérieurs aux espèces oléagineuses (notamment car le taux de photosynthèse est plus important). Les biocarburants de 3ème génération sont un enjeu énergétique important **(Dubreuil A, 2008)**

Algues unicellulaires → **Huile** → **Biodiesel**

Figure.4: Biocarburants de troisième génération tirés des cultures d'algues (**Touati Lounis**, 2013)

I. 4. Les avantages et inconvénients des biocarburants

Les principaux avantages et inconvénients des biocarburants se résument dans le tableau suivant.

Tableau1 : les principaux avantages et inconvénients des biocarburants **(Touati Lounis, 2013)**

LES AVANTAGES	LES INCONVENIENTS
- Renouvelables (2) - Limitent les émissions de gaz à effet de serre (GES) et les consommations d'énergie non renouvelable. - Emettent moins de polluants tels que le soufre (à l'origine des pluies acides), les suies, les particules fines. - Ils permettent de diversifier les sources de production d'énergie et de réduire la dépendance à l'or noir et de valoriser des ressources domestiques.	- L'augmentation de la demande en biocarburants a eu pour conséquence le renchérissement des cours mondiaux des céréales et des oléagineux. - Ils sont gourmands en énergie, coûteux à cultiver, à collecter et à transformer. - ils instaurent une concurrence redoutable entre cultures énergétiques et cultures alimentaires. - Le développement des biocarburants issus de cultures énergétiques peuvent être une menace pour les écosystèmes et les puits

II. Généralités sur les huiles végétales pures carburant :

Les huiles végétales sont extraites des graines, des amandes et des fruits. Les oléagineux sont ceux qui servent à produire industriellement de l'huile et qui sont cultivés dans ce but. Parmi les plantes cultivées pour leur huile, on cite : l'arachide, l'olivier, le colza, le ricin, le soja et le tournesol. En général toutes les graines contiennent de l'huile **(Meyer, 2004).**

Les huiles végétales sont des substances insolubles dans les solvants minéraux constituées en majeure partie d'esters de glycérol d'acides gras appelés triglycérides **(Conneman, 1994).** Du point de vue structural, un triglycéride est une molécule de glycérol est constituée de trois molécules d'acides monocarboxylique, a langue chaine hydrocarbonée appelés acides gras dont la structure chimique suivante (Figure I.1) **(Conneman, 1994).**

II.1. Composition chimique des huiles végétales

L'huile végétale est constituée essentiellement de lipides qui constituent les matières grasses Parmi celles-ci on distingue:

-Les lipides simples;

-les lipides complexes.

II. 1.1 Les lipides simples

Ils sont constitués essentiellement de triglycérides (addition d'acides gras et de glycérol) (**Gustone Et Al, 1986**). Les acides gras libres sont les produits de l'hydrolyse des triacylglycérols (**Mohamed G Et Al, 2007**).Ces composés dérivés peuvent être obtenues aussi par action d'enzymes (lipases) sur les phospholipides. Il faut noter aussi la présence de diglycérides et monoglycérides dans l'huile.

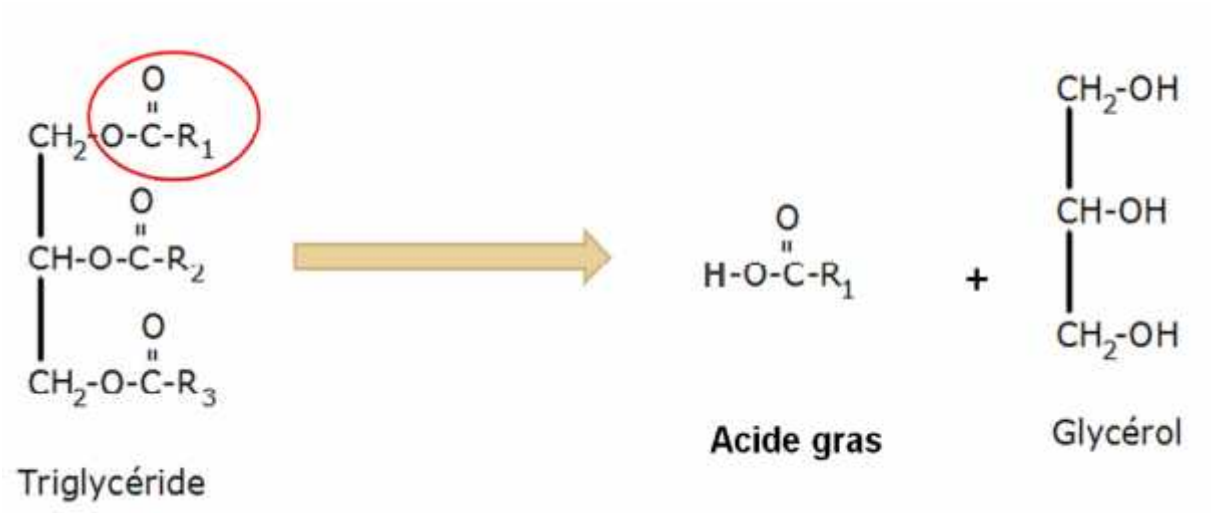

Figure 5 : Décomposition des triglycérides (**Mouhamadou L. C.2010**)

II. 1.2 Les lipides complexes

Ce sont des lipides qui en plus du carbone, de l'hydrogène, et de l'oxygène présentent en plus, soit du soufre, soit du phosphore, soit de l'oxygène. Celles présentant du phosphore sont appelées phospholipides .Ce sont de grosses molécules contrairement aux acides gras libres de petites tailles.

II. 1.3 La partie insaponifiable

Ce sont les composés présentes en solution après action du corps gras sur une base (KOH par exemple), plus précisément la partie hydrophobe des phospholipides appelées phosphatides. On peut citer les cires, les stérols. Ces derniers étant présents en faible quantité dans les huiles végétales pures

II. 2. La production de l'huile végétale

Concernant la filière huile végétale pure .Elle consiste essentiellement à la production de :

- L'huile végétale brute ou pure (filière traditionnelle)
- L'huile végétale pure raffinée (filière industrielle)

II. 3. Filière traditionnelle, et artisanale

II. 3.1. Filière traditionnelle

Les graines oléagineuses sont triées puis décortiquées. Le décorticage est l'opération permettant de séparer l'amande de la coque. Cette opération a pour objectif de diminuer la friction, d'améliorer la qualité de l'huile **(Isobe, S Et Al, 1992)**. Puis elles sont réduites à pâte avant d'être chauffée à une certaine température. La cuisson est une étape de préparation des graines très importante sur la qualité des huiles. Elle est menée dans des cuiseurs verticaux ou horizontaux continus, à température inférieure à 100°C et sans perte d'humidité (88°C et 8 à 9% d'eau dans le cas des graines de tournesol) **(Williams, M.A., 1997)** Ensuite l'huile qui surnage au-dessus est recueillie .Ce procédé d'obtention des huiles à un faible rendement, il demande beaucoup d'effort humain .L'huile est ensuite décantée et filtrée afin d'éliminer ces impuretés. (**Mouhamadou L. C.2010**)

-**La décantation** : Il consiste à laisser l'huile dans un bocal pendant un certain temps ce qui entraine les dépôts des matières solides lourdes au fond du bocal. C'est un procédé très simple mais son inconvénient est qu'il ya des pertes d'huile dans le sédiment ce qui diminue le rendement d'huile à la fin du processus. (**Mouhamadou L. C.2010**)

-**La filtration** : Dans ce cas l'huile est filtrée à l'aide d'un papier filtre d'une certaine porosité qui retient certains composants et diminue la teneur en sédiments et certains déchets. Ceci est très important avant toute utilisation de cette huile dans le moteur. Ce procédé permet d'améliorer la qualité de l'huile obtenue (**Mouhamadou L. C.2010**).

II. 3.2. Filière artisanale

C'est la filière la plus visible, les graines sont pressées à l'aide de presse mécanique .Ce qui permet de recueillir d'une part l'huile et d'autre part les tourteaux après cela l'huile brute est décantée puis filtrée comme pour la filière

traditionnelle afin d'obtenir l'huile végétale pure .Comparé à la filière cité précédemment à savoir celle traditionnelle, celle-ci produit une quantité d'huile plus **(Isobe, S Et Al, 1992).**

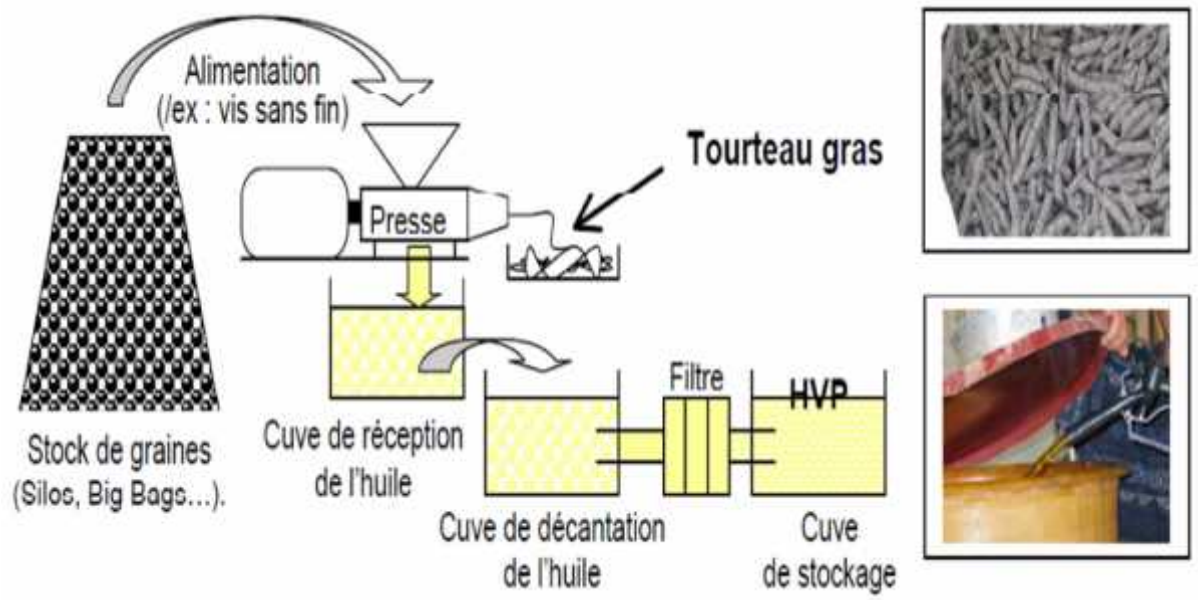

Figure 6 : Illustration de la filière HVP (Chambre agriculture Lot et Garonne Huile Végétale pure production et valorisations à la ferme et IFHVP) (**Mouhamadou L. C.2010**)

II. 3.3. Filière industrielle

L'huile obtenue est raffinée. Le raffinage des huiles brutes est obligatoire pour fournir un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives **(Karleskind. G Et Al, 1998).**Il se fait en plusieurs étapes :

-Le dégommage : le dégommage à l'eau est conduit par addition d'eau chaude ou de vapeur d'eau pour précipiter les "gommes". Les gommes sont alors séparées de l'huile par centrifugation continue **(Snape J.B Et Al, 1996).** Les gommes étant constituées de phospholipides plus précisément des de la partie hydrophile de celles-ci sensible à l'eau.

-La neutralisation : Il consiste à éliminer les acides gras libres dans l'huile par action d'hydroxyde de potassium .Les acides gras étant à l'origine de l'acidité de

l'huile qui diminue sa Caractérisation d'huiles végétales brutes issues d'oléagineux de l'Afrique de l'ouest comme carburant qualité. Dans les cas des huiles de tournesol, la solution NaOH est utilisée avec 0.3 à 0.5% d'excès **(Campbell, E.J., 1983).**

-La décoloration : Cette opération vise à éliminer les pigments colorés présentes après neutralisation. Le principe est basé sur un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances (**Baranowsky Et Al. 2001**).

-La désodorisation: Les huiles présentent des composées odorantes qui sont issues de l'oxydation des acides gras.

Cette étape vise à enlever ces composés odorants, en injectant de la vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide (260 à 800 Pa) à haute température (220 à 275°C) pendant un temps donnée. Il s'agira alors d'entrainer à la vapeur des substances odorantes qui sont plus volatiles que l'huile **(Karleskind. A ,1992).**

II. 3. 4. Les méthodes d'extraction des huiles végétales.

Les méthodes les plus utilisées pour l'obtention de l'huile sont:

_ soit par pressage mécanique

_ Soit par extraction à l'aide d'un solvant

II. 3. 5. Extraction par presse mécanique

Toutes les presses sont équipées d'une vis, mais selon.la cage de presse et la forme de la vis. On distingue :

-Les presses à barreaux

-Les presses à vis.

a. Presse à barreaux

L'huile passe à travers des barreaux ou des anneaux dont l'espacement peut être réglé suivant le type de graines à presser. Les tourteaux sortent sous la forme de plaquettes ou écailles. La vitesse de pressage est de 40kg/h à plus de 2 000 kg/h pour les grandes productions d'huiles végétales brutes **(Apria, 1969)**

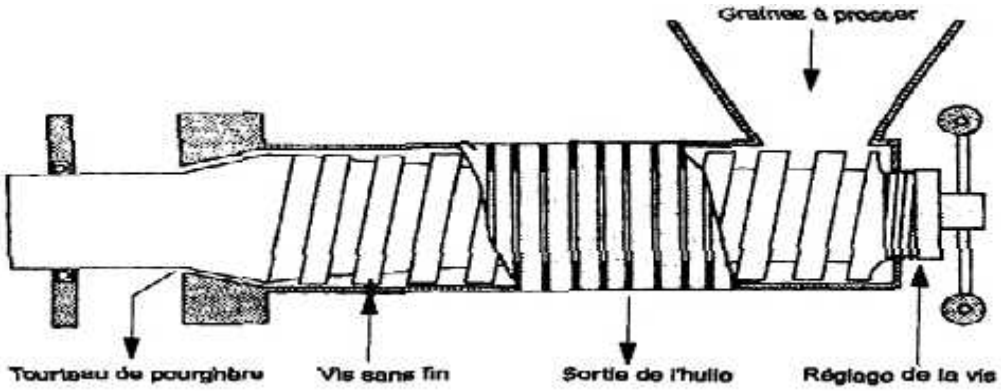

Figure 7 : Vue interne d'une presse à Barreaux **(Apria, 1969)**

b. Presse à vis

Le corps de la presse est percé pour permettre l'écoulement de l'huile au fur et à mesure du pressage. La vis présente un diamètre croissant pour augmenter la pression en fin de parcours des graines. Les tourteaux passent dans des buses interchangeables dont ils épousent la forme. Les tourteaux sortent sous forme de granulés. La vitesse de pressage est de (< 50 kg/h) pour les faibles productions d'huiles. Il faut privilégier une pression à basse température (à froid).On ne dispose pas d'étude comparative précise sur les différences d'élévation de températures de l'huile selon les deux systèmes **(Apria, 1969).**

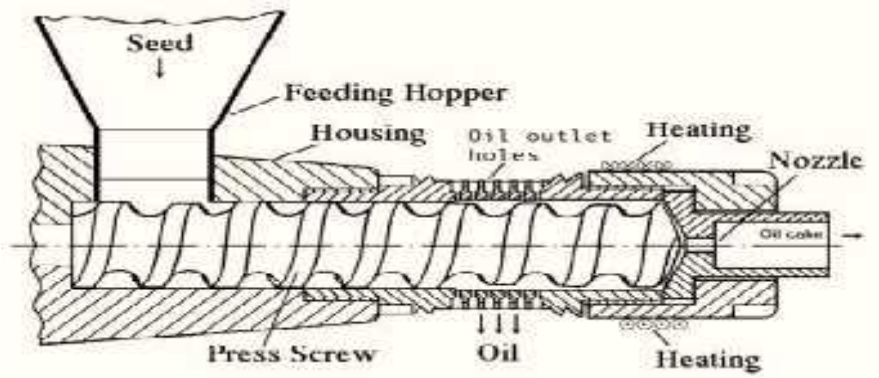

Figure 8 : Vue interne d'une presse à vis **(Apria, 1969)**

II.3.6. Extraction par solvant

L'extraction par solvant a été développée pour le traitement des graines oléagineuses à faible teneur en huile. Aujourd'hui, la combinaison d'une presse à vis et de l'extraction par solvant est la technique industrielle développée même pour les graines riches en huile (**Kirk-Othmer, 1992**).Les propriétés recherchées pour les solvants sont une forte solubilité de l'huile, une faible solubilité de l'eau, une absence de toxicité pour les applications alimentaires **(Johnson. L.A et al, 1983).**Actuellement, la majorité des procédés d'extraction utilise l'hexane comme solvant (**Proctor, A Et Al, 1996**).Elle présente un bon rendement d'extraction mais elle est coûteuse.

II.4.Utilisation de l'huile végétale

De nos jours l'huile végétale est utilisé à des fins alimentaires mais aussi pour la production des biocarburants .Pour la production des biocarburants il existe trois possibilités: La production du biodiésel issue de la transestérification, l'utilisation des mélanges Huile/Gazoile, et l'utilisation des huiles végétales comme carburants.

II.4.1 Production de biodiesel

C'est un procédé permettant de modifier les propriétés physiques d'une huile végétale afin de le rapprocher le plus de celui d'un combustible diesel. Il consiste à modifier sa composition chimique pour la transformer en ester. Cette réaction est appelée transestérification. Elle consiste à faire réagir l'huile avec un alcool en présence de catalyseur. L'objectif d'une telle étude est l'utilisation des esters obtenus comme carburant diesel .Ce dernier est plus connu sous le nom de biodiesel .Ainsi lors de cette transformation on assistera à l'élimination de la glycérine, à la diminution du point d'ébullition de d'huile, de celle du point éclair. La glycérine sera utilisée dans l'industrie chimique, et les sous-produits dans l'industrie du savon et des détergents **(Haidara ,1996)**.Le biodiesel obtenue est

directement utilisable sur le moteur et contrairement au gazole, il ne présente aucun danger pour l'environnement Cependant ce procédé coûte cher et nécessite une technologie importante.

II.4.2 Mélange huile-gazole

Les propriétés physiques des huiles végétales peuvent être améliorées quand les huiles sont mélangées avec le carburant diesel. La dissolution doit être complète afin qu'il n'ait pas de séparation de phases .Les propriétés des mélanges sont généralement intermédiaires entre celles du gazoile et des huiles végétales [34].L'adjonction du gazole assure la fluidité du carburant mais aussi le rinçage régulier du système d'injection **(Vaitilingom, 1986).**

C'est un moyen de réduction de la consommation en gazole mais la dépendance énergétique demeure .A cela s'ajoute les conséquences environnementales avec l'utilisation du gazole dans le mélange même en faible quantité.

II.4.3 HVP comme carburant

La filière HVP renforce la place de l'agriculture et répond aux attentes de la société **(Xiaohu, K Et Al, 2008).**Elle offre une solution aux problèmes énergétiques et environnementaux du monde agricole au moyen d'une filière courte maîtrisée par le paysan .Néanmoins pour tourner aux huiles végétales, il est nécessaire non seulement de changer les propriétés physico-chimiques des huiles afin de les rendre comparables au gazole, mais aussi d'adapter les moteurs. Cette adaptation peut se faire soit en modifiant la physionomie du moteur comme l'intégration par exemple d'une chambre de préchauffage pour rendre l'huile plus fluide soit en utilisant la bicarburation pour les huiles végétales dans le moteur. Ces procédés permettent l'utilisation d'huiles végétales directement dans le moteur .Ceci qui présente plusieurs avantages. D'abord l'huile végétale est accessible au milieu rural, on peut l'avoir à faible coût .Enfin son utilisation dans

le long terme permet de faire disparaître la dépendance énergétique et est beaucoup plus écologique que le biodiesel (37).

Cependant il est nécessaire de vérifier certains paramètres attestant de sa qualité avant son injection sur le moteur.

II.5.Les contraintes de qualité sur les huiles

On peut noter la viscosité qui pose problème. En effet plusieurs chercheurs ont rapporté que les huiles végétales causent des dépôts de carbone durs sur les têtes de cylindres, les soupapes, les nez d'injecteurs, les têtes de pistons. Ces dépôts sont essentiellement dus a une mauvaise pulvérisation (elle même due à la viscosité élevée des huiles végétales) lors de l'injection (**Culot, 2006**).La jatropha a une viscosité de 17,1 mm^2 /s à 20 C (**Akintayo, 2004**) par rapport au gazole qui à une viscosité à 20°C de 2,5 à 5,5 mm^2/s .Ensuite l'encrassement du moteur due à la présence élevée des phospholipides qui vont entraîner des dépôts de gommes dans la chambre de combustion Ainsi (**Quick Et Cull, 1980**) rapportent que l'utilisation continue d'huiles végétales comme carburant dans un moteur diesel à injection directe non modifié peut bloquer les injecteurs, ce qui peut conduire à une usure prématurée du moteur.

II.6.Paramètres physico-chimiques d'analyse des huiles

Les différentes méthodes d'analyse portent sur la connaissance des paramètres physicochimiques suivants : La viscosité, point éclair, PCI, indice de cétane, indice d'iode, indice d'acide, taux de sédiments, teneur en eau, teneur en phosphore, indice de saponification (**Vaitilingom, 1986**).

II.6.1 Paramètres physiques

- La viscosité est la caractéristique d'être plus ou moins fluide de l'huile ou en d'autres termes. Sa résistance au pompage ou au passage au travers d'un orifice. 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 ceci à été confirmé par les travaux de **K. Pramanik** qui montre que la viscosité de l'huile de Jatropha diminue rapidement avec l'augmentation de la température, et elle devient proche de celle du gasoil à des températures supérieures à 75°C. Le point éclair est la température à laquelle un fluide émet suffisamment de vapeurs pour qu'elles puissent s'enflammer au contact d'une flamme où d'une étincelle .Plus le point éclair est élevé plus son stockage et son transport sont sécuritaires .L'huile végétale à un point éclair beaucoup plus élevé que celle du gazole. Il se trouve entre 81-84°C pour le gazole et 295-320°C pour le jatropha.

Pouvoir calorifique inférieur représente la quantité de chaleur par unité de masse cédée par le carburant. Les valeurs de PCI de ces huiles végétales sont de l'ordre de 36-40 MJ /kg et celui du gasoil est supérieur à 40 MJ / kg .(**Mouhamadou L.C,2010)**

-Point d'écoulement : c'est la température à laquelle l'huile ne coule plus .Elle est de l'ordre de 3°C pour la jatropha dans la littérature. Il donne une idée sur la capacité de circulation de l'huile à froid. .(**Mouhamadou L.C,2010)**

-Point trouble : C'est la température d'apparition des premiers cristaux de paraffine.

-Indice de cétane : mesure la capacité à l'auto inflammation .L'indice de cétane est l'un des principaux indicateurs de qualité du carburant diesel. Il caractérise le délai d'allumage du carburant au moment de son injection dans la chambre de combustion .Plus le délai d'allumage est court, plus l'indice de cétane est élevé et vis-versa **(Marty, 2005).** L'indice de cétane des huiles végétales est compris entre 28,3 et 41,5 tandis que pour le gazole la valeur minimal est 40 **(Vaitilingom ,1992).**

-Densité : Il est de l'ordre de 0,9 pour les huiles végétales qui sont plus lourds que le gasoil autour de 0,8. (**Mouhamadou L.C, 2010)**

II.6.2 Paramètres chimiques

-Indice d'iode est le degré d'insaturation d'un acide gras .C'est une évaluation de sa facilité à rancir puisque plus il contiendra d'insaturations, plus il sera sensible à l'O2 .L'indice d'iode représente le nombre de grammes d'halogène fixé par 100 g de produit exprimé en mg d'iode. (**VAITILINGOM ,1992**).

L'iode joue le rôle de l'oxygène lors du rancissement. La connaissance de l'indice d'iode (quantité d'iode susceptible de réagir sur les liaisons des acides gras) permet de porter un premier jugement sur l'aptitude à la combustion de l'huile : plus l'indice est élevé plus la combustion peut poser problèmes **(Chimi H. R1990).**

-Indice d'acide permet d'évaluer la quantité d'acides libres .Ces acides sont responsables plus d'une grande facilité au rancissement .L'indice d'acide est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser l'acidité libre d'un gramme de corps gras (**Marty, 2005**).

-Indice de peroxyde : donne une évaluation sur la quantité de peroxyde présent dans le corps. C'est ce qui indique en fait la quantité d'acides gras déjà rance. L'indice de peroxyde est le nombre de µg actif de peroxyde contenu dans un gramme de produit et oxydant l'iodure de potassium entraînant la libération d'iode (**Vaitilingom ,1992**) .Le processus d'auto-oxydation qui, par exemple, met en jeu une réaction en chaîne radicalaire, qui entraîne l'oxydation des acides gras insaturés de l'huile. Cette oxydation conduit à une diminution de la valeur nutritionnelle de l'huile par dégradation des acides gras essentiels (acide linoléique). En outre, elle aboutit à la formation de divers produits de décomposition qui lui confèrent une odeur et un goût indésirable, voire

vraisemblablement une certaine toxicité **(Chimi H. R Et Al ,1990).** La peroxydation lipidique peut être évaluée par la mesure de la disparition des acides gras polyinsaturés, la consommation d'oxygène.

Taux de sédiments donne une idée sur la quantité de sels inorganiques contenus dans les huiles. Ces derniers étant à l'origine de dépôts d'imbrulés au niveau de chambre de combustion. Plus sa valeur est importante, moins l'huile est de bonne qualité.

-Teneur en eau désigne le pourcentage d'eau contenue dans l'huile. Il est responsable de la corrosion au niveau de la chambre de combustion.

Teneur en phosphore traduit la quantité de phopholipides contenue dans l'huile .Plus elle est élevée, plus il y aura possibilité des dépôts de gommes lors de la combustion dans les moteurs.

Il faut éviter la présence des phospholipides (par un pressage à froid plutôt qu'un procédé industriel à chaud) pour empêcher des dépôts dans le moteur **(Vaitilingom ,1992).**

-Indice de saponification indique la teneur en acides gras (estérifiés et libres) contenue dans l'huile .Une valeur élevée peut orienter cette huile vers la fabrication du savon. C'est aussi un moyen d'évaluer la longueur des chaînes grasses d'une huile. Et d'évaluer la masse molaire (**Kpoviessi, 2004**).

II.7.Critères de spécifications d'huiles végétales comme carburant.

Pour les huiles végétales ils n'existent pas de normes pour son utilisation comme carburant. Cependant on peut trouver dans la littérature des limites qui varient suivant les auteurs mais la spécification la plus utilisé actuellement est la prénorme allemande DIN 51605.

La comparaison de ces spécifications aux caractéristiques physico-chimiques de l'huile donne une idée sur sa qualité comme carburants. Cette prénorme a été établit à partir des propriétés physico-chimiques de l'huile de colza.il donne une valeur maximale et une valeur minimale pour chaque paramètre physico chimique. Les valeurs sont circonscrites dans le tableau suivant. Plus la valeur trouvée se rapproche des spécifications, plus le potentiel comme carburant de l'huile est importante (**Mohamed G Et Al, 2007**).

III. Caractérisation de la plantes *Ricinus communis L*

III.1 Caractéristiques botaniques de la plante *Ricinus communis L*

III. 1.1 Généralités

Le *Ricinus communis* L, ou ricin est un arbrisseau d'origine tropicale de la famille des Euphorbiacées. Actuellement peut être cultivé à n'importe quel endroit du monde

.Le ricin présente des graines en forme d'haricot contenant généralement entre 40 et 60% d'huile. Comparativement aux autres huiles végétales, l'huile de ricin a une très forte proportion d'acides gras insaturés. Dans le monde, le ricin est cultivé sur 12 600 km2 avec une production annuelle de graines de 1,14 Mt et un rendement moyen de semences de 902 kg/ha **(Pierre. Bertrand ,2007).**

III.1.2 Classement taxonomique

Règne : Plantea

Embranchement : Spermaphyte (plante à graine) **(R. Alloune Et Al. 2012).**

Sous-embranchement : Angiosperme (Magnoliophyta : Plantes à fleurs)

Classe : Magnoliopsida

Sous-classe : Rosidae

Ordre : Euphorbiales

Famille : Euphorbiaceae

Genre : Ricinus **(N'guessan et al. 2009)**

Espèce : Ricinus Communis L

III.1.3 Caractéristiques botaniques

Le Ricinus Communis L est un arbuste a rameaux ultimes herbacés ou fistuleux ou arbre, pouvant atteindre 7 m et plus, son feuillage est d'une beauté remarquable, parfois cultive comme plante annuelle très vigoureuse, mais naturellement vivace il possède deux parties:

Une partie aérienne: possédant

- **Une tige** : dressee, robuste, rameuse avec des branches a nœuds visibles et cicatrises annulaires, généralement glauques, parfois vertes ou rouges, un peu fistuleux, bien Unie, ronde, lisse, ramifiée seulement dans le haut **(Couplan et Styner, 2000).**
- **Feuilles**: sont alternes, grandes parfois de plus d'un pied, palmées de 7 à 9 lobes, glabres, vertes glauques, avec une veine médiane de couleur rougeâtre, dentées irrégulièrement, rouge à leur développement, portées par de longs et forts pétioles glanduleux vers leur sommet **(Garcia., 1999).**
- **Fleurs**: sont monoïques, forment de grosses grappes redresses, rameuses; les fleurs males sont situées dans le bas de l'inflorescence, composées d'un calice de cinq pièces sans corolle et de groupes nombreux d'étamines monadelphes verdâtre, comme ramifiées; les fleurs femelles ont seulement trois folioles au calice, et au-dessous de petites écailles ; un ovaire globuleux hérisse, surmonte de trois pistils longs, rouges, hispides **(Maroyi, 2007)**
- **Fruits** : sont des capsules tri coques (forme de 3 lobes) hérissées de pointes et plus ou moins déhiscentes à maturité en saisons sèche. Les capsules renferment généralement 3 graines de couleur marron clair, marron rouge ou gris tacheté de blanc **(Coopman et al. 2009).**

- **Graines** : sont contenues dans chacune des loges du péricarpe, ont presque la forme d'un haricot moyen, sont piriformes, ovoïdes, allongées ou plates, luisantes marbrées de gris rougeâtre et de blanc **(Little et Wordsworth, 1974).**
- **Une partie souterraine** : possédant une racine pivotante puissante a racines latérales marquées.

Photo. 1: Le Ricin en période de maturation

Photo 2. Les graines de *Ricinus communis* L.

III. 2. Caractérisation physiques et chimiques de l'huile de ricin

L'huile de ricin, comme toutes les autres huiles végétales, a différentes propriétés physiques et chimiques qui changent avec la méthode d'extraction. L'huile de ricin pressée au froid a un bas indice d'acidité, la valeur basse d'iode et une valeur légèrement plus élevée de saponification que l'huile extraite par les solvants, et elle est plus léger en couleur

Tableau 1. Propriétés physiques d'huile de ricin **(Akpan et al. 2006).**

Propriétés	**L'huile de ricin**
Aspect	Liquide
Couleur	Ambre
Densité	0,9587
Viscosité à 28 C0	9,42477
Indice de réfraction à 28 C0	1,4686

Tableau2. Propriétés chimiques d'huile de ricin **(Akpan et al. 2006).**

Propriétés	**L'huile de ricin**
Indice de saponification	185,83
Indice d'iode	87,72
Indice d'acidité	1,148

III. 3. Utilisation

L'huile de ricin entre dans la composition de nombreux produits et dans des secteurs très divers :

III. 3.1 Pharmacologie:

C'est sans doute l'application la plus ancienne. En effet, l'huile de ricin est purgatif très puissant, et elle entre dans la composition de nombreux médicaments.

III. 3.2 Cosmétologie:

Les cosmétiques sont généralement élabores à partir d'une base lipidique.L'huile de ricin est largement utilisée pour la fabrication des produits cosmétiques comme le rouge à lèvres.

III. 3.3 Lubrification:

Le pouvoir lubrifiant de l'huile de ricin est excellent et durable dans le temps. Elle permet d'améliorer les performances mécaniques. Toutefois, elle ne présente pas une bonne résistance aux températures élevées **(Polvehe, 1996 ; Alexander et al., 2008)**L'huile de ricin déshydratée, est employée dans l'industrie de peinture et de vernis, la fabrication d'un éventail des produits sophistiques comme les fibres en nylon, lubrifiants démonteur de gicleur, fluides hydrauliques, plastiques, le similicuir, fabrication d'optique défibres, prothèses à l'épreuve des balles en verre et d'os et comme antigel pour des carburants et des lubrifiants utilises dans des fusées d'avion

IV. Production de biodiesel

IV. 1. Le biodiesel

IV. 1.1. Historique

Lors de l'exposition universelle de Paris en 1900, l'un des cinq moteurs diesel exposés fonctionnait à base d'huile d'arachide **(Knothe, 2005)**, et ce fut la première utilisation avérée d'une huile végétale en guise de gazole. Le gouvernement français de l'époque s'intéressait d'ores et déjà à une source d'énergie locale pour ses colonies africaines, comme l'affirmait Rudolf Diesel (1858 − 1913), l'inventeur du moteur qui porte son nom, dans certains de ses écrits. L'idée répandue selon laquelle Diesel avait inventé « son » moteur spécialement pour l'utilisation des huiles végétales en guise de carburant est donc fausse. L'objectif principal de Diesel était de développer un moteur plus efficace, tel qu'il l'avait annoncé dans le premier chapitre de son livre de 1913, intitulé Die Entstehung des Diesel Motors (Emergence du moteur Diesel). En revanche, Diesel a mené des expériences ultérieures en utilisant les huiles végétales en guise de carburant **(Ching et al, 2008).**

IV. 1.2. Considérations environnementales :

Ce qui rend le biodiesel intéressant, c'est sa réduction éventuelle, jusqu'à 80 %, des Gaz à Effet de Serre (GES) émis durant la phase production / traitement de son cycle de vie, en comparaison avec les émissions produites par le pétrodiesel. Également, on signale que les émissions provenant de la combustion du biodiesel sont moins dangereuses pour la santé humaine. On constate une baisse qui atteint jusqu'à 100% d'anhydride sulfureux (dioxyde de soufre), 48% de monoxyde de carbone, 47% de matières particulaires, 67% des hydrocarbures imbrulés et jusqu'à 90% de mutagénicité (Figure 9) **(Dunn, 2003).**

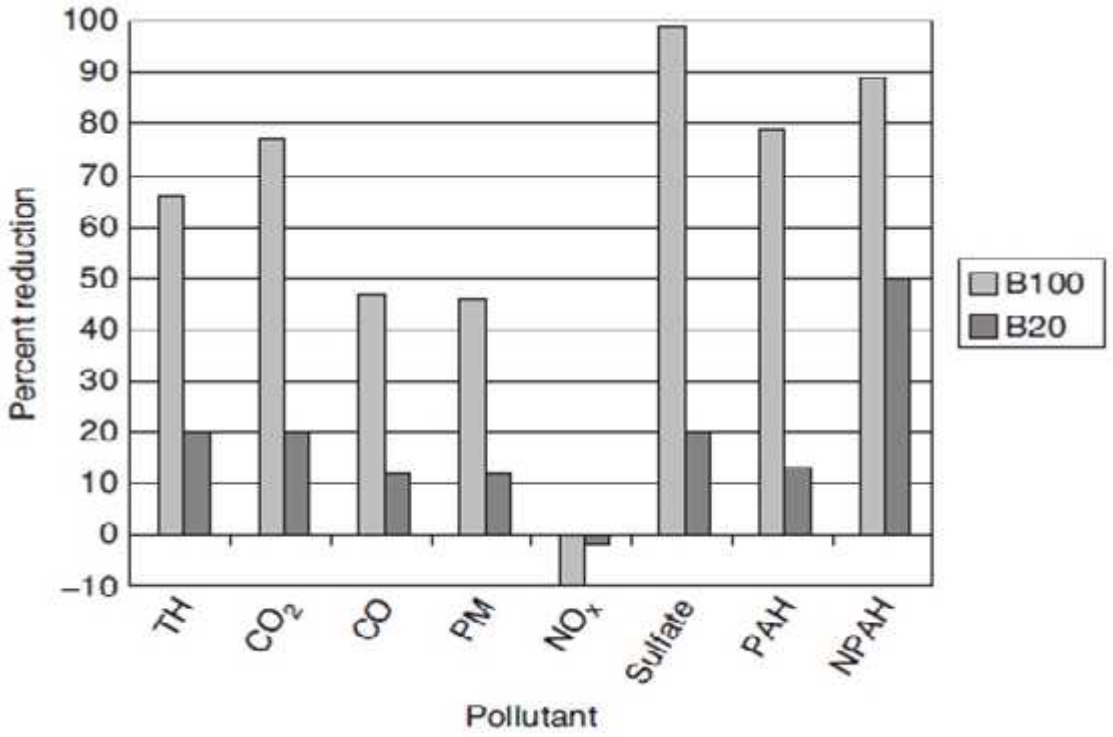

Figure 9 : pourcentage de réduction de l'émission de polluants du diesel (B100) et le mélange de 20% du Biodiesel avec 80% de diesel (B20) **(Mittelbach, 2006)**.
[TH : *hydrocarbures totaux*, CO_2 : *gaz carbonique*, CO : *monoxyde de carbone*, PM : *matières particulaires*, NO_x : *oxydes d'azote*, PAH : *hydrocarbures polycycliques*, NPAH : *nitrates d'hydrocarbures polycycliques*.]

On pourrait dire que la réduction du dioxyde de carbone à 78% revêt une importance majeure, puisqu'il est le principal gaz à effet de serre dans les modèles

climatiques. Il a été démontré que le biodiesel possède une plus haute biodégradabilité par rapport au carburant diesel à basse teneur en soufre. Ils ont aussi prouvé que l'ajout du biodiesel au carburant diesel favorise la biodégradabilité de ces carburants, et rend ce mélange plus attrayant pour l'environnement **(Mittelbach, 2006)**.

IV.1.3. Définition du Biodiesel

Le biodiesel est défini comme étant le mono alkyl ester à longues chaines d'acides gras dérivé à partir de lipides renouvelables, telles que les huiles végétales et les graisses animales, pour utilisation dans l'allumage de moteurs à compression (diesel) **(ASTM, 2002).** On obtient le biodiesel moyennant un processus chimique dit de transestérification à partir d'un mélange d'huiles végétales ou de graisse animale avec un alcool en présence d'un catalyseur. L'huile servant à la production de biodiesel peut provenir de, pratiquement, n'importe quelle oléagineuse. Les plus couramment utilisées au niveau mondial sont le colza en Europe et le soja au Brésil et aux États-Unis d'Amérique. Dans les pays tropicaux et sub-tropicaux, on utilise l'huile de palme, de coprah et de jatropha.

On emploie également de faibles volumes de graisses animales provenant des industries de transformation du poisson et des produits animaux. Du fait que l'on peut produire du biodiesel à partir d'un large éventail d'oléagineuses, les carburants obtenus présentent une plus grande variété de propriétés physiques. Sa teneur en énergie équivaut à 88-95% de celle du diesel, mais il en améliore la lubricité tout en améliorant son indice de cétane, de sorte que les deux carburants se valent. La teneur plus élevée en oxygène du biodiesel favorise une combustion plus complète du carburant, ce qui réduit les émissions dans l'atmosphère de particules polluantes, de monoxyde de carbone et d'hydrocarbures. Comme l'éthanol, le biodiesel a une teneur en soufre négligeable,

ce qui contribue à réduire les émissions d'oxyde de soufre des véhicules **(Caye et al, 2008).**

IV.1.4 Les méthodes de fabrications du biodiésel à partir de l'huile végétale

La possibilité d'employer les huiles végétales comme carburant a été accréditée dès la première utilisation des moteurs diesel. L'huile végétale possède une haute viscosité pour être utilisée dans les moteurs diesel existants, et remplacer immédiatement le mazout.

Il existe plusieurs méthodes visant à réduire la viscosité de l'huile végétale ; la dilution, la micro-émulsification, la pyrolyse, et la transestérification en sont les quatre techniques appliquées. Il faut noter que la dernière méthode, la transestérification en l'occurrence est la plus fréquente, car elle permet d'obtenir des produits bien définis. La transestérification avec du méthanol donne trois molécules d'ester méthylique, et une molécule de glycérol à partir d'une molécule de triglycéride, et de trois molécules de méthanol **(Juliette C et al ,2002)**

IV.1.4.1. Dilution

Les huiles végétales brutes peuvent être utilisées directement ou diluées avec un carburant Diesel pour diminuer la viscosité et ainsi résoudre les problèmes associés à l'utilisation des huiles végétales brutes avec une haute viscosité dans les moteurs à allumage direct. En 1980, Caterpillar Brésil avait utilisé un mélange à 10% d'huile végétale pour maintenir la puissance totale sans pour autant procéder à aucune modification ou ajustement aux moteurs. Un mélange à 20% d'huile végétale et 80% de carburant Diesel fut rapporté comme étant réussi. Une dilution à 25% d'huile de tournesol et 75% de Diesel produit un mélange d'une viscosité acceptable (4,88 mm^2/s) **(Mme Belharrane. N Et Al 2014)**

IV.1.4. 2. Microémulsification

Une autre approche pour diminuer la viscosité des huiles végétales est celle par microémulsification. Les microémulsions sont des fluides isotopiques stables qui contiennent trois phases : Une phase grasse, une phase aqueuse et un surfactant. La phase aqueuse peut contenir des sels ou d'autres ingrédients et la phase grasse peut être constituée d'un mélange complexe de différents hydrocarbures et oléfines. Cette phase ternaire peut améliorer les caractéristiques de jet par la vaporisation explosive des bas constituants d'ébullition dans les micelles. Toutes les microémulsions avec le butanol, l'hexanol et l'octanol peuvent servir à la limitation en termes de viscosité maximum des moteurs Diesel **(Mme BELHARRANE. N et al 2014).**

IV.1.4. 3. Pyrolyse

La pyrolyse est un processus de conversion d'une substance vers une autre au moyen de la chaleur ou à l'aide d'un catalyseur en l'absence d'air ou d'oxygène. La substance utilisée dans la pyrolyse peut être une huile végétale, des graisses animales, des acides gras naturels et des esters méthyliques d'acides gras. L'huile de soja, par exemple, après une décomposition thermique à l'air en utilisant la méthode standard ASTM de distillation. La viscosité du distillée d'huile de soja pyrolysée est de 10,2 mm^2/s à 37,8 °C, cequi est plus élevé que l'intervalle spécifiée par l'ASTM pour les carburants Diesel, bien qu'acceptable au vu d'une viscosité qui reste en-deçà de celle de l'huile de soja **(Touati Lounis ,2013).**

IV.1.4. 4. Transéstérification

La transesterification est une méthode différente des autres et qui a sa particularité d'être simple à manipuler et à moindre coût. Chimiquement elle consiste à ôter la molécule de glycérine des chaînes d'acides gras (huiles de palme, maïs, arachide et coton) et de substituer dans chacune d'elles par une molécule

d'alcool léger. Ce mécanisme de modification des structures des corps gras comprend les étapes suivantes :

a) La réaction

La production du biodiesel nécessite un réactif de type alcool (méthanol ou éthanol) ainsi qu'un catalyseur (l'hydroxyde de potassium ou l'hydroxyde de sodium) pour accélérer la réaction. L'équation de la réaction est sous la forme suivante car dépend de la constitution chimique de l'huile. Le catalyseur est ensuite dissout dans l'alcool à l'aide d'un agitateur. Le mélange (alcool + catalyseur) est ensuite placé dans un réacteur fermé dans lequel on ajoute l'huile. La réaction s'effectue à une température supérieure au point d'ébullition de l'alcool (70°C) afin d'en accélérer la vitesse. Le temps de la réaction varie entre 12h et 24h. **(Touati Lounis, 2013)**

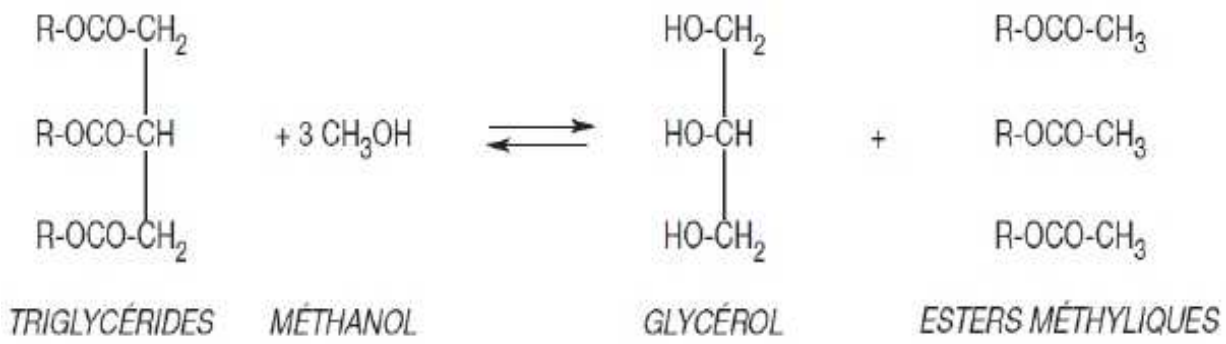

Figure 10 : Réaction de transestérification.

(Touati Lounis, 2013)

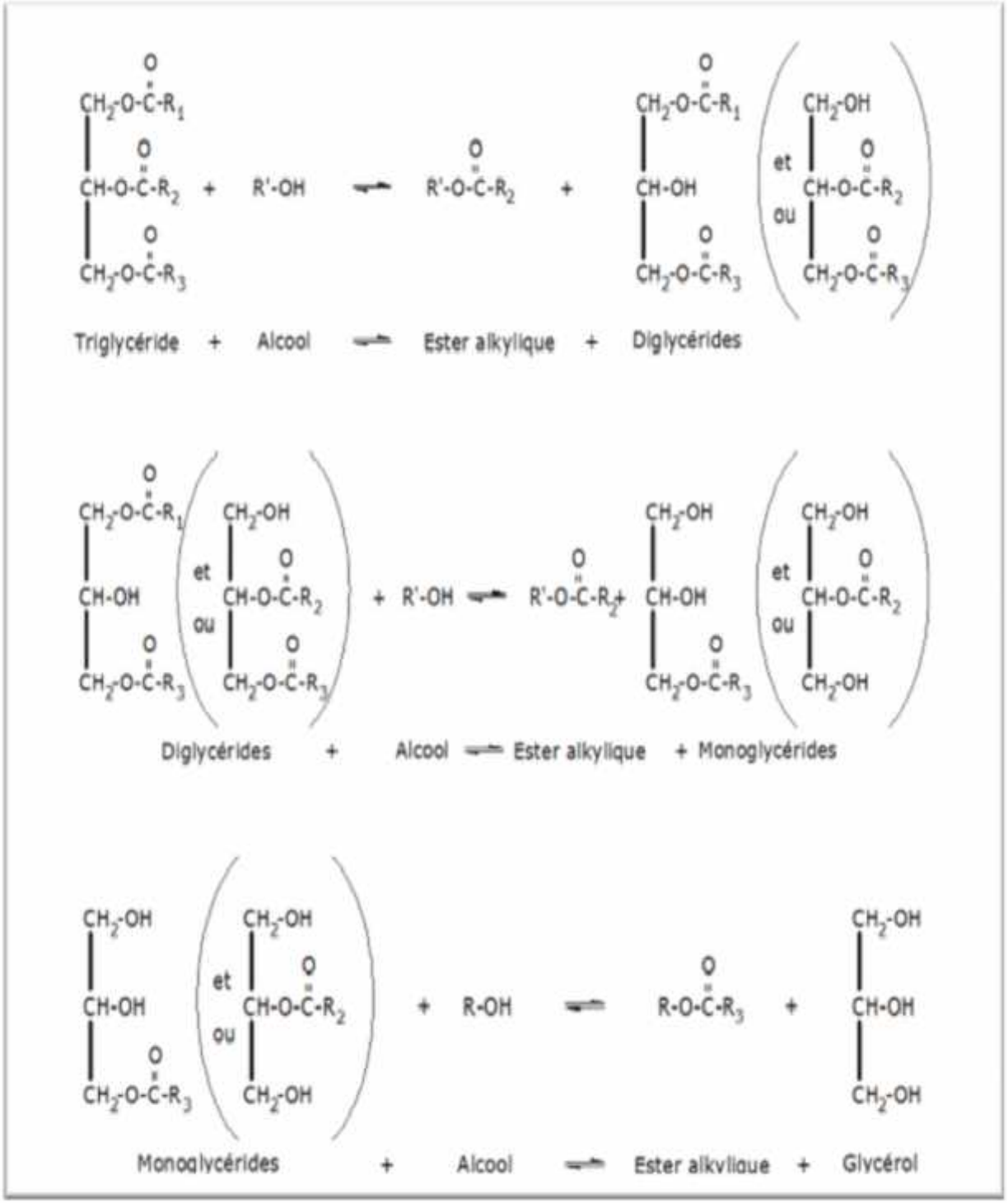

Figure 11 Réactions successives de la transestérification**(Touati Lounis, 2013)**

.

À l'aide du schéma réactionnel présenté dans la figure 7, on visualise bien que la libération du glycérol n'est définitive qu'après les réactions consécutives de transestérification des triglycérides en diglycérides, puis en monoglycérides et la formation de la troisième molécule d'ester méthylique d'acides gras **(Touati Lounis, 2013)**.

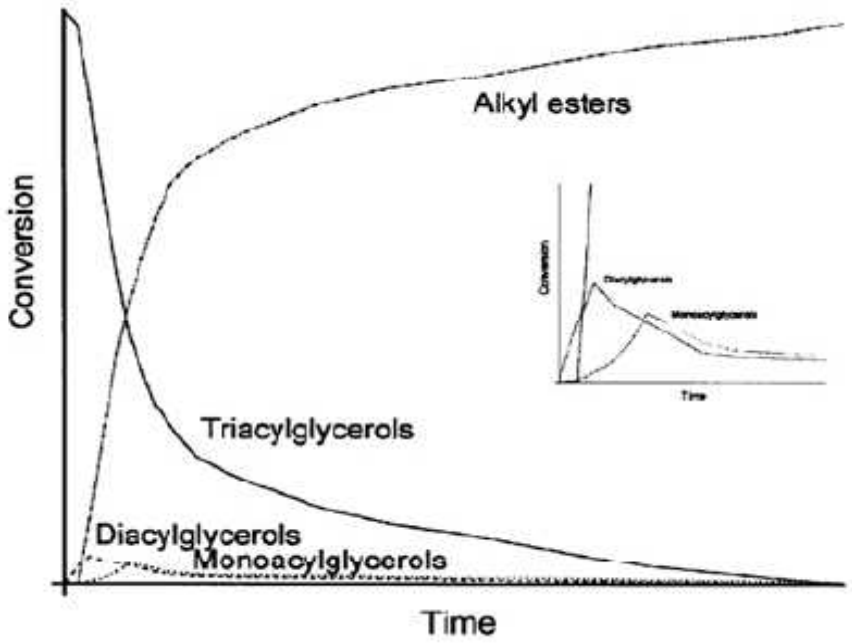

Figure .12 Courbes de conversion des triglycérides en esters méthyliques **(Touati Lounis, 2013)**

La figure 8 nous montre la conversion par transestérification des triglycérides (triacylglycerols) en esters méthyliques (alkyl esters) en passant par les mono et les di glycérides.

b) La séparation

La réaction précédente génère deux nouveaux produits : le glycérol et le biodiesel (ester) auxquels demeure mélangé l'alcool en excès utilisé lors de la réaction. Le glycérol étant plus dense que le biodiesel, les deux phases peuvent être séparées de façon gravitaire en recueillant le glycérol par le bas du réservoir de décantation.

c) La neutralisation du glycérol

Le glycérol à cette étape peut contenir de l'eau, du savon, de l'alcool et des traces de catalyseur non utilisé. Le glycérol est un liquide transparent, visqueux, sirupeux et non toxique qui connaît plusieurs applications : fabrication des produits pharmaceutiques et cosmétiques, alimentation humaine.

d) Lavage du biodiésel

Selon le procédé et l'utilisation finale du biodiesel, il peut être purifié par lavage à l'eau froide ou tiède afin d'éliminer les résidus de catalyseur et les autres impuretés. Le biodiesel ainsi produit est un liquide qui dépend de la couleur de l'huile. Le rendement de la transformation de l'huile en biodiesel avoisine les 100%.

IV.1.4.5 But de la réaction d'estérification

La décomposition thermique d'une huile, qui est un ester de glycérine, en l'absence d'oxygène conduit à la formation de glycérol et du mélange d'esters. L'objectif d'une telle étude est l'utilisation des esters obtenus comme carburant diesel. L'étude conduit en même temps à :

- L'élimination totale de la glycérine
- La diminution du point d'ébullition de l'huile
- La diminution du point éclair de l'huile
- L'utilisation de la glycérine dans l'industrie chimique
- L'utilisation des sous-produits dans l'industrie du savon et des détergents.
- La diminution de la viscosité de l'huile.

IV.2.Procèdes industriels de transesterification

IV.2.1 Procédé discontinu

L'huile et le méthanol sont introduits dans un réacteur équipé d'un système d'agitation, dont le contenu est porté à une température de 45 à 85 °C, sous une pression absolue maximum de 2,5 bar, avant d'ajouter la solution catalytique. Le temps de séjour est d'environ une heure pour atteindre l'équilibre thermodynamique de la réaction. Les esters méthyliques sont séparés de la glycérine dans un décanteur statique avant d'être introduits dans un deuxième réacteur agité où sont effectuées deux étapes de lavage à l'eau qui permettent d'éliminer les sels et la glycérine résiduelle. Selon les technologies, le catalyseur choisis, et l'acidité de la matière première, les rendements massiques en esters méthyliques par rapport à l'huile varient de 98,5 à 99,4 %. Une étape ultérieure de glycérolyse des acides gras pourrait avantageusement augmenter ces rendements. **(Maroyi A., 2007).**

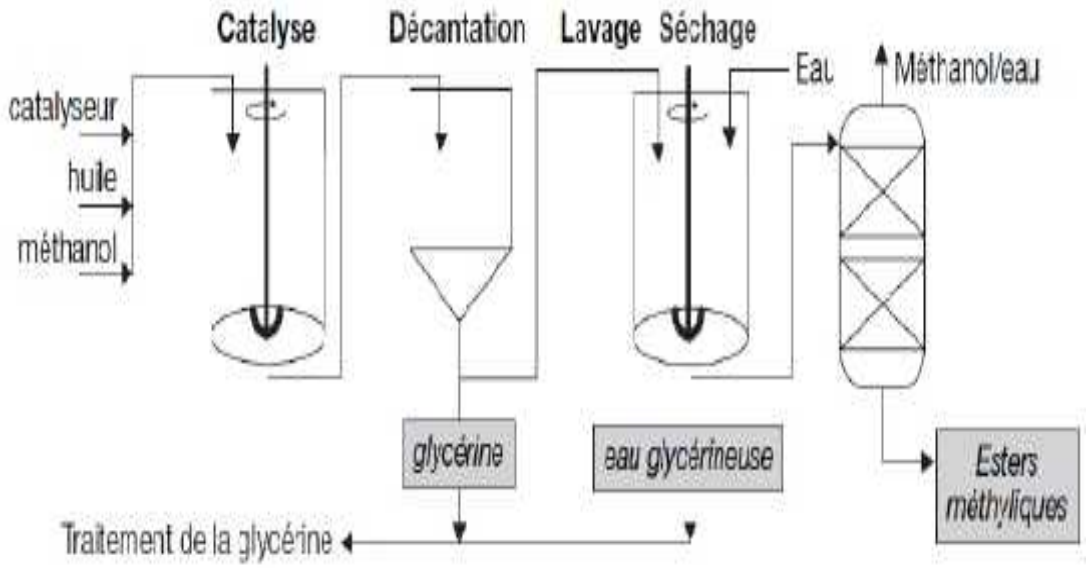

Figure 13 : Schéma de principe d'un procédé en discontinu (Procédé Esterfip –Licence IFP **(Maroyi A., 2007)**

IV.2.2 Procédé continu

La réaction de transestérification est généralement effectuée dans deux réacteurs en série, de même capacité, avec des temps de séjour optimisés permettant d'obtenir un taux maximum de conversion et une qualité d'esters répondant le mieux possible aux spécifications imposées aux esters carburants. Cette qualité est encore améliorée par lavage à l'eau à contre-courant qui élimine les traces de catalyseur, de glycérine et de méthanol. Enfin, le séchage de l'ester est effectué sous pression réduite entre 40 et 60 mbar à 140 °C **(Maroyi A., 2007).**

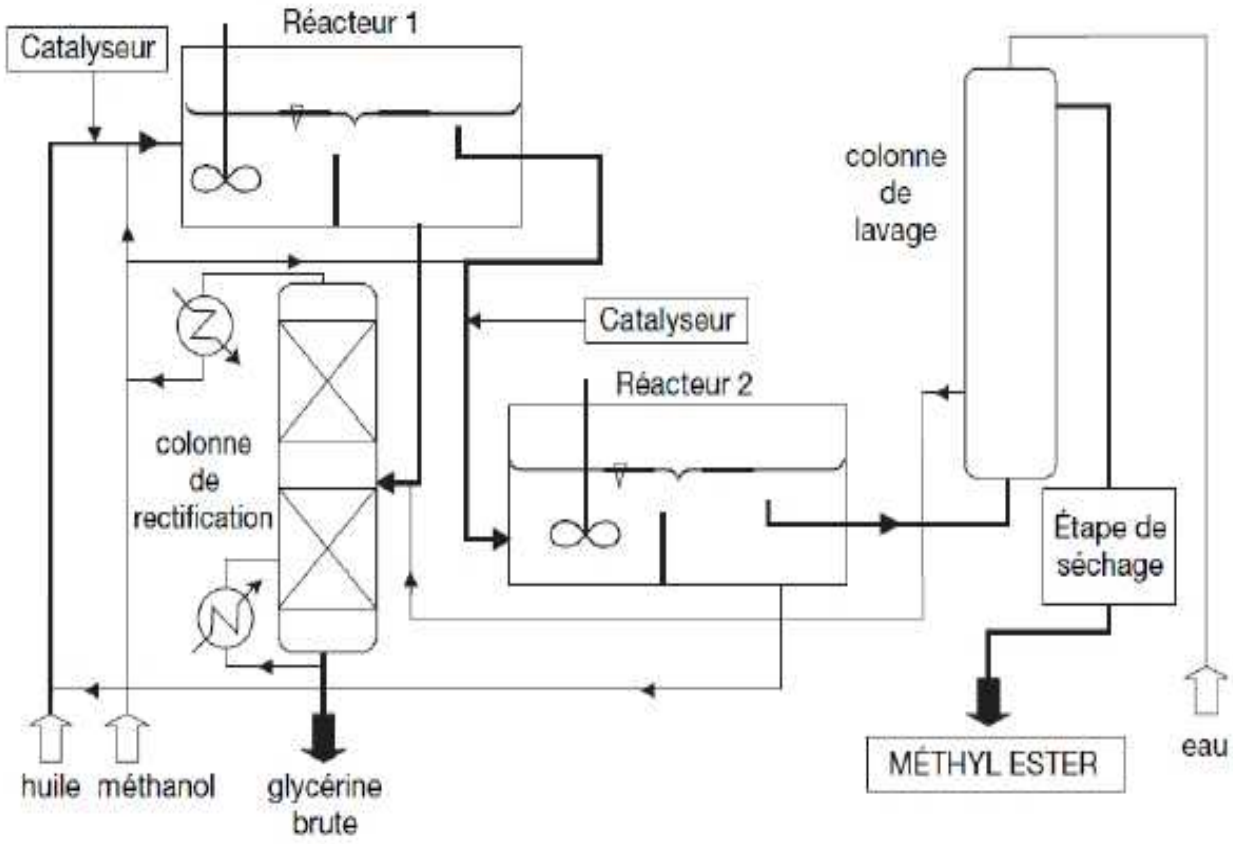

Figure 14: Schéma de principe d'un procédé continu de production d'EMHV (procédé proposé par la Société Lurgi) **(Maroyi A., 2007).**

Partie expérimentale

I. Matériels et méthodes

I.1 Matériel végétal

I.1.1 Le choix de la plante végétale

Nous avons choisi La plante de *Ricinus communis* L pour la production de biodiesel à la base des critères suivants :

- La disponibilité de la plante (elle peut être cultivée à n'importe quel endroit du monde) ;
- Sa croissance végétale est très rapide et résiste aux conditions rudes de température et au stress hydrique;
- Le taux élève en matières graisse (40-60 %) ;
- Le ricin est une plante non alimentaire (pas de concurrence avec la culture alimentaire).

I.1.2 Le lieu de prélèvement des graines (*Ricinus communis L)*

Les graines de *Ricinus communis L* sont récoltées au mois de Juillet- Aout, période de maturation des graines, dans de la cité de CHABKA située au voisinage de la zone industrielle d'ADRAR (Photo.3)

Photo 3. La plante de *Ricinus communis* L, en période de maturation des graines.

I.2. Méthodes d'analyses

Les expériences réalisées se résument comme suit :

1- Détermination de quelques paramètres des grains de ricin

2- Extraction et caractérisation de l'huile de ricin

3- Obtention et caractérisation du biodiesel à partir de l'huile de ricin.

I.2.1 Détermination de quelques paramètres des grains de ricin

a. Détermination de la teneur en eau (NF V 03-921)

La teneur en eau est déterminée sur une partie aliquote de 1 g d'échantillon broyé étalé dans une capsule en porcelaine à une température de 103 ± 2 °C jusqu'à poids constant.

La teneur en eau est calculée selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{(M_1 - M_2)}{P} \cdot 100$$

Où

M1 : est la masse de capsule + matière fraîche avant étuvage

M2 : est la Masse de l'ensemble après étuvage

P : est la prise d'essai.

La teneur en matière sèche peut être déterminée par :

Matière sèche % = 100 – H %

b. Détermination de la teneur en matière grasse (NF EN ISO 734-1, 2000)

Principe

Le principe consiste à effectuer une extraction par un solvant organique à l'aide de dispositif Soxhlet d'une capacité de 250 ml. La farine est épuisée en matière grasse par le passage des solvants. On estime qu'une extraction est totale au bout de 6 heures.

Une fois l'extraction terminée les solvants sont éliminés à l'aide d'un Rota vapor.

Cette extraction repose sur le principe suivant : les composés apolaires comme les corps gras sont insolubles dans les composés polaires comme l'eau, mais solubles dans les solvants apolaires tels que l'hexane. Le point d'évaporation de l'hexane étant inférieur à celui des matières grasses à extraire, il est donc très facile de les séparer par chauffage.

Mode opératoire

- Peser 10 g de farine.
- Introduire l'échantillon dans une cartouche en cellulose qui est perméable au solvant et la couvrir avec du coton.
- Mettre la cartouche dans l'appareil extracteur de "Soxhlet". Ce dernier est muni d'un réfrigérant par le haut, d'un ballon et d'un chauffe ballon par le bas.
- Verser la quantité nécessaire de solvant (150 ml d'hexane).
- Conduire le chauffage dans des conditions telles que le débit du reflux soit au moins de 3 gouttes à la seconde.
- Le solvant va s'évaporer puis réfrigéré, et le liquide tombe sur la substance à épuiser d'une façon à ce que la cartouche soit immergée. Lorsque la partie intermédiaire est suffisamment remplie de solvant, le siphon s'amorce et le solvant contenant la substance à extraire retourne dans le ballon chargé en lipides.
- Après la durée nécessaire (pendant 6 heures), on récupère la cartouche, d'une part, et le solvant et l'extrait, d'autre part.
- La solution obtenue est passée dans le Rota vapor pour chasser par distillation la majeure partie du solvant, ce qui permet de récupérer les lipides seuls (la température d'ébullition des lipides est plus élevée que celle de l'hexane qui s'évapore le premier).
- Eliminer les dernières traces du solvant en chauffant le ballon pendant 20 mn à 103°C.
- Peser le ballon.

Expression des résultats

La teneur en matière grasse est déterminée selon la formule suivante :

$$MG\ \% = \frac{(P_2 - P_1)}{P_3}.100$$

Soit

P1 : Poids du ballon vide (g).

P2 : Poids du ballon avec l'huile extraite (g).

P3 : Masse de la prise d'essai (g).

c. Teneur en cendres (AFNOR V 03-922).

On entend par "cendres brutes" le résidu obtenu après incinération à 550°C±15°C

.

. Principe

Incinération du produit à 550 ±15°C dans un four à moufle à chauffage électrique jusqu'à masse pratiquement constante.

. Expression des résultats

Le pourcentage en masse de cendres brutes est exprimé par la formule suivante :

$$\text{Teneur en cendre}\ \ \%\,\text{MS} = -\frac{m2 - m0}{m1 - m0} * 100$$

m_0: masse en grammes de la capsule d'incinération.

m_1: masse en gramme de la capsule d'incinération chargée de la prise d'essai.

m_2:masse en gramme de la capsule d'incinération chargée des cendres.

d. La teneur en protéines brutes (AFNOR V 18-100).

. Principe

La méthode utilisée est la méthode KJELDAHL consistant en :

- La minéralisation de la matière organique par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur approprié.
- L'alcalinisation des produits de la réaction.
- La distillation et titrage de l'ammoniac libéré

I.2.2 Protocole d'extraction de l'huile de *Ricinus communis* L

I.2.2.1 Traitement des graines

•**Dégagement** Les fruits de la plante sont des débarrassées des impuretés par les mains.

• **Séchage** Les fruits nettoyés sont disposés au soleil, jusqu'à l'ouverture des péricarpes. Les graines sont séchées au soleil puis dans une étuve à 60° C pendant 7 heures pour réduire au maximum leur humidité. Apres chaque séchage dans l'étuve, on pesé les graines.

Photo 4. Séchage solaire des fruits

Photo 5. Séchage des graines dans l'étuve

• Décorticage

Les graines obtenues à partir des capsules, sont couvertes d'une couche dure mais fine et facile à décortiquer à la main. Le concassage est réalisé manuellement.

Photo 6 .Décorticage des graines de ricin

•Broyage

Cette opération est réalisée juste avant l'extraction par un broyeur. On obtient ainsi un substrat pâteux.

Photo 7. Broyage des graines de ricin

I.1.2.2 L'extraction d'huile de ricin.

- L'extraction a été faite par un Soxhlet d'une capacité de 250 ml.
- La durée d'extraction est de 6 heures ; Le solvant utilisé est l'hexane.
- La séparation de la matière grasse et de l'hexane est assuré par un Rota vapeur.

Photo 8. L'extraction de l'huile de ricin par Soxhlet

Photo 9. Séparation de l'huile de ricin par le Rota vapeur.

Photo 10. Huile extraire à partir de ricin

I.1.2.3 Caractérisation de l'huile de ricin

La caractérisation de l'huile extraite a porté sur la détermination des paramètres suivants : l'indice d'acide, l'indice de saponification, l'indice de réfraction, la viscosité, la densité

a. Paramètres physiques

-La densité (AFNOR T 60 214)

On appelle densité (ou poids spécifique, masse volumique) le rapport du poids d'un certain volume du corps gras à la température T, au poids d'un même volume d'eau à une température de 4°C pour notre échantillon. La masse volumique renseigne sur le groupe auquel appartient une huile. Il est à noter que la densité doit être toujours inférieure à 1; elle est en fonction non seulement de l'instauration mais aussi de l'oxydation ou de polymérisation (densité augmente avec l'accroissement de celles-ci).

a. Principe

Le principe est basé sur la mesure de la masse, à température ambiante, d'un volume de corps gras contenu dans le pycnomètre préalablement étalonné à la même température. Elle est exprimée en gramme par ml ou en kilogramme par litre.

Photo 11. Pycnomètre rempli d'huile de ricin.

b. Expression des résultats

La densité est donnée par la formule suivante (Wolf, 1968).

$$d = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1}$$

P1: poids en gramme du pycnomètre vide.

P2: poids en gramme du pycnomètre rempli d'eau distillée.

P3: poids en gramme du pycnomètre rempli d'huile.

-Indice de Réfraction (AFNOR T 60 212).

C'est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide, à une longueur d'onde définie, à la vitesse de propagation dans la substance. La longueur d'onde choisie est celle de la moyenne des raies D du sodium.

a. Principe

Les mesures sont effectuées au réfractomètre d'ABBE, à une température de 20°C, la méthode suivie est celle décrite dans la norme **AFNOR T 60-212**.

b. Mode opératoire

- Laver les prismes du réfractomètre à l'éther de pétrole.
- Les essuyé avec un chiffon propre très doux.
- Verser alors entre les prismes 2 à 3 gouttes d'huile.
- Déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule.
- Lire l'indice de réfraction de l'huile à T°C=20°C.

Photo 12. Réfractomètre

-Détermination de la viscosité

La méthode utilisée est la norme européenne ISO 3104 Octobre 1994.

Il caractérise la résistance à l'écoulement de l'huile. On mesure le temps d'écoulement par gravité d'une fraction d'huile à travers un viscosimètre à capillaire contenue dans un bain à une température donnée.

Le principe est simple on pompe l'huile jusqu'à une certaine hauteur définie de la colonne .Puis on laisse couler tout en déclenchant le chronomètre .Ce dernier est arrêté dès que l'huile atteint une autre hauteur moindre .La valeur de la viscosité à une température donnée est donnée par la formule suivante

V= CT, C peut être défini comme étant la constante du viscosimètre directement liée à sa capillarité et T est le temps au bout duquel l'huile traverse la colonne.

La viscosité de l'huile de ricin a été mesuré au niveau du laboratoire de (SORALCHIN ,2015).à 40 ^{0}C

b. Paramètres chimique

- Indice d' acide (AFNOR T60 204).

L'indice d'acide est défini comme étant le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser l'acidité de 1 gramme d'huile. La détermination de l'acidité de l'huile extraite est une mesure qui a souvent une très grande importance commerciale. Elle se fait sur l'huile séchée et pesée.

a. Principe

On dissout une prise d'essai dans l'éthanol, portée au voisinage de l'ébullition et préalablement neutralisée par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium à (0,1N) en présence de phénolphtaléine, on titre les acides gras libres à l'aide de la même solution éthanolique.

b. Mode opératoire

Dans une fiole conique de 250 ml, peser 2g d'huile. Dissoudre la prise d'essai dans 100 ml environ du mélange à parts égales d'éthanol et de diéthyléther préalablement neutralisé.

Titrer en agitant, avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0.1 N jusqu'à coloration rose de la phénophtaléine persistant pendant au moins 10 secondes (Wolf ,1969. AFNOR ,1981).

c. Expression des résultats

L'indice d'acide est donné par la relation :

$$\mathbf{IA = (V \times 56.1 \times N) / P}$$

V : désigne le volume de potasse employé.

N : la normalité de la solution.

P : la masse de la prise d'essai.

- Indice de saponification (AFNOR T60 206)

Définition

La méthode utilisée est normalisée (NF T 60-206, 1990). L'indice de saponification est la quantité de potasse nécessaire (nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium) pour transformer en savons les acides gras libres ou estérifiés présents dans une huile, elle dépend de la longueur moyenne des chaînes grasses des acides la composant. Elle est d'autant plus grande que les chaînes sont plus courtes. La détermination de cette quantité est donc un moyen d'évaluer la

longueur des chaînes grasses d'une huile ou d'une graisse. Si cette huile contient en quantité notable des constituants insaponifiables (hydrocarbures, alcools, stérols…), leur présence se traduira par une diminution significative de la quantité de potasse nécessaire à la saponification. Cette méthode est donc une première approche de la détermination de la structure des huiles.

Mode opératoire

On pèse, à 5mg près, environ 2g d'échantillon pour essai dans un ballon rôdé. On ajoute à la prise d'essai 25 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium et quelques pierres ponces, et on fait bouillir doucement au reflux, en agitant de temps en temps, pendant 60mn, on ajoute à la solution, chaude, 1ml de la solution de phénolphtaléine (solution à 10g/L dans l'éthanol à 95% (v/v) et on titre avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (Hcl = 0,5mol/L) jusqu'à ce que la couleur rose de l'indicateur disparaisse. Un essai à blanc est effectué parallèlement en suivant le même mode opératoire. Deux essais sont effectués sur le même échantillon pour essai. Calcul et Expression des résultats

L'indice de saponification Is est donné par la formule :

$$\mathbf{Is = [(Vo\text{-}V1)\ xCx56,\ 1]/m}$$

Où

V_o : est le volume, en ml de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc

V_1 : est le volume, en ml de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour la détermination

C : est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée

M : est la masse, en gramme, de la prise d'essai.

Le résultat donné avec une décimale est la moyenne arithmétique des deux déterminations.

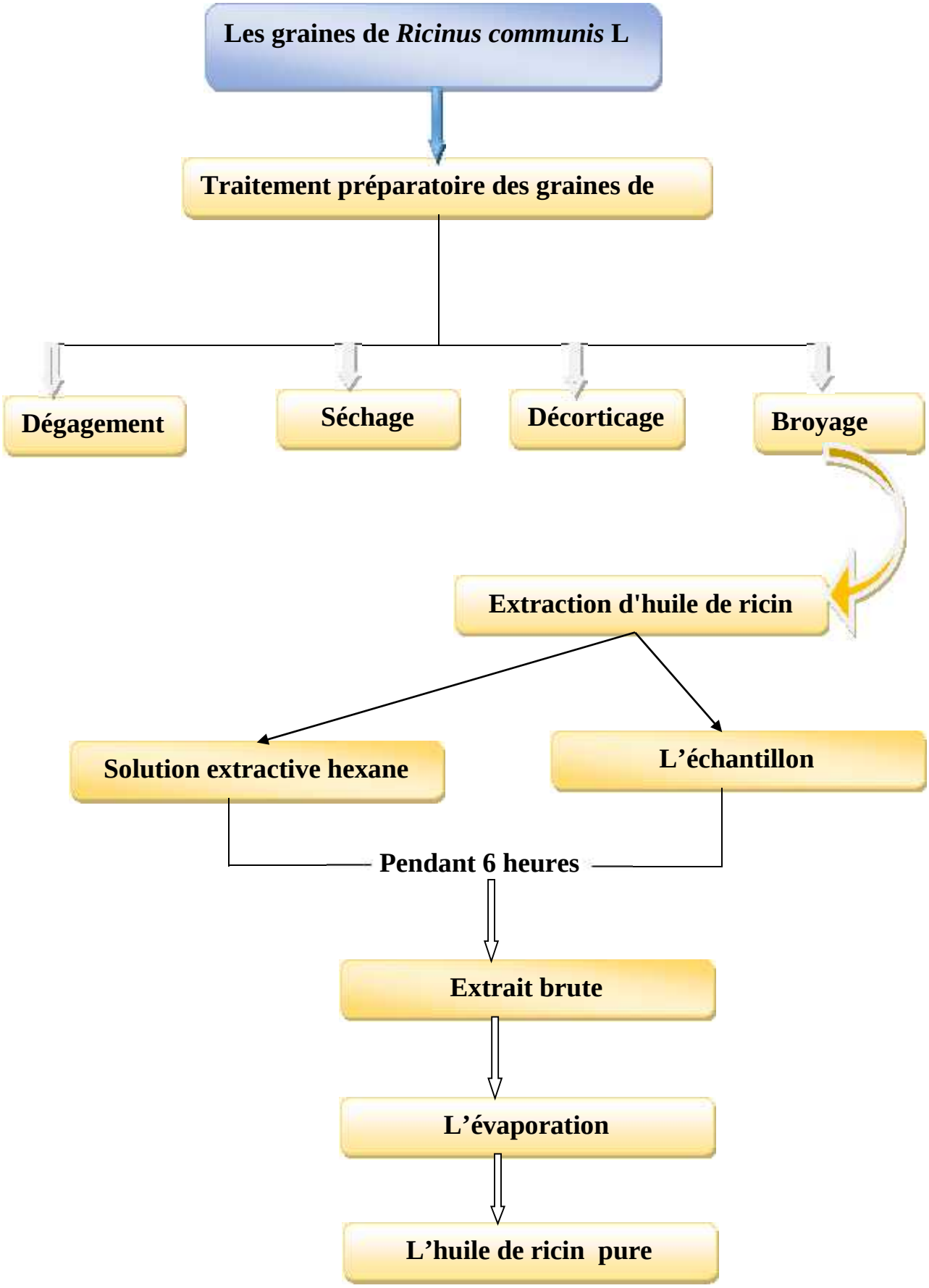

Figure 15. Schéma d'extraction d'huile de ricin des graines de *Ricinus communis* L

I.1.2.3 Protocole de synthèse de biodiesel

La synthèse de biodiesel comporte les étapes suivantes:

-La réaction

A l'aide d'une balance numérique, nous avons pesé 150g d'huile de ricin dans un erlenmeyer de 250 ml. Par la suite, nous l'avons chauffée dans un bain marie sous une température réglée à 60 °C pendant une durée de 2 heures. Apres avoir pesé 1.5 g de soude caustique et 42 g de méthanol à l'aide de la balance numérique, nous avons mélangé les réactifs dans un erlenmeyer de 100ml. Ensuite nous avons agité ce mélange jusqu'à la dissolution complète de la soude à l'aide d'un agitateur magnétique.

Photo 12. La réaction de transestérifcation

- Agitation des réactifs

Après que les deux heures soient épuisées, nous avons enlevé l'huile du bain marie ensuite nous avons versé le mélange (méthanol + soude) dans l'erlenmeyer contenant l'huile de ricin et nous avons agité avec un agitateur magnétique de nouveau le mélange obtenu pendant 2 heures.

- Fin d'agitation

Après 2heures d'agitation, nous avons versé le mélange dans une ampoule de décantation ; puis nous avons laissé reposer pendant 24 heures pour que la séparation s'effectue.

-Séparation des produits

Après une journée de repos, nous observons une séparation du mélange contenu dans l'ampoule décantation. Ceci est preuve que la séparation a généré deux nouveaux produits : le glycérol et le biodiesel. La glycérine étant plus dense que le biodiesel se retrouve au fond de l'ampoule de décantation et sera recueilli par le bas de l'ampoule.

Photo 13. Séparation des phases

-Rinçage de l'ester obtenu

L'ester obtenu doit être lavé pour éliminer l'excès d'alcool et de catalyseur. On place le biodiesel dans une ampoule à décanter et on verse lentement l'eau pour le rinçage (environs 100ml). Cette étape se réalise délicatement, elle demande beaucoup de précaution avec moins d'agitation possible en effet, la

moindre agitation peut provoquer des émulsions qui affectent négativement le rendement de la synthèse. Ainsi, la décantation continue à nouveau jusqu'à 24 heures environs, ensuite, on récupère le biodiesel. L'alcool et le catalyseur résiduel se dissolvent dans la phase aqueuse.

-La distillation

Apres on fait une distillation pour éliminer l'excès d'eau et méthanol dans le biodiesel et obtenir le biodiesel pur (voir la photo).

Photo 15. Biodiesel produit à partir d'huile de ricin

I.1.2.4 Caractérisation du biodiesel obtenu :

Le processus de caractérisation du biodiesel est réalisé dans laboratoire des analyses des carburants de raffinerie de SBAA ADRAR (SORALCHIN).

Les analyses ont porté sur la détermination des paramètres suivants :

- La densité
- La viscosité
- La distillation
- La teneur en soufre
- Le Point d'éclair
- L'indice de cétane
- Le rendement de la production de biodiesel
- Le point d'écoulement.

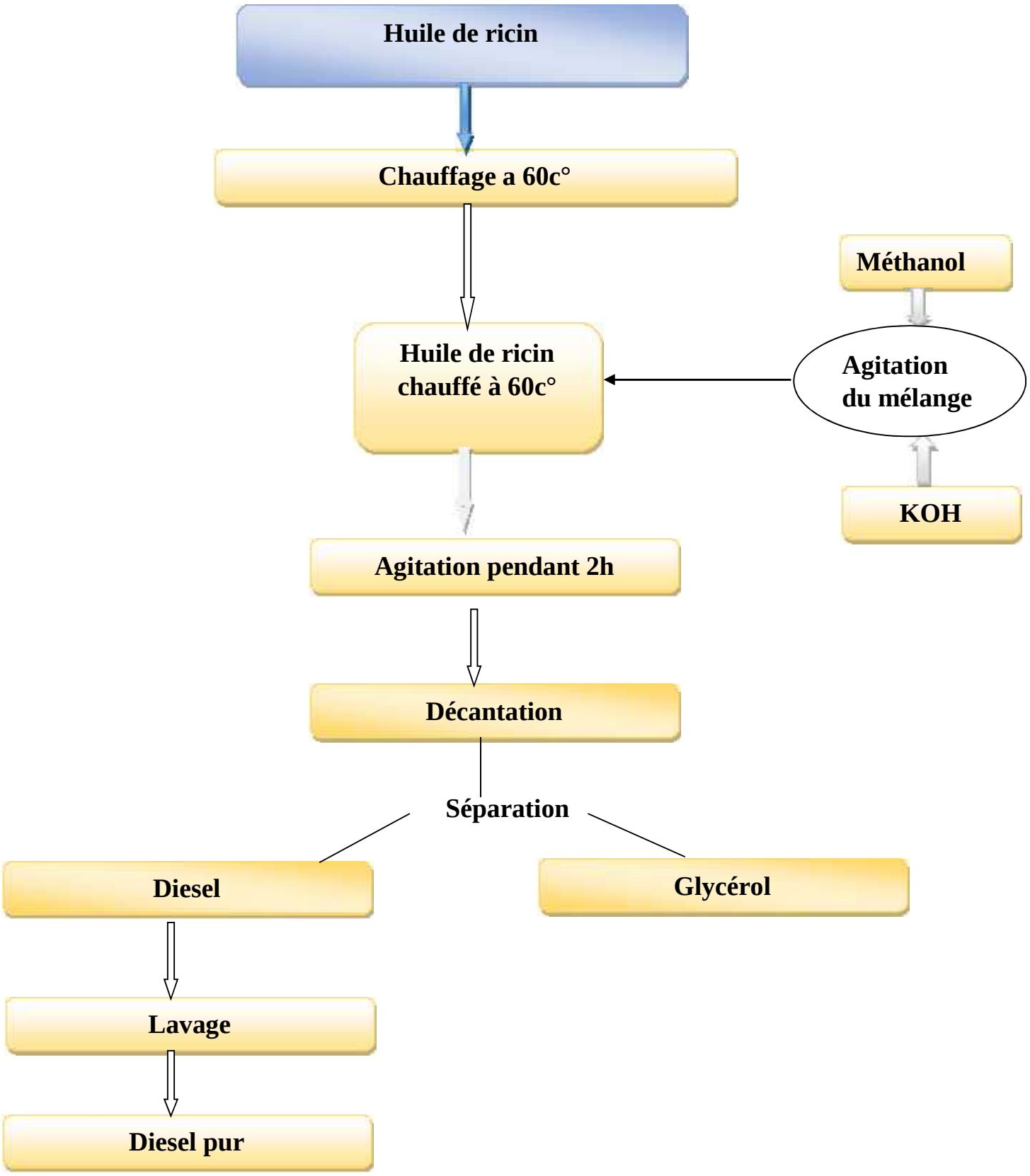

Figure 16: Schéma de production de biodiesel

Résultats et discussion

II. Résultats et discussion

II.1 Composition biochimique de la graine de ricin

Tableau N°04: Composition biochimique de La graine de *Ricinus communis L*

Composition biochimique de la graine	Teneur en % de matière sèche
Humidité	5,74
Cendre	2.88
Protéine	17
Matière grasse	55,37

Les graines oléagineuses conventionnelles présentent généralement des teneurs en eau variant entre 3 à 9 % selon l'espèce et la variété. La teneur en eau des graines de ricin est de 5.74 %. Cette valeur relativement faible permet d'abaisser l'activité de l'eau qui est responsable des réactions d'altération et d'assurer un bon stockage des graines.

Des études ont montré que lorsqu'on diminue la teneur en eau on obtient un meilleur rendement en huile **(Ben Aldjia et al, 2005)**.

Le pourcentage élevé en matière grasse trouvé dans les graines de ricin fait de cette dernière un important potentiel dans les industries des huiles. Ce pourcentage excède celui de certaines graines oléagineuses conventionnelles tel que le pistachier (42.26 %). **(R. Alloune et al.)**

Les graines de ricin, sont très riches en huile (55% en poids de la graine décortiquée).

Les résultats obtenus concernant le taux de matière graisse sont en concordance avec d'autres auteurs qui donnés un rendement en huile 53%. **(Rhiad Alloune et al, 2013**).

L'analyse de la composition biochimique de la graine de ricin a révélé une teneur relativement importante en protéines de l'ordre de 17 %, tandis que le contenu en cendres est de 2.88 %.

II.2 Analyse physico-chimique de l'huile de ricin :

-Densité

La densité de l'huile est mesurée à une température de 20°C. Toutes les précautions ont été prises pour mesurer précisément la densité à cette température

La densité trouvée pour notre huile de ricin est de **0,938**.

La mesure de la densité, à cette température (20°C), nous a permis de comparer nos résultats avec d'autres auteurs qui donnent une valeur de la densité de l'huile de ricin autour de **0,9453 (R. Alloune et al. 2012).**

L'huile de ricin possède une densité un peu supérieur aux densités d'autres huiles réunies dans le tableau n°5.

Tableau n°5 : Densités de quelques huiles végétales

Huiles végétales	**Densité à 20°C**
Ricin	**0.938**
Tournesol	0,920
Maïs	0,919
Argan	0,917
Olive	0,910
Coloquinte	0,909

. Indice de réfraction

L'indice de réfraction « R »des huiles varie en fonction de leurs instaurations. Il croît avec le degré d'instauration des acides gras contenus dans les matières grasses.

En fonction de l'indice de réfraction, on peut classer les corps gras en deux groupes **(Adrian et al. 1998):**

- Les graisses lauriques végétales : dont l'indice de réfraction est compris entre R = 1,448 et R = 1,458.
- Les huiles végétales dont l'indice de réfraction est compris entre R =1,468 et R = 1,490.

Dans notre cas, l'indice de réfraction mesurée de l'huile de ricin est de **R = 1,477**

Cette valeur est en accord avec d'autres auteurs qui donnent une valeur de l'indice de réfraction de l'huile de ricin autour de R = 1,473 **(R. Alloune et al. 2012)**
A titre comparatif, on donne les indices de réfractions de quelques huiles végétales (voir tableau n°6) :

On remarque L'huile de ricin possède un indice de réfraction proche de celui de l'huile de coloquinte.

Tableau n°6 : Indices de réfraction de quelques huiles

Différentes huiles	**Indice de réfraction**
Ricin	**1,477**
Olive	1,466-1,468
Tournesol	1,472
Argan	1,4711
Coloquinte	1,474
Sésame	1,470

. L'indice d'acide

L'indice d'acide est la masse de potasse (en %) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres du corps gras. Il indique le degré d'altération des esters (essentiellement des triglycérides) présents dans le corps gras.

L'indice d'acide de l'huile de ricin est de **0.8976**.

Nos résultats est proche avec d'autres auteurs qui donnent une valeur de l'indice d'acide de l'huile de ricin **0.901 (R. Alloune et al, 2013).**

. Indice de saponification

L'indice de saponification est en relation avec la longueur des acides gras constituants de l'huile.

La valeur de l'indice de saponification trouvée dans cette étude est de l'ordre de 182,325 (mg de KOH /g d'huile).L'indice de saponification de l'huile de ricin est proche de celui de l'huile d'olive qui varie entre 184 à 196 mg de KOH/g d'huile. **(Mr Touati Lounis.2013).**

.La viscosité

La viscosité de notre huile de ricin a été mesurée selon la méthode (ASTM D445) ; dans laboratoire de raffinerie de SBAA ADRAR (SORALCHIN ,2015).à $40C^0$.

La viscosité des huiles végétales est nettement plus élevée que celle du gasoil à température ambiante, elle est généralement 10 fois plus visqueuse que le carburant diesel conventionnel à 40 °C et 30 fois plus visqueuse à 0 °C. De ce fait, il est impératif de réduire la viscosité à une valeur très proche de celle du gasoil qui est de l'ordre de 6 mm2/s à 40 °C. La viscosité est une caractéristique importante des carburants, celle-ci dépend fortement de la température et influx directement sur le fonctionnement du système d'injection surtout aux basses températures.

La viscosité de l'huile de ricin est de **230.5** mm^2/s

On remarque que la viscosité de notre huile de ricin supérieur en comparaison avec d'autres auteurs qui donnent une valeur de la viscosité de l'huile de ricin 185 mm^2/s à $40C^{0.}$ **(R. Alloune et al. 2013).**

II.3 Caractérisation du biodiesel obtenu :

La comparaison des résultats obtenus avec ceux de la littérature scientifique est une opération importante car elle consiste à se cadrer dans les normes de la recherche. De ce fait, lors de la fabrication de notre biodiésel, nous avons été

confrontés à certains points remarquables à savoir le temps de la réaction et la phase de la séparation entre le biodiésel et l'eau.

II.3.1 Le rendement de la production de biodiesel :

Selon HUAYANG et.al [17] et d'autres articles, le rendement de la réaction se calcule par la formule suivante :

$$\text{Rendement de biodiésel } \mathbf{R} = \frac{m\ ester}{m\ huile} x100$$

Le biodiesel obtenue par la réaction de transésterificaion, (qui consiste à ajouter à l'huile de ricin et de méthanol) avec un taux de conversion de **91,01**% .Nos résultats est supérieure on comparaison aux autres résultats qui trouve un rendement de conversion de 70%. **(Rhiad A, al. 2013)**

II.3.2 La distillation de biodiesel

La distillation de notre produit a été réalisée par la méthode (ASTM D 86) au niveau de laboratoire de **SORALCHIN.** L'opération consiste a distillé 100 ml de biodiésel. Ce même procédé est répéter pour les déférents hydrocarbures (kérosène ; gasoil lourd ; gasoil léger et gasoil FCC). Les résultats figures dans les courbes ci-dessous.

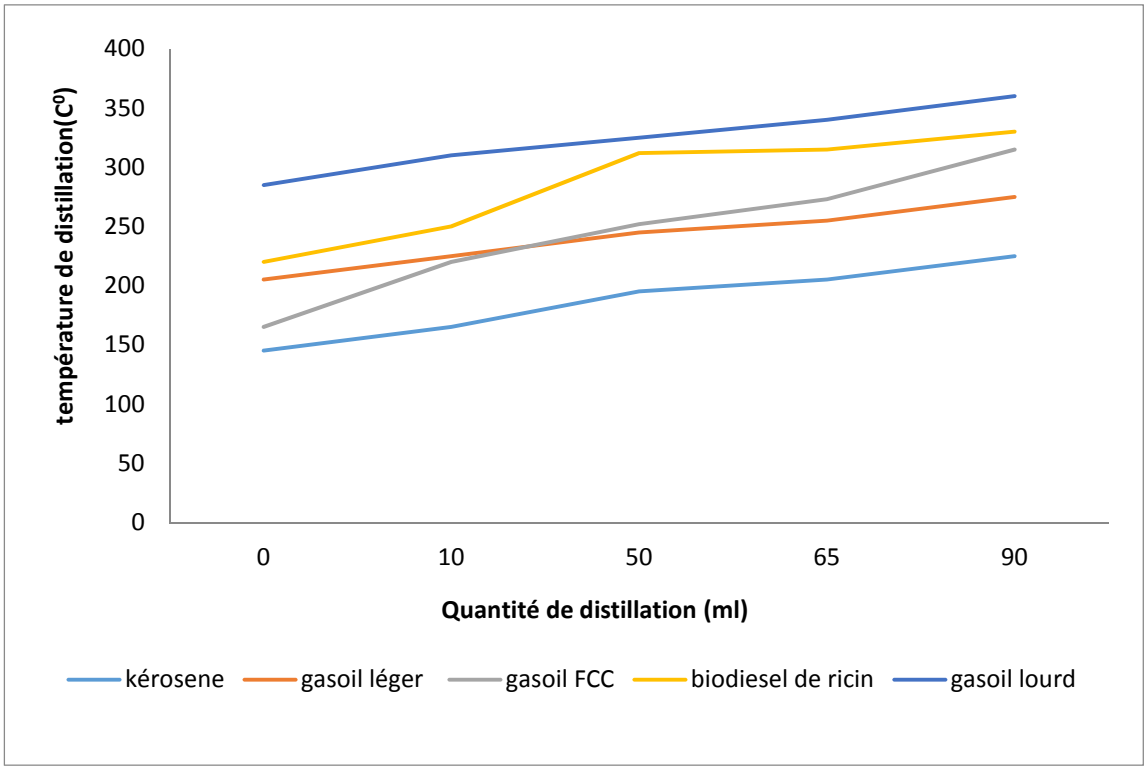

Figure17. : La distillation de biodiesel et différents hydro carburantes

Le résultat reporte sur la figure montre que la limite de la distillation de biodiesel de ricin est à 330 C^0 à cette température le taux de distillation est de 90% et au de la de 330C^0 le biodiesel se dégrade.

Cette courbe montre aussi que ce biodiesel est composé d'un mélange car la courbe de distillation plusieurs palies (n'est linéaire).

Au de la 312C^0 la courbe change de pente à un taux de distillation de 50% la courbe devient presque stable.

Au-dessous de 220C^0 ; il n'y a eu aucune fraction distillée .ce résultat montre que le biodiesel ne contient pas d'eau.

En comparant le biodiesel avec les autres hydro carburants ; on peut dire que notre produit se situe entre le gasoil lourd et le gasoil léger (SORALCHIN ,2015).

La densité :

La densité a été mesurée selon la méthode (ASTM D4052) à L'aide d'un densimètre de type DNA4500.

Après la transestirification La densité de l'huile de ricin 0,938 diminue à 0,908. Cette dernière reste supérieure aux densités de kérosène 0. 780 ; gasoil léger 0.830 et gasoil lourd 0.860 ; mais elle est très proche de celle du gasoil FCC qui présente une densité 0.90. (La densité de diesel commercial est 0.810-0.860 (SORALCHIN ,2015).

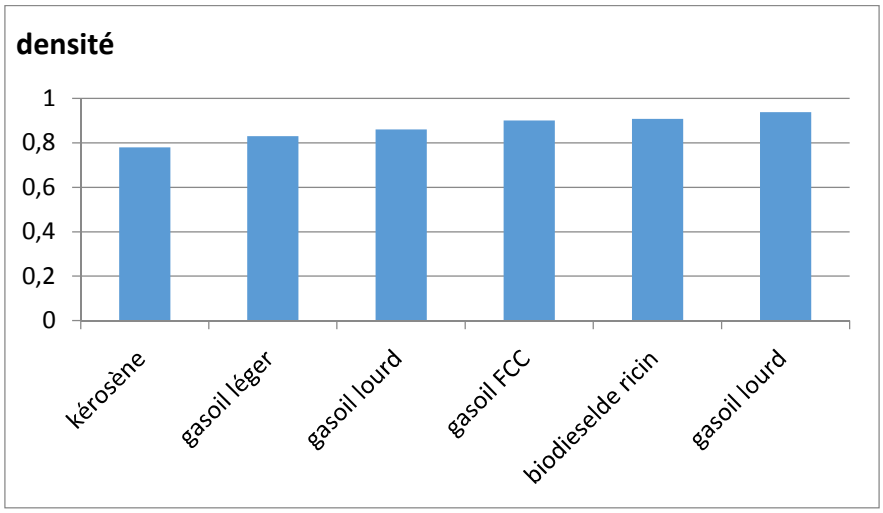

figure18: histogramme de différente densité de carburant

L'indice de cétane :

Caractérise l'aptitude à l'auto-inflammation des carburants diesel Cette caractéristique est très importante car elle influence directement le bon fonctionnement de la combustion et le délai d'inflammation (évalué la capacité d'une carburant à s'enflammer).

L'indice de cétane de biodiesel de ricin a été mesuré par la méthode de distillation au niveau de laboratoire de SORALCHIN, la valeur obtenue est de 36.05, cette valeur est inférieure à celle de diésel commercial (48) mais elle est supérieur a l'indice de cétane de gasoil FCC.

Il est possible d'améliorer l'indice de cétane de biodiesel de ricin par mélange avec d'autres carburants. (SORALCIHN ,2015)

La teneur en soufre :

Le soufre a été mesuré par la méthode (ASTM D4294) par rayon x.

Le dioxyde de soufre provient principalement de la combustion des combustibles fossiles. A certaines concentrations, il peut provoquer des irritations oculaires, cutanées et respiratoires.

Notre biodiesel contient 165ppm de soufre ; cette valeur est inferieur cinq fois à celle du diesel commercial qui contient 700ppm. (SORALCHIN ,2015).

Le point d'écoulement :

Le point d'écoulement a été mesuré selon la méthode (ASTM D97)

Le point d'écoulement est la température à laquelle la paraffine du carburant se cristallise à tel point que le carburant se congèle et ne s'écoule plus.

Le point d'écoulement de notre biodiesel est de -33 ^{0}C ; cette valeur est inférieur à celui du point d'écoulement de diesel commercial national qui varier selon le climat - 15°C en hiver et -7°C en été. (SORALCHIN ; 2015).

Le point d'éclair

Le point d'éclair est la température à laquelle les substances volatiles sont produites à un rythme qui leur permet d'être enflammées au contact d'une source de chaleur : flamme, étincelle. Si l'on retire la source de chaleur, l'inflammation s'arrête mais pas pour entretenir la combustion. Le point d'éclair pour le biodiesel de l'huile de ricin a été déterminé selon la méthode ASTM D93, sa valeur est 130 °C. Cette dernière est en accord avec la norme de biodiesel qui supérieur à celle de diesel commercial qui compris entre 59 et 96 °C.

Tableau N°07: analyses physico-chimique de biodiésel et différents carburants

	Biodiesel de ricin	kérosène	Gasoil léger	Gasoil lourd	Gasoil FCC
Indice de cétane	39.05	40-50	47-50	50-60	20-30
La viscosité (mm^2/s)	12.902	-	-	-	-
La densité	0.908	0.780	0.830-0.840	0.860	0.90
Point de flash (C^0)	40	32-45	-	-	60-70
Point d'écoulement(C^0)	-33	-		-	-
La teneur en soufre (ppm)	165	-	-	-	-

Conclusion :

Le ricin est une plante énergétique et non comestible. Il pousse très bien dans les zones arides et semi-arides, résiste aux conditions rudes de température et au stress hydrique. L'analyse biochimique de la graine de cette plante a donné les résultats suivants : une teneur en humidité de 5,74 %, 2.88 % de cendres, 17 % de protéines, 55 % de matières grasses, Ces teneurs sont conformes à celles signalées dans la bibliographie comparés à d'autres espèces d'oléagineuse.

La teneur relativement faible en humidité permet d'abaisser l'activité de l'eau et d'assurer un bon stockage des graines.

L'huile de ricin extraite présente des caractéristiques physico-chimiques très satisfaisantes, et correspondent aux normes en vue d'une utilisation entant que carburant, sauf pour la viscosité qui reste importante, celle-ci peut diminuer en subissant une réaction de trans-estérification.

Les esters méthyliques d'huile végétales EMHV obtenus par la réaction de transestérification présentent un rendement de 91% dans les conditions opératoire (température de réaction 60^0C et un rapport alcool/huile 42/150 v/v)

Les propriétés physiques et chimiques de biodiesel de ricin sont intéressantes sauf pour l'indice de cétane qui inferieur au norme de diesel commercial aussi la viscosité qui est supérieur au norme .on peut améliorer les deux caractéristiques par mélange de notre produit avec d'autre carburants, il est à noter que cette opération se réalise aux niveaux de laboratoire de SORALCHIN on mélangeant (kérosène 7.37% - gasoil léger 37.82% - gasoil lourd 27.56% - gasoil FCC27.24%) dans le but d'avoir un carburant qui répond aux norme national.

Il sera mieux d'agrandir notre échelle à l'échelle industrielle pour satisfaire au besoin de production de biodiesel au niveau local et national.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- **Akintayo, 2004.** Characterization and composition of parkia biglobosa and jatropha curcas oils and cakes .Bioressource technology
- **Apria, 1969.** Utilisation des déchets végétaux. Ass. Prom. Ind. Agr. Ed Paris., pp. 115-139.
- **ASTM International 2002**. Standard specification for biodiesel fuel— Blend Stock (B100) for distillate fuels, http://www.astm.org.
- **Ballerini Daniel, 2006.** les Biocarburants état des lieux, perspectives et enjeux du développement,IFP publications, Editions TECHNIP
- **Baranowsky Et Al,2001 .**Use of Domestic Minerals for Vegetable Oil Bleaching master of science
- **Bruwer ET Coll, 1980.** Use of raw vegetable oils as diesel fuel replacements
- **Campbell, E.J, 1983.** Sunflower Oil, J. Am. Oil Chem. Soc., 60: 387-392
- **Caye. M. Drapcho., Nghiem Phu Nhuan., Terry. H. Walker, 2008.** biofuels engineering process technology, McGraw-Hill
  Chapman and Hall P 25-4
- **Chimi H. Rahmani, Cillard J, Cillard P, 1990 .** Auto-Oxydation Des Huiles D'olives : Rôle Des Composes Phénoliques
- **Ching. T.Hou., Jei-Fu**,**2003.**Shaw, Biocatalysis and Bioenergy, wiley, 2008. **Dunn Robert**, biodiesel as a locomotive fuel in canada, rapport (TP 14106E) du Centre de développement des transports au Canada,.
- **Colonna Pau,2006.** la chimie verte, Edition TEC et DOC**Conneman, 1994** production biodiesel of waste oil
- **Coopman, V., Marc, D. L., Cordonnier, J., Werner, J,2009**. Suicidal death after injection of a castor bean extracts (*Ricinus co*mmunis L.). Forensic Sci. Internatl.189:e13–e20.
- **Couplan, F., Styner, E, 1994.** Guides des plantes sauvages: comestibles et toxiques (1994), Paris, pp.: 367-368.
- **Culot, 2006,** Les Biocarburants En Afrique .Les Rapports Icdes, P 25
- **Débat, Cirad, Juin 2006.**PERSPECTIVES D'UTILISATION DES HVP (HORS CARBURANT**) ;**
- **Dubreuil A, 2008.**Les biocarburants au cœur de la polémique Crutzen, atelier Changement Climatique.
  F.D. (Ed.), Lipid Technologies and Applications, Marcel Dekker, Inc, New York
- **Garciâa, J. J.G, 1999.** Pollinosis to Ricinus communis (castor bean): an aerobiological, clinical and immunochemical study. Clin. Experim. Allerg.
- **Gustone, Harwood, Padley, 1986**. The Lipid Handbook, London New York
- **Haidara ,1996.** Valorisation Huile Tropicale : Huile De Jatropha Québec
- **Hamad Berna, 2001.** Transestérification des huiles végétales par l'éthanol en conditions douces par catalyses hétérogènes acide et basique" thèse de Doctorat,
- **Isobe, S., Zuber, F., Uemura K., Noguchi, A, 1992**.A new twin-screw press design for oil extraction of dehulled sunflower seeds, J. Am. Oil Chem. Soc., 69

- **Johnson, L.A., Lusas, E.W, 1983**, Comparison of alternative solvents for oils extractions, J. Am. Oil Chem.
- **Juliette C.**, **Benoît D., Carole D., Sophie F., Sébastien G., Sabine H., Ludovic R.,Kadambi , K., Dabral, S.N,1955.** The silviculture of Ricinus communis L. Ind. Forester. 53-58.
- **Karleskind , Gibbon Et Triviaux, 1998.** Chromatographic analysis of unsaponifiable compounds of olive oils and fat-containing foods
- **Karleskind, A., Wolff, J.P, 1992.** Manuel des corps gras, Lavoisier tec & doc, paris
- **Kirk-Othmer, 1992**. Encyclopedia of chemical technology Vol. 10, John Wiley and Sons, New York
- **Knothe Gerhard., Jon Van Gerpen., Jürgen Krahl**, **2005**.The Biodiesel Handbook, edition AOCS Press,
- **Kpoviessi, 2004.** Jatropha Curcas Propriétés Physico-chimiques Et Composition De L'huile Non Conventionnelle De Pourghére De Différentes Régions Du Benin
- **Lagnika, L, 2005.** Etude phytochimique et activité biologique de substances naturelles isolées de plantes béninoises. Thèse doctorat .Université Louis Pasteur, Strasbourg.
- **Little, E.L., Woodbury, R. Wadsworth, F.H,1974.** Trees of Puerto Rico and the Virgin Islands. Agriculture Handbook. 449. U.S. Depart. Agricul. Forest. Serv. Washington, DC. 2.
- **Maroyi, A, 2007.** Ricinus communis L. In: van der Vossen, H.A.M. & Mkamilo, G.S. (Editeurs). PROTA 14: Vegetable oils/Oleagineux. PROTA, Wageningen, Pays Bas.
- **Marty, 2005.** De la graine au pot d'échappement ; les huiles végétales un carburant vert.
- **Matthieu V., Dorothée V, 2002.** Les corps Gras : Entre tradition et Modernité.
- **Meyer, 2004** : huile végétale, le carburant renouvelable pour un marché de niche
- **Mittelbach. M., Remschmidt. C, 2006**. Biodiesel: the comprehensive handbook.3e éd. Publié par Martin Mittelbach, institute of chemistry Karl-Franzens-University Graz, Graz, Autriche,
- **Mme BELHARRANE née BOUMAZA Wahiiba, 2014**. contribution à l'étude de cortège floristique ricinus comminus mémoire magister Tlemcen
- **Mohamed Gargouri Et Al, 2007.** voie de la lipoxygénase : valorisation des
- **Mouhamadou Lamine Cisse,2010.** Caracterisation d'huiles vegetales brutes issuesd'oleagineux de l'afrique de l'ouest comme Carburant .mémoire magiter.
- **Ndiaye Doudou, 2007.**le monde dans l'ère des biocarburants, définition, enjeux et facteurs de succès pour l'Afrique, AGROVISION No 4,.
- **N'guessan, K., Kouassi Konan, E ., Kouadio, K, 2007.**Ethnobotanical Study of Plants Used to Treat Diabetes, in Traditional Medicine, by Abbey and Krobou People of Agboville (Côte-d'Ivoire). Amer Sci Res. 4: 45-58.
- **Pierre, Bertrand,2004.** Huile végétale un vrai biocarburant
- **Poitrat. E, 2005.** les biocarburants en France et en Europe (ADEM), Lyon, Pourghére comme carburant en milieu rural
- **Proctor, A., Bowen, D.J, 1996**, Ambient-temperature extraction of rice bran oil with hexane and isopropanol, J. Am. Oil Chem. Soc., 73
- **Quick Et Cull, 1980.** Presence of opportunistic oil-degrading microorganisms operating at the initial steps of oil extraction and handling

- **R. Alloune Et Al,2012.**Etudes comparatives de deux plantes oléagineuses locales pour la production du biodiesel en Algérie ; Revue des Energies Renouvelables SIENR'12 Ghardaïa (2012) 19 – 22.
- **Rhiad Alloune, Abdelkrim Liazid, Mohand Tazerout, 2013.** Valorisation énergétique de l'huile de ricin pour la production du biodiesel dans les zones arides et semi-arides en Algérie JITH 2013 Maroc.
- **Scragg Alan.H, 2009.bio** fuels Production, application and développement, CAB International,
- **Snape, J.B., Nakajima, M, 1996.** Processing of agricultural fats and oils using membrane technology, journal of food engineering, 30: 1-41 spécial biocarburants, juillet 2007.
- **Touati Lounis, 2013.**Valorisation des grignons d'olive Etude de cas: Essai de valorisation en Biocarburant magister.
- **Vaitilingom ,1992.** Utilisation de l'huile de Pourghére comme carburant en milieu rural africain Antony, CIRAD-CEEMAT p21
- **Vaitilingom, 1986 .**Proposition d'opération : utilisation de l'huile de
- **Williams, M.A, 1997**. Extraction of Lipids from Natural Sources, dans Gustone,
- **Xiaohu, Kalman Bjorn, Redelius Per, 2008**. A new test method for determination of wax content in crude oils, residues and bitumens

Résume :

Durant les trois dernières décennies, le biodiesel a connu un développement remarquable, c'est un carburant obtenu à partir des huiles végétales ou de graisse animal, présentent l'avantage d'être renouvelables moins polluant (diminution des gaz effet de serre), et réduit la dépendance énergétiques pays importateur du pétrole dans ce mémoire, nous nous sommes intéresses a la production d'un combustible à base de l'huile de ricin comme plante sauvage et non alimentaire. L'huile de ricin extraire par la méthode du soxhlet avec un rendement 55%.

La production du biodiesel est obtenue par la réaction de transesterification, (qui consiste à ajouter à l'huile de l'éthanol ou du méthanol) avec un taux de conversion 91% les propriétés physico-chimique déterminées sont très intéressantes et proche de celle du diesel sauf la viscosité qu'est supérieur aux normes nationale qui peut être corrigé en mélangeant notre biodiesel avec d'autre carburant, pour constituer un substitut au carburant diesel .

Mots clés : Plante spontanée, huile de ricin, extraction, trasesterfication, biodiesel

الملخص:

خلال العقود الثلاثة الماضية، شهد وقود الديزل الحيوي تطورا ملحوظا، وهو وقود يتم الحصول عليه من الزيوت النباتية، والتي تتميز بكونها تقلل من التلوث(تقليل غازات الاحتباس الحراري)، كما ان انتاج الديزل الحيوي يؤدي إلى التقليل من الاعتماد على الطاقة الأحفورية للبلدان المستوردة للنفط.

في هذه المذكرة قمنا بإنتاج وقود الديزل الحيوي انطلاقا من زيت الخروع باعتباره من النباتات البرية والغير غذائية. حيث قمنا باستخراج زيت الخروع بطريقة "سو كسليت" وتم الحصول على مردود معتبر يقدر 55٪ من الزيت الخام.

يتم الحصول على إنتاج وقود الديزل الحيوي عن طريق تفاعل ألا سترة (التي تتمثل بإضافة الإيثانول أو الميثانول الى الزيت) وتم الحصول على نسبة تحويل تقدرب91٪

يتميز الديزل الحيوي المحصل عليه بخصائص فيزيائية وكيميائية قريبة من معايير الديزل الوطنية باستثناء اللزوجة التي هي أعلى بقليل والتي يمكن تصحيحها عن طريق مزج وقود الديزل الحيوي مع وقود أخر.

الكلمات المفتاحية: النباتات البرية، زيت الخروع، الاستخلاص، الاسترة، الديزل الحيوي