



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



Université Ahmed Draïa Adrar
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département des Sciences de la matière

Mémoire pour l'obtention du diplôme de Master

Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie de l'environnement

Intitulé

**PRODUCTION DE BIODIESEL À PARTIR
DE L'HUILE DE COTON Au sud-ouest de
l'Algérie**

Soutenu publiquement le 11/10/2020

Présenté par :

BOULGHITI Oumar

HACHEMI Abdelmalek

Devant le jury :

Président : M^r. BOULAL Ahmed

D^r. Univ. Adrar

Promoteur: M^r. KALLOUM Slimane

P^r. Univ. Adrar

Co- Promoteur: M^r. KHELAFI Mostefa

M^r. URER/MS. Adrar

Examineur : M^r. BAKACH Younes

D^r. Univ. Adrar

Année Universitaire : 2019/2020



Dédicaces

Je dédie ce travail ...

A ma très chère mère.

A mon très cher père.

A mes frères et mes sœurs, chacun à son nom.

A toute ma famille.

A tous mes professeurs.

A tous mes amis.

A mon binôme dans ce travail Hachemi Abdelmalek .

Boulghiti Oumar

Dédicaces

Grâce à Allah, le Tout-Puissant

Je dédie ce travail :

À L'esprit de mon père et ma mère ... que Dieu ait pitié d'eux.

À mes frères et mes sœurs.

À mon cher ami qui a partagé ce travail : Boulghiti oumar.

À tous la famille : Hachemi .

À tous les amis.

À Toutes personnes que j'aime.

Hachemi Abdelmalek

REMERCIEMENTS

Nous remercions le Dieu qui nous a donné le courage et la patience jusqu'au bout de nos études.

Ce travail a été réalisé au laboratoire de l'Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien d'Adrar

Nous remercions vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail en particulier :

Mr. Kalloum Professeur à l'université d'Adrar pour avoir accepté de nous encadrer et de nous diriger, qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude.

Un grand merci à **Mr. Khelafi**, attaché de recherche d'Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien pour l'encadrement et tous ce qu'il nous a fait.

Tous les chercheurs (es) et laborantins (es) de l'URERMS pour leur aide, et l'équipe de laboratoire de l'université d'Adrar.

Sans oublier, Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à toutes les liseuses de chimie de l'environnement « promotion 2020 ».

Sommaire

Liste des tableaux	I
Liste des photos	II
Listes des figures	III
Liste des abréviations	V
Résumé	VII
Abstract	VIII
ملخص	IX
Introduction générale	01
Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)	
I.1. Définition des biocarburants	03
I.1.1. Les différentes générations de biocarburants	03
I.1.1.1. Biocarburants de première génération.....	03
I.1.1.1.1. Filière huile.....	03
I.1.1.1.2. Filière alcool	04
I.1.1.1.3. Filière gaz	05
I.1.1.1.4. La filière charbon de bois ou biocarburant solide	05
I.1.1.2. Biocarburants de deuxième génération	06
I.1.1.2.1. La filière biochimique (Voie biochimique)	06

I.1.1.2.2. La filière thermochimique	06
I. 1.1.3. Biocarburants de troisième génération	07
I.2. Les avantages et inconvénients des biocarburants	08
I.3. Généralité sur le biodiesel	09
I.3.1. Définition de biodiesel	09
I.3.2. Les caractéristiques physico-chimiques principales de biodiesel	09
I.3.3. L'utilisation du biodiesel	11
I.3.4. Méthodes de production de biodiesel	12
I.3.4.1. Synthèse de biodiesel par la méthode de transestérification	13
I.4. La transestérification	14
I.4.1. Historique	14
I.4.2. Réactions de transestérification	14
I.4.3. Mécanisme de la réaction de transestérification	15
I.4.4. Les facteurs influençant de la réaction de transestérification.	16
I.4.5. Type du catalyseur	16
I.4.6. But de la réaction d'estérification.....	18

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

II.1. Historique	20
II.2. Définition.....	20
II.3. Régions de culture des plantes oléagineuses.....	21

II.4. Composition chimique des huiles végétales.....	22
II.4.1. La fraction saponifiable.....	22
II.4.2. La fraction insaponifiable.....	24
II.5. Les caractéristique des huiles végétales	25
II.5.1. Propriétés physiques.....	25
II.5.2. Propriétés chimiques	27
II.6. Les utilisations des huiles végétales	27
II.6.1. Les utilisations des huiles végétales comme biocarburant	28
II.6.2. Les utilisations d'ordre alimentaires.....	28
II.6.3. Les autres utilisations industrielles.....	29
II.7. Technologie de fabrication des huiles.....	29
II.7.1. Principes généraux de la trituration.....	29
II.7.2. Procédé extraction des huiles.....	30
II.7.2.1. Extraction par la presse.....	30
II.7.2.2. L'extraction par solvant.....	32
II.7.2.2.1. Propriétés du solvant d'extraction idéal.....	33
II.7.3. Le raffinage des huiles.....	34
II. 8. Le coton	34
II. 8.1. Généralités sur le coton.....	34
II.8. 2. Conditions climatiques de la coton.....	35
II.8. 3. Structure de la grain de coton.....	36

II.8.3.1. La description morphologique de coton.....	36
II.8.3.2. La récolte.....	37
II.8.3.3. Description du produit récolté.....	38
II.8.4. Traitements des graines de coton.....	40
II.8.5. Composition chimique des co-produits de la graine de coton.....	42
II.8.5.1. Composition chimique des tourteaux de coton.....	42
II.8.5.2. Composition chimique de l'huile de coton.....	42
II.8.6. Utilisations des graines de coton.....	44
II.8.6.1. Utilisation de l'huile de coton carburant.....	44

Chapitre III : Matériels et méthodes

III.1. Extraction de l'huile des graines de coton.....	46
III.1.1. Préparation de l'échantillon.....	47
III.2. Procédés d'extraction.....	48
III.2.1. Extraction par solvant (Soxhlet).....	48
III.3. Paramètres physico-chimiques.....	50
III.3.1. Paramètres chimiques.....	50
III.3.2. Paramètres physiques.....	53
III.4. Spectroscopie infrarouge (FTIR).....	55
III.4.1. Principe de la technique.....	55
III.4.2. Spectre infrarouge.....	56
III.5. La transestérification.....	57

III.5.1. Protocole de synthèse de biodiesel	57
III.5.1.1. Synthèse de biodiesel	57
III.5.1.2. Matériels et les produits utilisés	58
III.5.1.3. Calculs de la quantité des réactifs	58
III.5.1.4. Les étapes de synthèse de biodiesel	60
III.5.2. Calcule le rendement de biodiesel	62
III.5.3. Caractérisation du biodiesel obtenu	62
 Chapitre IV : Résultats et discussion	
IV.1. Calcule le rendement d'huile de coton	64
IV.2. Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de coton.....	65
IV.3. Spectroscopie infrarouge (FTIR) de l'huile de coton.....	66
IV.3.1. Discussion spectre d'IR obtenu par huile de coton.....	66
IV.4. Rendement en biodiesel	67
IV.5. Caractérisation du biodiesel obtenu	68
IV.6. Spectroscopie infrarouge (FTIR) de biodiesel.....	69
IV.6.1. Discussion spectre d'IR obtenu par biodiesel	69
Conclusion générale.....	71
Références bibliographique	72

Liste des tableaux

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

Tableau I.1: Transestérification en milieu basique de diverses huiles.....17

Tableau I.2: Transestérification en milieu acide de diverses huiles.....18

Chapitre II : Les huiles végétales

Tableau II.1: Production mondiale des huiles végétales fluides (en milliers de tonnes métriques).....35

Tableau II.2: Composition en acides gras des différentes huiles alimentaires habituellement utilisées.....43

Tableau II.3: Pourcentage des acides gras dans quelques huiles végétales.....43

Chapitre III : Matériels et méthodes

Tableau III.1: Produits chimiques et matériels utilisés.....46

Tableau III.2: Matériels et les produits utilisés58

Tableau III.3: Quantités des réactifs utilisé.....60

Chapitre IV : Résultats et discussion

Tableau IV.1: Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de coton.....65

Tableau IV.2: Groupements fonctionnels de spectre IR d'huile de coton 67

Tableau IV.3: Les caractérisations du biodiesel obtenu.....68

Tableau IV.4: Groupements fonctionnels de spectre IR de biodiesel.....70

Liste des photos

Chapitre III : Matériels et méthodes

Photo III.1: Séchage des graines de coton dans l'étuve.....	47
Photo III.2: Graines de coton avant de broyer.....	47
Photo III.3: Graines de coton Après broyage.....	47
Photo III.4: L'extraction de l'huile de coton par Soxhlet.....	49
Photo III.5: Séparation de l'huile par le Rotavapeur.....	49
Photo III.6: Titrage de l'huile	51
Photo III.7: Avant titrage d'huile.....	52
Photo III.8: Après titrage d'huile.....	52
Photo III.9: Mesure de la densité à l'aide de densimètre.....	53
Photo III.10: Mesure de la viscosité à l'aide d'un viscosimètre.....	54
Photo III.11: Spectroscopie infrarouge (Agilent Cary 660 FTIR).....	56
Photo III.12: (A) Synthèse, (B) Décantation.....	61
Photo III.13: Le biodiesel obtenu à partir de l'huile de coton.....	61
Photo III.14: Mesurer le point de trouble.....	63

Chapitre IV : Résultats et discussion

Photo IV.1: La masse de biodiesel obtenu par l'huile de coton.....	67
--	----

Listes des figures

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

Figure I.1: Biocarburants de première génération.....	05
Figure I.2: Biocarburants de deuxième génération.....	07
Figure I.3: Biocarburants de troisième génération.....	07
Figure I.4: Réaction de transestérification.....	15
Figure I.5: Réactions successives de la transestérification.....	15

Chapitre II : Les huiles végétales

Figure II.1: Structure générale d'une huile végétale. R1, R2, R3 désignent des chaînes d'acides gras et différent en longueur et nombre de double liaison....	20
Figure II.2: Régions de cultures des plus importantes plantes oléagineuses....	21
Figure II.3: Constituants des huiles végétales.....	22
Figure II.4: Constituants des huiles végétales.....	25
Figure II.5: Vue interne d'une presse à Barreaux.....	31
Figure II.6: Vue interne d'une presse à vis.....	32
Figure II.7: Les étapes d'extraction d'huile brute.....	33
Figure II.8: Développement du fruit du cotonnier.....	37
Figure II.9: Coton-graine selon le mode de récolte.....	38
Figure II.10: Coupe longitudinale de deux graines de coton, glanded et glandless.....	40
Figure II.11: Les divers traitements des graines de coton.....	41

Chapitre IV : Résultats et discussion

Figure IV.1: Spectre d'IR obtenu par l'huile de coton.....**66**

Figure IV.2: Spectre IR du biodiesel produit à partir de l'huile de coton.....**69**

Liste des abréviations

ETBE : Ethyl-tertio-butyl-éther.

EMHV : Ester Méthylique d'Huiles Végétales.

HVB : Huile Végétale Brute.

HVP : Huile Végétale pure.

CTL : Coal To Liquid.

BTL : Biomass To Liquid.

GTL : Gas To Liquid.

IFP : Institut Français du Pétrole.

TG : Triglycéride.

DG : Diglycéride.

MG : Monoglycéride.

GL : Glycérol.

KOH : Hydroxyde de Potassium.

NaOH : Hydroxyde de Sodium.

HCl : Acide chlorhydrique.

PDF : Pression discontinue à froid.

PCC : Pression continue à chaud.

TCND : Tourteaux de coton non décortiqué.

TCD : Tourteaux de coton décortiqué.

TCDS : Tourteau de coton déshuilé au solvant.

PB : Protéine brute.

ml : milli litre.

g : gramme.

IA : Indice d'acide.

IR : Infrarouge.

IS : Indice de saponification.

RÉSUMÉ

Le biodiesel est en train de devenir l'un des biocarburants les plus utilisés pour le remplacement partiel des produits à base de pétrole, carburant diesel, en particulier ces dernières années. Les matières premières les plus utilisées pour la production de biodiesel sont les huiles végétales. Dans ce travail, nous avons synthétisé du biodiesel à partir d'huile de coton en utilisant le procédé de trans-estérification alcaline par voie homogène. L'extraction de l'huile de *Gossypium* sp a été effectuée par la méthode Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant organique. L'huile et le biodiesel produits ont été caractérisés par des méthodes physico-chimiques à savoir ; la densité, la viscosité, l'indice d'acide, l'indice de saponification, point d'éclair, point d'écoulement, point de trouble et Infra Rouge.

Mots clés : Huiles végétales, Biodiesel, Extraction d'huile, Trans-estérification.

ABSTRACT

Biodiesel is emerging as one of the most widely used biofuels for partial replacement of petroleum-based products, diesel fuel, especially in recent years. The most widely used raw materials for the production of biodiesel are vegetable oils. In this work, we synthesized biodiesel from cottonseed oil using the homogeneous alkaline transesterification process. Cottonseed oil extraction was performed by the Soxhlet method using hexane as an organic solvent. The oil and biodiesel produced have been characterized by physico-chemical methods namely; density, viscosity, acid number, saponification number, flash point, pour point, cloud point and Infrared. The yield obtained from cottonseed oil reached 17,68 % and the biodiesel yield is 87,7%. The characterization of biodiesel has shown that the density, viscosity and flash point are within the range set by European standards.

Keywords: Vegetable oils, Biodiesel, Oil extraction, Transesterification.

ملخص

يظهر وقود الديزل الحيوي كواحد من أكثر أنواع الوقود الحيوي استخداما للإستبدال الجزئي للمنتجات القائمة على البترول ووقود الديزل ، خاصة في السنوات الأخيرة. المواد الخام الأكثر استخداما لإنتاج وقود الديزل الحيوي هي الزيوت النباتية. في هذا العمل ، قمنا بتصنيع وقود الديزل الحيوي من زيت بذرة القطن باستخدام عملية الأسترة القلوية المتجانسة. تم إجراء استخلاص زيت بذرة القطن بطريقة سوكسلي (Soxhlet) و ذلك باستخدام الهكسان كمذيب عضوي. تم تحليل الزيت والديزل الحيوي المتحصل عليهما بطرق فيزيائية وكيميائية مثل الكثافة ، اللزوجة ، الرقم الحمضي ، رقم التصبن ، نقطة الوميض ، نقطة الانسكاب ، نقطة السحب وعن طريق الأشعة تحت الحمراء ، الناتج المحصل من زيت بذرة القطن بلغ %17.68 وعائد الديزل الحيوي %87.7 أظهرت نتائج التحاليل أن وقود الديزل الحيوي يتميز بكثافة ولزوجة ونقطة وميض تقع ضمن النطاق الذي حددته المعايير الأوروبية.

الكلمات المفتاحية: الزيوت النباتية ، وقود الديزل الحيوي ، استخلاص الزيوت، الأسترة.

Introduction générale

Introduction générale

L'écologie est devenue depuis plusieurs années un axe principal dans la recherche scientifique. Les progrès industriels et techniques dans les secteurs du développement font croître le besoin d'élaborer des législations pour protéger l'environnement. Cela se fait par l'établissement de normes anti-pollution dans tous les secteurs, que ce soit les secteurs agricoles, alimentaires, automobiles, industriels, D'autre part, l'épuisement inévitable des énergies fossiles nous mène vers la possibilité d'utilisation des énergies renouvelables, d'où résultent un bon équilibre écologique et une meilleure protection de l'environnement. Ces énergies renouvelables offrent des perspectives intéressantes puisqu'elles sont exemptes de pollutions, bon marché et théoriquement illimitées. Depuis le début des années 70, plusieurs crises énergétiques majeures ont forcé la communauté scientifique à trouver des sources alternatives d'énergie. Ainsi, l'augmentation du prix du pétrole et la crise économique qu'a traversé le monde qu'accentuer et encourager le développement de ces biocarburants surtout que ces derniers peuvent être mélangés aux carburants traditionnels sans modification ni des moteurs ni des chaînes de distribution.[1]

La biomasse est l'une des ressources énergétiques renouvelables les plus prometteuses, d'autant plus lorsqu'il s'agit de déchets agricoles ou forestiers pour leur disponibilité et la non concurrence avec la chaîne alimentaire. Elle est exploitée de différentes manières pour la production d'une panoplie de produits, essentiellement les biocarburants, mimant le raffinage du pétrole. Bien qu'en termes de faisabilité industrielle rien n'est encore réalisé, les filières de biocarburants seront démontrées à court terme. Dans le cadre de ce travail, nous nous intéresserons à la production de biocarburants par voie chimique, et les filières actuelles de biocarburants (première génération) qui connaissent un développement véritable apparaissent très insuffisantes. Mais, des travaux en cours sur des filières de production dites de seconde génération permettront aux biocarburants d'occuper une plus grande part dans la consommation totale d'énergie. [1]

Les déchets organiques (solides ou liquides), les résidus agricoles et les résidus de l'exploitation forestière ou d'autres types de déchets constituent des matières premières très intéressantes qui peuvent être exploités dans ce sens. Parmi ces déchets, certains peuvent être valorisés et réutilisés comme les déchets gras (graisse animale ou végétale). Ces dernières années, la plupart des biodiesels industriels sont produits à partir de l'huile (triglycérides) de matières premières végétales (colza, tournesol, huile de coton, soja, etc.). [2]

Introduction générale

Pour changer leurs propriétés physico-chimiques pour les rendre similaires à celles du pétro-diesel, les triglycérides sont transestérifiés en esters alkyliques d'acides gras en présence de catalyseurs homogènes basiques tels que la soude ou la potasse, qui peuvent être utilisés dans un moteur classique, sans modification. [2]

Les biodiesels sont chimiquement simples, ils sont constitués essentiellement par des esters d'acides gras, qu'on peut extraire facilement des huiles végétales ou des graisses animales. Ils ont la texture d'un liquide de couleur jaunâtre et sont immiscibles dans l'eau. Ils ont en général un haut point d'ébullition et une tension de vapeur basse, sont peu inflammables (370 à 440 K), leurs densités sont inférieures à celle de l'eau ($\sim 0,86 \text{ g.cm}^{-3}$) et leurs viscosités sont semblables à celle du gazole. La méthode la plus généralement utilisée est la transestérification des huiles végétales ou des graisses animales.[2]

Le biodiesel peut être utilisé pur dans un moteur ou mélangé avec du diesel classique. L'indice de lubrification des biodiesels est supérieur à celui du gazole, ce qui réduit le dépôt de résidus dans les parois internes du moteur. Actuellement, les huiles végétale et animale commencent à être utilisées pour les moteurs diesel. Mais le problème essentiel des huiles végétales étant leur haute viscosité, en effet la haute viscosité conduit à de faibles pulvérisations et volatilité du jet de carburant lors de l'injection ce qui conduit à une mauvaise combustion provoquant une augmentation des émissions polluants. La mauvaise combustion conduit aussi à une formation des dépôts de carbone sur les injecteurs ainsi qu'au gommage des pistons. [3]

L'objectif global de cette étude est la production de biodiesel à partir de l'huile des graines plante *Gossypium sp* (Coton) à l'échelle de laboratoire. D'un point de vue méthodologique, nous allons procéder dans un premier temps à une revue bibliographique sur les biocarburants, le biodiesel et les huiles végétales; Ensuite à une mise au point au laboratoire de protocole permettant la transformation de l'huile de graines de coton en biodiesel et suivi par des caractérisations physico-chimiques de ce dernier afin d'estimer sa qualité autant que produit énergétique (Densité, viscosité, point éclair, point d'écoulement...). Enfin, les résultats obtenus sont comparés aux tables de spécification afin d'estimer leurs qualités comme carburants.

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

I.1. Définition de biocarburant:

Les biocarburants (ou agrocarburants) sont des carburants issus de la transformation des matériaux organiques renouvelables et non fossiles provenant de la biomasse et qui vient en complément ou en substitution du combustible fossile . Peut être considéré comme biocarburant tout matériau organique permettant de produire de l'énergie (ex : bois, déchets). [4]

I.1.1. Les différentes générations de biocarburants:

Il existe 3 générations de biocarburants :

I.1.1.1. Biocarburants de première génération:

Il existe classiquement trois grandes filières de biocarburants de 1^{ère} génération : l'huile, l'alcool et le gaz.

I.1.1.1.1. Filière huile:

On cherche à adapter le biocarburant(ou agrocarburant) par transformation chimique pour obtenir du biodiesel. [5]

Les huiles végétales s'obtiennent classiquement par simple pressage de graines oléagineuses telles que (colza, le tournesol, le soja, graines coton etc). [5]

Deux grandes voies d'utilisation sont ouvertes :

- ❖ **L'huile végétale pure ou huile végétale brute (HVP, ou HVB)**, c'est-à-dire le produit direct du pressage de la graine (de colza ou de tournesol), L'huile extraite des cultures oléagineuses peut, après filtration, être utilisée directement dans les moteurs diesel (mélangée au diesel ou pure). Certaines adaptations des véhicules sont nécessaires en cas de mélange au de-là de 30% d'huile. L'huile peut aussi être transformée en biodiesel par transestérification. Celui-ci est utilisé dans les moteurs diesel en mélange ou pur, généralement sans adaptations des moteurs.[5]
- ❖ **L'Ester Méthylique d'Huile Végétale (EMHV)** obtenu en faisant réagir de l'huile de colza ou de tournesol (qui sont en fait des acides gras) avec de l'alcool méthylique (trans-estérification). Cette opération permet de fabriquer un sous produit du glycérol, encore appelé glycérine. L'EMHV est rarement utilisé pur,

mais le plus souvent par incorporation au diesel dans des proportions de 5 à 30%, pour donner ce qui est appelé en France le Diester.[6]

I.1.1.1.2. Filière alcool:

Cette filière comprend le bio-éthanol, l'ETBE, le bio-butanol et le méthanol.

- Le **bio-éthanol** est obtenu par fermentation des sucres (sucres simples, amidon hydrolysé) par la présence des levures. L'éthanol peut remplacer partiellement ou totalement l'essence et il peut être mélangé directement à l'essence à des teneurs allant de 5 à 26 % et à des taux encore plus élevés pour les véhicules dits "flexibles". Il existe plusieurs types de carburants contenant de l'éthanol la plupart sont des mélanges d'essence et d'éthanol à différentes proportions. [7]
- L'**éthyl-tertio-butyl-éther (ETBE)** est un dérivé de l'éthanol. Il est obtenu par réaction entre l'éthanol et l'isobutène (obtenu lors du raffinage du pétrole) et est utilisé comme additif à hauteur de 15 % à l'essence. Le mélange ETBE/essence possède une tension de vapeur plus faible que celle du mélange éthanol/essence, et répond ainsi aux spécifications de l'essence. L'incorporation de l'ETBE présente les avantages suivants:
 - ✓ Pas de problème de volatilité.
 - ✓ Un gain d'indice d'octane élevé.
 - ✓ Une parfaite tolérance à l'eau. [7]
- Le **bio-butanol (ou alcool butylique)** est obtenu par voie enzymatique à partir des sucres en butanol-1 (fermentation acétonobutylique). L'idée motrice de l'utilisation du bio-butanol en substitution avec l'essence est de profiter de ses avantages physiques pour contourner les difficultés liées à l'usage de l'éthanol (volatilité, agressivité vis-à-vis de certains plastiques utilisés dans l'industrie automobile). Le bio-butanol peut être utilisé en tant que carburant en mélange avec l'essence à hauteur de 10 % du volume sans adaptation du moteur. Il peut également être utilisé en mélange avec l'éthanol et l'essence voire même le gazole. Les unités de production du bio-éthanol peuvent être adaptées pour produire le bio-butanol. [7]
- Le **méthanol** est aussi utilisable, en remplacement partiel (sous certaines conditions) de l'essence, comme additif dans le gazole, ou, à terme, pour certains types de piles à combustible. Le méthanol est cependant très toxique pour l'homme.[7]

I.1.1.1.3. Filière gaz:

Les combustibles sont obtenus à partir du méthane contenu dans le biogaz (de 50% à 90%, le reste étant essentiellement du CO₂ et de la vapeur d'eau). Le biogaz est ce qui résulte de la fermentation, hors de la en absence d'oxygène, de n'importe quel matériau organique : déchets alimentaires, déchets de bois, paille, produits des cultures...etc. Ce méthane peut être utilisé pur dans des moteurs à allumage commandé –technologie moteurs à essence – ou dans des moteurs dits dual-fuel. Il peut aussi alimenter un procédé industriel de fabrication de combustibles liquides à partir de gaz .[8]

I.1.1.1.4. La filière charbon de bois ou biocarburant solide:

Le charbon de bois peut être considéré comme un biocarburant solide, obtenu par pyrolyse du bois, de la paille ou d'autres matières organiques. Mais généralement, le charbon de bois n'est pas classé dans la catégorie des biocarburants qui renvoie souvent à des produits liquides.[9]

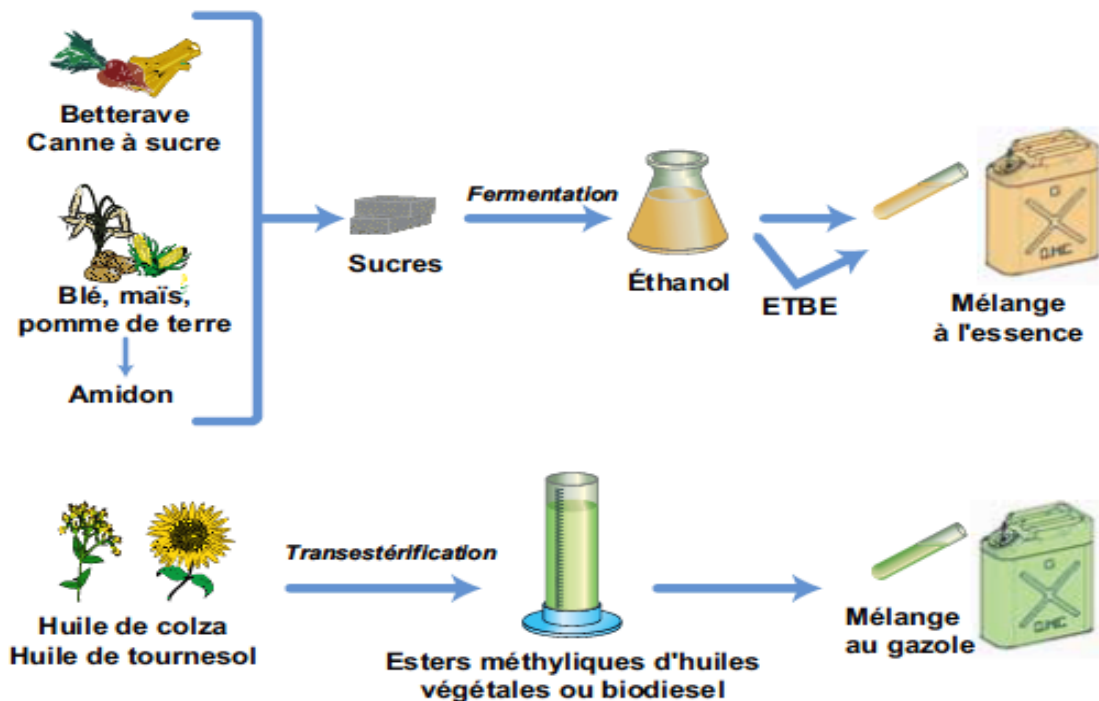


Figure I.1: Biocarburants de première génération [10]

I.1.1.2. Biocarburants de deuxième génération:

Les biocarburants de 2^{ème} génération sont les biocarburants cellulosiques à base de matériaux obtenus à partir de cultures non alimentaires (bois, feuilles, paille, etc.). Il y a deux filières de production possibles: la filière biochimique de production d'éthanol cellulosique et la filière thermochimique de production de carburant diesel de synthèse :

I.1.1.2.1. La filière biochimique (Voie biochimique):

La biomasse lignocellulosique est constituée de trois polymères : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Préalablement, il faut séparer la lignine des deux autres polymères par hydroliquéfaction par pyrolyse. Ensuite, la cellulose libérée va être transformée en glucose via une hydrolyse enzymatique. Le glucose produit est alors fermentable en éthanol, l'éthanol est purifié par distillation puis sera ajouté dans des proportions différentes à l'essence.[1]

I.1.1.2.2. La filière thermochimique:

La voie thermochimique est ainsi nommée car elle repose sur le craquage des molécules sous l'action de la chaleur dans différentes conditions physicochimiques de transformation. Dans le cadre de la production de biocarburants de deuxième génération, cette voie de conversion vise à convertir la biomasse lignocellulosique en deux gaz élémentaires : le monoxyde de carbone (CO) et l'hydrogène (H₂). Ce mélange gazeux, nommé gaz de synthèse, est obtenu par vaporeformage pour des molécules légères (par exemple, méthane et éthanol) ou par gazéification pour tout type de charge. Le gaz de synthèse est purifié et ajusté, puis utilisé pour synthétiser des carburants liquides, en particulier par la synthèse de (Fischer-Tropsch) qui permet de produire notamment des hydrocarbures 18. Des procédés thermochimiques permettent aussi de transformer la biomasse lignocellulosique en huiles qui pourraient être raffinées (upgrading) pour une utilisation directe comme carburant ou gazéifiées pour obtenir du gaz de synthèse, puis synthétiser des carburants liquides. Ces différentes étapes illustrent pourquoi les carburants obtenus par ces procédés sont qualifiés de carburants de synthèse. Ceux-ci peuvent être de type CTL (Coal To Liquid), GTL (Gas To Liquid) ou BTL (Biomass To Liquid) suivant qu'ils sont respectivement obtenus à partir de charbon, de gaz ou de biomasse.[12]

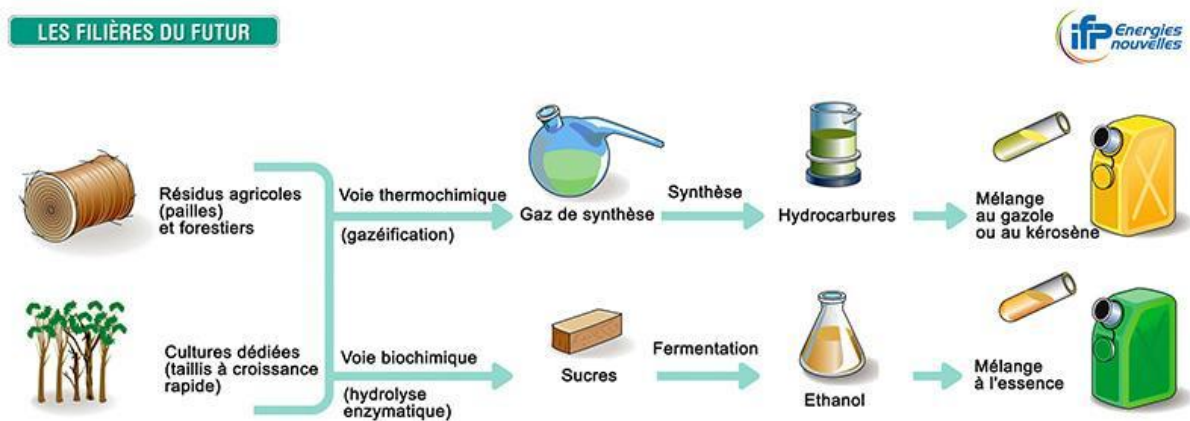


Figure I.2: Biocarburants de deuxième génération [13]

I.1.1.3. Biocarburants de troisième génération:

Biocarburants créés à partir d'huile produite par des micro-algues. Parmi les avantages de cette génération la diminution de la concentration du CO₂ dans l'atmosphère puisque ces micro-organismes ont en besoin comme source d'énergie et aussi le taux élevé de développement des micro-algues.[1] Les biocarburants de troisième génération sont produits à partir de micro-algues riches en lipides. Elles peuvent accumuler entre 60% et 80% de leur poids en acides gras, ce qui pourrait laisser présager une production annuelle d'une trentaine de tonnes d'huile par hectare. A titre de comparaison, le rendement du colza est 30 fois inférieur.[14]

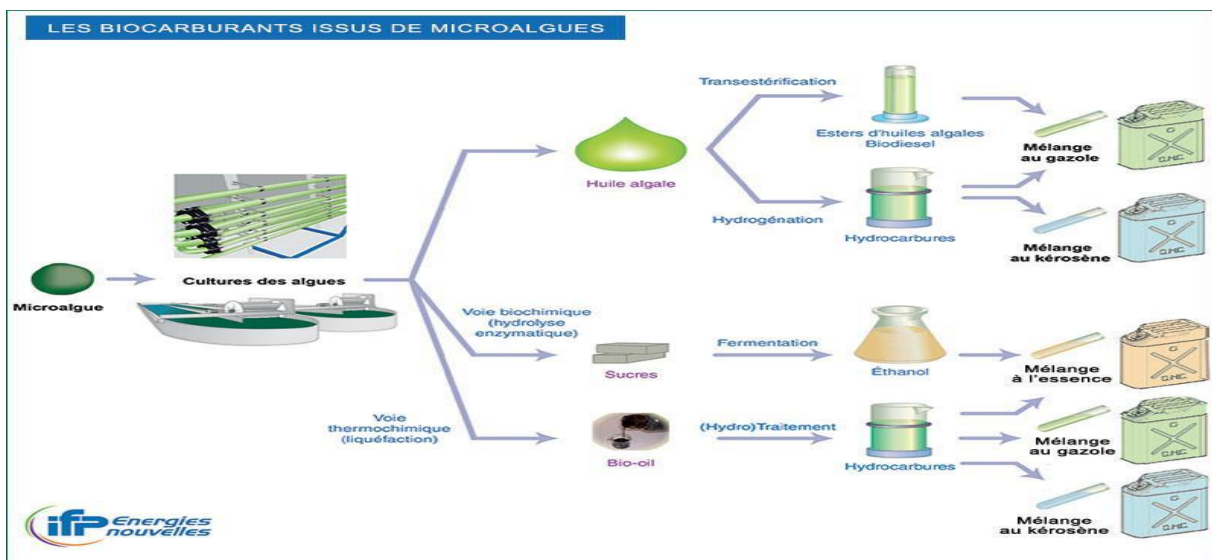


Figure I.3: Biocarburants de troisième génération [13]

I.2. Les avantages et inconvénients des biocarburants:

❖ Les avantages:

- Renouvelables : il faut des milliers d'années pour produire des combustibles fossiles tandis que la matière première des biocarburants est renouvelable beaucoup plus rapidement.[5]
- Limitent les émissions de gaz à effet de serre (GES) et les consommations d'énergie non renouvelable.
- Emettent moins de polluants (le soufre, 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.
- Offrir des possibilités d'investissement, de croissance économique et de création d'emplois.
- Les biocarburants sont facilement biodégradables et moins dangereux en cas d'accident sur l'homme et l'environnement, en particulier pour l'eau. Ainsi tout risque de marée noire est éliminé.
- La teneur en oxygène du biodiesel étant supérieure de 10 % à celle du pétro-diesel, la combustion dans le moteur de ce biocarburant est de meilleure qualité.
- Il n'a pas besoin d'être importé, puisque on peut le produire sur place.
- Le point d'éclair est plus élevé que le pétro-diesel, le biodiesel est donc moins dangereux pour l'inflammabilité pendant le stockage.[15]

❖ Les inconvénients:

- Le renchérissement des cours mondiaux des céréales et des oléagineux en raison de la demande accrue de biocarburants.
- Ils instaurent une concurrence redoutable entre cultures énergétiques et cultures alimentaires.
- La production de biocarburants à partir de cultures agricoles exerce une forte pression sur l'environnement: en termes d'utilisation d'engrais nocifs, de pollution et d'épuisement des sols et de réserves d'eau.

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

-Son pouvoir calorifique est relativement inférieur à celui du pétro-diesel (environ 15% en moins).

-Son viscosité élevée par rapport au pétro-diesel, ce qui peut causer des phénomènes d'encrassements des filtres du moteur en le brûlant.[15]

I.3. Généralité sur le biodiesel:

I.3.1. Définition de biodiesel:

Le biodiesel est un biocarburant obtenu à partir d'huile végétale ou animale, transformée par un procédé chimique appelé transestérification faisant réagir cette huile avec un alcool (méthanol ou éthanol), afin d'obtenir un Ester Méthylique des Huiles Végétales (EMHV) ou un Ester Ethylique des Huiles Végétales (EEHV) [16]. Le biodiesel permet de réduire les émissions de CO₂ atmosphérique, puisque théoriquement la matière végétale utilisée pour produire du biodiesel, consomme (par photosynthèse) du CO₂ durant sa croissance. Par ailleurs, l'utilisation du biodiesel dans les moteurs peut réduire également les émissions de dioxyde d'azote (NO₂).[17]

I.3.2. Les caractéristiques physico-chimiques principales de biodiesel: [18]

Les carburants doivent subir des tests de caractérisation afin de déterminer leurs propriétés physiques et chimiques. Des normes spécifiques doivent être respectées dans chaque pays et suivant chaque type de carburant. Lors de la caractérisation d'un carburant destiné à l'utilisation dans un moteur diesel, les caractéristiques les plus intéressantes à étudier sont :

- **Densité:** La densité d'un carburant a un effet important sur les performances du moteur. En fait les pompes d'injection de carburant sont des pompes volumétriques et le dosage de carburant se fait en calculant la masse du volume injecté en passant par la densité. Un carburant ayant une densité élevée conduit à une masse de carburant injecté plus importante et augmente la consommation. [18]

- **Viscosité:** C'est la capacité d'un fluide à s'écouler telle que la viscosité d'un carburant joue un rôle très important dans la combustion et affecte les performances du moteur et ses émissions polluantes. En fait le rôle de l'injection est de pulvériser le carburant en fines gouttelettes afin d'augmenter la surface de contact avec l'air. La viscosité élevée conduit à

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

une mauvaise pulvérisation ce qui réduit la surface de contact air carburant. Cette mauvaise pulvérisation liée à une mauvaise volatilité provoque une combustion incomplète dans le moteur. Cette mauvaise combustion se traduit par des performances dégradées du moteur et des émissions polluantes plus élevées (suies, monoxydes de carbone et hydrocarbures imbrûlés). D'autre part, une faible viscosité limite la pénétration du jet de carburant dans le moteur et conduit aux mêmes effets qu'une viscosité élevée. [18]

- **Pouvoir calorifique:** Le pouvoir calorifique est mesure la quantité de chaleur libérée lors de la combustion d'une masse donnée du carburant. [18]

- **Point d'éclair:** Le point éclair est la température à laquelle la vapeur d'un carburant s'enflamme en présence de l'air sous l'effet d'une étincelle. En d'autres termes il est un indice de la présence des matières volatiles et inflammables dans le carburant. Un point éclair élevé indique que la matière présente moins de risques de s'enflammer lors du stockage ou de la manipulation. [18]

- **Point trouble:** Le point trouble est la température à partir de laquelle le biocarburant perd sa fluidité et à partir de commence à former des cristaux lorsque le produit est refroidi dans les conditions normalisées. Le point trouble est très important pour définir le comportement du carburant pendant l'hiver. [18]

- **Point d'écoulement:** Le point d'écoulement est la température à partir de laquelle le liquide commence à s'écouler. [18]

- **Indice de cétane:** Il indique la qualité de la combustion dans un moteur diesel et c'est important pour les moteurs Diesel où le carburant doit s'auto-enflammer sous l'effet de la compression. Cette caractéristique s'applique donc au biodiésel. [18]

Un biodiesel à haut indice de cétane est caractérisé par sa facilité à s'auto-inflammation. Un faible indice de cétane cause une longue durée d'auto-inflammation, une combustion lente et augmente les émissions polluantes dans un moteur diesel. [18]

- **Composition chimique C, H, N, O:** Elle donne une idée sur le pouvoir calorifique et les produits et la qualité de la combustion. [18]

- **Teneur en soufre:** La présence du soufre dans un carburant provoque la formation des produits dangereux comme les oxydes de soufre qui forment des acides lors de leur contact

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

avec l'eau, ils corrodent les pièces du moteur et favorisent la formation des suies dans les gaz d'échappement. [18]

- **Teneur en eau:** La présence de l'eau dans le carburant est une cause d'une mauvaise combustion surtout aux charges partielles. Elle peut contribuer à la corrosion des pièces du moteur. [18]

- **Cendres:** Elles proviennent des impuretés qui se trouvent dans le liquide comme des métaux et sels minéraux ou de la boue et de la rouille. Leur présence provoque des dégâts sur les pièces du moteur. A côté de ces caractéristiques communes à tous les carburants compatibles avec le diesel on ajoute pour les biocarburants des caractéristiques concernant la stabilité à l'oxydation et à la corrosion des pièces du moteur : [18]

- **Indice d'iode:** C'est un indice des doubles ou triples liaisons qui se trouvent dans le carburant. La présence de ces types de liaisons indique l'aptitude de ce liquide à s'oxyder ou former des gommages ou des polymères lors des longues durées de stockage. Des antioxydants sont ajoutés aux carburants ayant des indices d'iode élevés lors de leur stockage à longues durées. [18]

- **Indice d'acidité:** Est mesuré par l'équivalence de milligramme d'hydroxyde de potassium (KOH) ou de milligramme d'hydroxyde de sodium (NaOH) nécessaires pour neutraliser un gramme de carburant. Il indique la teneur du liquide en acides organiques. Les hautes teneurs en acides organiques favorisent la corrosion des pièces du moteur. [18]

- **Teneur en esters:** Théoriquement le biodiesel est composé d'esters (éthyls ou méthyls) des acides gras. Mais en pratique le biodiesel contient des impuretés qui viennent soit de l'huile qui n'est pas complètement transformée en esters d'où la génération des mono, di et triglycérides. D'autre part il y a des quantités d'alcool, de glycérine, et des impuretés qui restent dispersées dans le biodiesel. [18]

- **Teneur en alcool:** La présence d'alcool dans le biodiesel réduit son point d'auto-inflammation et risque de tomber sous les seuils recommandés par les normes. [18]

I.3.3. L'utilisation du biodiesel:

Bien qu'il puisse être employé à l'état pur, le biodiesel est généralement mélangé avec le diesel dérivé du pétrole (pétrodiesel). Les mélanges de biodiesel-pétrodiesel sont identifiés

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

par l'abréviation « Bxx », où « xx » indique le pourcentage de biodiesel dans le mélange. Ainsi, un carburant B20 contient 20 % de biodiesel et 80 % de pétrodiesel alors qu'un carburant B100 correspond au biodiesel pur. Plusieurs types de mélange sont commercialisés dont les plus fréquents sont le B2, B5, B20 et B100. [19]

La complexité et la diversité chimique du biodiesel (mélange d'esters) font en sorte qu'il doit être homologué selon plusieurs critères de qualité (par exemple, les normes ASTM D6751 en Amérique du Nord⁴ ou EN 14214 en Europe⁵) avant d'être commercialisé. Tout biodiesel homologué à ces standards comporte une garantie de qualité minimale, entre autres pour l'indice de cétane, la viscosité et les teneurs en phosphore et en soufre. En Amérique du Nord, il existe également un programme de certification volontaire pour les producteurs et distributeurs de biodiesel, le BQ-9000. Ce programme, similaire aux programmes ISO, vise à assurer que le biodiesel produit respecte des normes de qualité préétablies au niveau de tous les maillons de la chaîne (pratiques d'entreposage, d'échantillonnage, d'évaluation, de mélange, de distribution et de gestion du biodiesel) et donc, jusqu'à ce qu'il soit rendu dans le réservoir du consommateur.[19]

I.3.4. Méthodes de production de biodiesel:

Beaucoup de travaux ont été effectués dans le but de produire des dérivés des huiles végétales ayant des propriétés et performances assez voisines de celles du diesel. On distingue quatre méthodes principales de production de dérivés d'huiles végétales :[10]

- ❖ Microémulsion.
- ❖ Pyrolyse.
- ❖ Dilution.
- ❖ Transestérification.

I.3.4.1. Synthèse de biodiesel par la méthode de transestérification:

il existe cinq étape :... [20]

1^{ère} étape: Mélange des réactifs

Pour la production du biodiesel, Les réactifs mis en jeu l'huile et l'alcool (méthanol ou éthanol) sont introduits, puis mélangés dans la cuve servant de réacteur en présence du catalyseur. Selon la configuration du réacteur, les réactifs sont introduits soit directement dans la même cuve, soit de manière séparée dans différentes cuves puis mélangés dans la cuve contenant l'huile. [20]

2^{ème} étape: Transesterification

Une fois le mélange huile/alcool est dans le réacteur, le processus de la réaction de transesterification se déclenche pendant un certain temps. Un système de chauffage du réacteur et de l'agitation est nécessaire pour la réaction. À la fin de la réaction, l'huile passe à l'état d'ester avec changement de ses propriétés physico-chimiques : la viscosité, la densité et la masse molaire. [20]

3^{ème} étape: Décantation

Après la formation des esters au cours de la transestérification, une étape de décantation du produit est nécessaire pour séparer le biodiesel du glycérol. Le glycérol plus dense que le biodiesel qui se décante dans le bas du récipient. La décantation peut s'effectuer dans le réacteur par gravité, ou dans des décanteurs statiques ou par des centrifugeuses pendant deux à trois heures de temps. [20]

4^{ème} étape: Lavage

L'élimination des impuretés telle que la glycérine résiduelle, l'excès d'alcool, les traces de catalyseurs, savons et sels formés par la catalyse homogène. Cette opération s'effectue par lavage du biodiesel à l'eau, pendant 24 heures. [20]

5^{ème} étape: Séchage

Le séchage permet d'évacuer l'eau présente. Elle est le plus souvent réalisée par chauffage à une forte température du biodiesel lavé, La température de séchage pouvant atteindre 140°C en procédé continu par catalyse homogène. [20]

I.4. La transestérification:

I.4.1. Historique:

La transestérification des triglycérides n'est pas un processus nouveau. Elle date dès 1853 lorsque Patrick et Duffy ont mené cette réaction beaucoup d'années avant que le premier moteur diesel soit fonctionnel. Cette réaction a été l'objet de recherches intensives grâce aux utilisations diverses de ces produits comprenant la synthèse des polyesters dans l'industrie des polymères, la synthèse des intermédiaires pour l'industrie pharmaceutique, le durcissement des résines dans l'industrie de peinture et dans la production du biodiesel en tant qu'alternatif du diesel.[13]

I.4.2. Réactions de transestérification:

La réaction de transestérification (alcoololyse) est une transformation d'un ester en un autre ester. La transestérification est la technique classique de production de biodiesel. Il s'agit d'un procédé dans lequel les huiles végétales, les graisses animales ou les huiles à base de micro-algues sont mélangées à froid à un alcool (éthanol ou méthanol) en présence d'un catalyseur base (hydroxyde de sodium NaOH ou de potassium KOH) ou d'un catalyseur acide(acide sulfurique H₂SO₄). [21]

La réaction de transestérification est présentée généralement par l'équation suivante :[21]

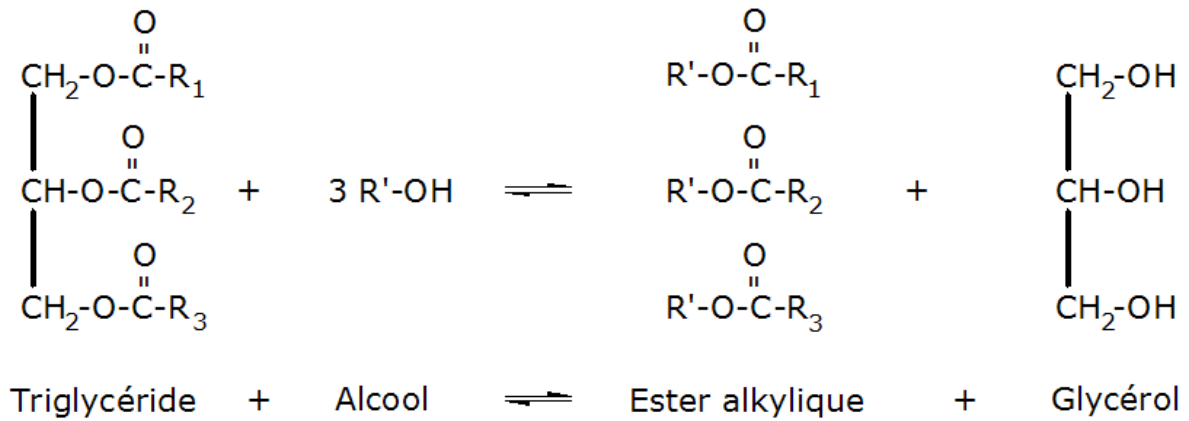


Figure I.4: Réaction de transestérification. [21]

1.4.3. Mécanisme de la réaction de transestérification:

Il est à noter que la libération du glycérol ou glycérine n'est effective qu'après plusieurs réactions consécutives de transestérification. Elle est divisée en trois réactions : [22]

1^{ère} étape : La transformation des triglycérides (TG) en diglycérides (DG).

2^{ème} étape : La transformation des diglycérides (DG) en monoglycérides (MG).

3^{ème} étape : En dernier la transformation des monoglycérides (MG) en glycérol (GL). [22]

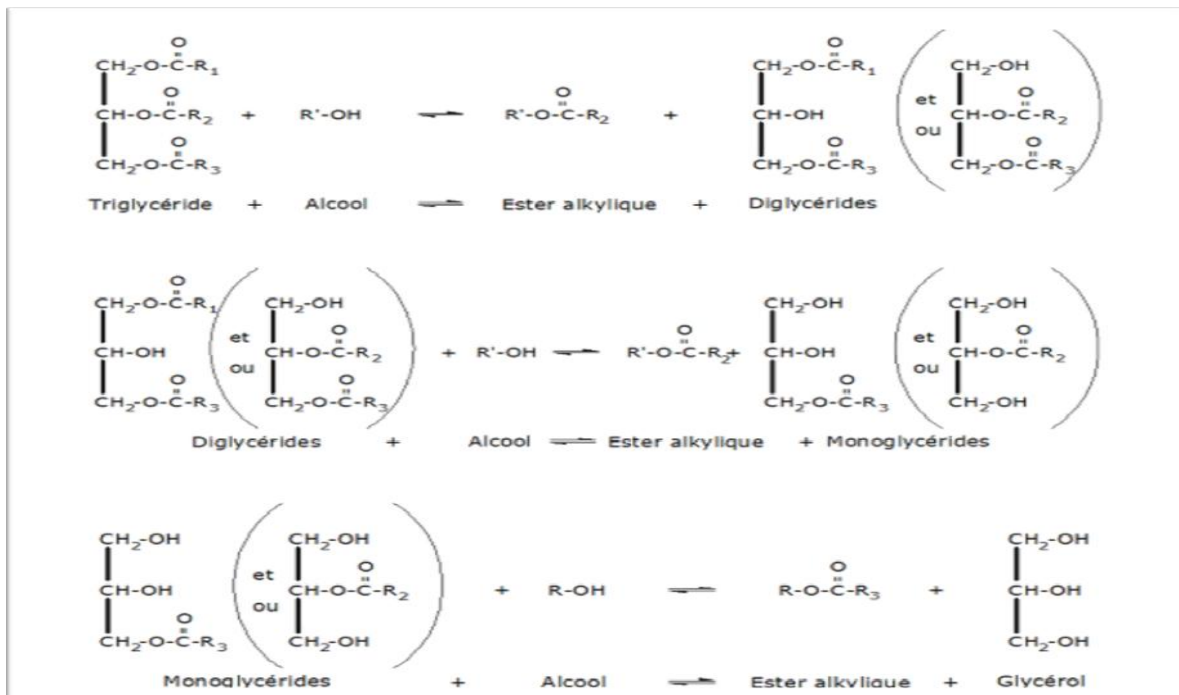


Figure I.5 : Réactions successives de la transestérification.[23]

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

La cinétique de la réaction est très rapide mais la réaction compétitive de saponification réduit la production de biodiesel. L'alcool doit être sec et les acides gras libres très peu présents dans l'huile pour empêcher la réaction de saponification et obtenir un excellent rendement de biodiesel.[23]

I.4.4. Les facteurs influençant de la réaction de transestérification:

Le procédé de transestérification est influencé par les facteurs dépendant de la condition de la réaction utilisée. Les principaux facteurs sont les suivants : [13]

- Le taux molaire d'alcool et l'huile.
- Le teneur en eau et l'acide gras libre dans l'huile.
- Le type de catalyseur et la concentration de catalyseur.
- La température.
- L'intensité de mélange.
- La durée de réaction.[13]

I.4.5. Type du catalyseur:

Il existe trois grandes classes de catalyseurs:

a. Les catalyseurs basiques: La catalyse basique par voie homogène ou hétérogène est le procédé de production de biodiesel le plus utilisé. Les catalyseurs basiques sont : Hydroxydes (NaOH, KOH), alcoolates ou savons de métaux ou alcalinoterreux (Li, Na, K, Ca, Ba, Cs...), amines de la famille des guanidines. Le principal avantage de la transestérification basique par rapport à la catalyse enzymatique ou acide est le temps de réaction, la transestérification basique étant une réaction rapide (0.5 à 9h) Le rendement en esters alkylés lors de la transestérification basique est élevé (généralement supérieur à 90 %).[24] Les catalyseurs basiques utilisés pour la transestérification de triglycéride parmi lesquels NaOH, NaOMe, KOH et KOMe sont les plus efficaces. [16]

Par ailleurs, la technique de catalyseurs basiques en milieu homogène est la plus employée par ce qu'elle est la moins coûteuse et peut s'effectuer à de basses températures et de pressions.[16]

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

La trans-estérification peut être réalisée par catalyse basique ou acide. Une plus grande réactivité est généralement obtenue en milieu basique.[25]

Tableau I.1: Transestérification en milieu basique de diverses huiles[24]

Catalyseur basique	Huile	Alcool	Ratio molaire alcool:huile	Conditions opératoires	Conversion d'AG(%)	Rendements en esters alkyliques (% m/m)
NaOH (Hydroxyde de sodium)	Tournesol	Méthanol	6 : 1	60°C; 2h		97
	Huile de friture	Méthanol	7.5 : 1	70°C; 0.5h		85
	Huile de friture	Méthanol	6 : 1	65°C; 1.5 h		77
	Mahua (<i>Madhuca indica</i>)	Méthanol	6 : 1	60°C; 2h	92	
	Suif	Méthanol	2 – 10 : 1	>98°C; 0.5h		90
KOH (Hydroxyde de potassium)	Huile de friture	Méthanol	6 : 1	65°C; 2 h		94
	<i>Pongamia pinnata</i>	Méthanol	10:01	60°C; 1.5h	92	
	Karanja	Méthanol	06:01	65°C; 2h		98
	Colza	Méthanol	06:01	65°C; 2h		95-96
KF/Al ₂ O ₃ (Fluorure de potassium sur oxyde d'aluminium)	Palme	Méthanol	12:01	65°C; 3h		90
KF/Eu ₂ O (Fluorure de potassium sur oxyde d'euporium)	Colza	Méthanol	12:01	65°C; 1h	92	

b. Les catalyseurs acides: Les catalyseurs acides il existe une voie homogène ou hétérogène. Les catalyseurs acides sont : acides minéraux (HCl, H₂SO₄), acides sulfoniques, résines échangeuses d'ions (acide fort), zéolithes. [25]

Les catalyseurs acides sont rarement utilisés du fait de leur moindre réactivité et des risques élevés de corrosion des installations industrielles. Les alcoolates ou oxydes de métaux sont surtout employés pour la synthèse d'esters d'alcools lourds à partir de différentes coupes d'esters méthyliques d'acides gras.[25]

La transestérification acides donne un rendement en esters alkyliques de l'ordre de 95 à 90 % .[24]

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

Tableau I.2: Transestérification en milieu acide de diverses huiles. [24]

Catalyseur acide	Huile	Alcool	Ratio molaire alcool:huile	Conditions opératoires	Conversion d'AG (%)	Rendements en esters alkyliques (% m/m)
H_2SO_4	Jatropha	MeOH	166 : 1	60°C; 24h		99
	Soja	MeOH	9 : 1	100°C; 12h	98	
	<i>Chlorella pyrenoidosa</i>	MeOH	164 : 1	110°C; 2h		95
	Huiles usées	MeOH	16 : 1	95°C; 10h	93	
S-ZrO ₂	Soja	MeOH	20 : 1	120°C; 1h		98
ZnO	<i>Pongamia pinnata</i>	MeOH	10 : 1	120°C; 24h	83	

c. Les catalyseurs enzymatiques:

Des catalyseurs enzymatiques tels que les lipases ont été étudiés dans les réactions de méthanolyse et d'éthanololyse. Ce sont des enzymes généralement utilisées pour catalyser des réactions d'hydrolyse de triglycérides en milieu aqueux.[24]

I.4.6. But de la réaction d'estérification:[26]

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.

Chapitre I : Généralité sur les biocarburants (Biodiesel)

- L'utilisation des sous-produits dans l'industrie du savon et des détergents.
- La diminution de la viscosité de l'huile. [26]

Chapitre II : Généralités Sur Les Huiles Végétales

II.1. Historique:

L'huile est une matière grasse onctueuse, insoluble dans l'eau et généralement liquide à la température de la pièce. L'huile est utilisée depuis les temps anciens. La première matière grasse utilisée par l'homme primitif fut la graisse fondue des carcasses d'animaux. L'olivier était cultivé en Méditerranée il y a 6000 ans. L'huile n'avait pas que des utilisations alimentaires, on s'en servait également notamment pour s'éclairer. Les premières huiles à être pressées furent probablement l'huile de sésame et l'huile d'olive. À l'échelle mondiale, les huiles les plus importantes aujourd'hui sont l'huile de soya, l'huile de palme et l'huile de colza (canola). La culture et l'usage d'une huile en particulier varient d'un pays à l'autre. Ainsi au Canada, il s'agit principalement de l'huile de colza; en Europe on préfère les huiles de colza, de tournesol, de soya et d'arachide, tandis que les pays de la ceinture du Pacifique utilisent surtout les huiles de palme et de soya.[27]

II.2. Définition:

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 soya et le tournesol. En général, toutes les graines contiennent de l'huile. Les huiles végétales sont des substances insolubles dans les solvants minéraux . [28]

Constituées principalement de corps gras (environ 95%). Le reste est un mélange d'acides gras libres, de mucilages, de savons, de stérols, de cires, d'eau, de cendres, d'impuretés... Ces corps gras sont des molécules de triglycérides d'acides gras (triacylglycérol) formées de trois acides gras estérifiés par leur groupe carboxyle à une molécule de glycérol.[29]

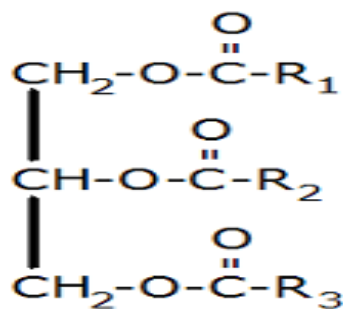


Figure II.1: Structure générale d'une huile végétale. R1, R2, R3 désignent des chaînes d'acides gras et diffèrent en longueur et nombre de double liaison. [29]

II.3. Régions de culture des plantes oléagineuses:

La carte du monde (figure II.2), montre où se trouvent les plus grandes régions de cultures des plus importantes plantes oléagineuses. Dans la ceinture du soleil de la terre, entre les deux tropiques, poussent les plantes oléagineuses tropicales suivantes : palmiers cocotiers, palmiers à huile et arachides. Leurs fruits ont une teneur en huile très élevée de 40 à 70 %.

Des plantes oléagineuses importantes poussent également hors des tropiques, en particulier dans l'hémisphère Nord. En Amérique du Nord, Europe et Asie, il y a de grandes zones de culture du tournesol, du soja, du colza et du coton. [30]

Il y a deux explications au fait que les plantes oléagineuses se développent particulièrement bien sous les tropiques, dans les zones subtropicales et dans les régions les plus exposées au soleil des zones tempérées:

- D'une part, pour produire les substances organiques (albumine, glucides et graisses), les plantes ont besoin d'une grande quantité d'énergie.
- D'autre part, la graisse et l'huile forment une protection naturelle contre les températures élevées dans les graines et les fruits. Dans les pays chauds, les graines grasses sont plus résistantes que les féculents.[30]



Figure II.2: Régions de cultures des plus importantes plantes oléagineuses.[29]

II.4. Composition chimique des huiles végétales:

Les huiles végétales sont composées d'une grande variété de constituants et leurs compositions chimiques sont représentées par des fractions appelées fractions saponifiable (98-99%) et insaponifiable (1-2%). Les triglycérides sont largement majoritaires et représentent au moins 95% du poids des huiles brutes et 98% du poids des huiles raffinées.

D'autres constituants naturellement présents en plus faible quantité, sont dits constituants mineurs (1à5%).[31]

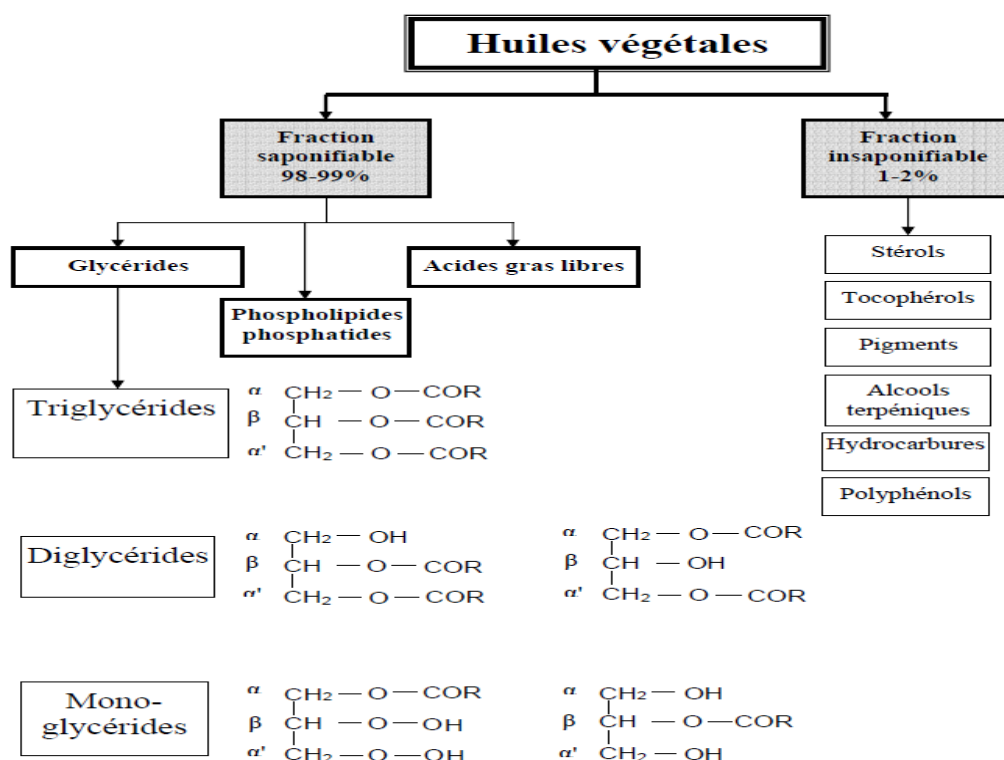


Figure II.3: Constituants des huiles végétales. [31]

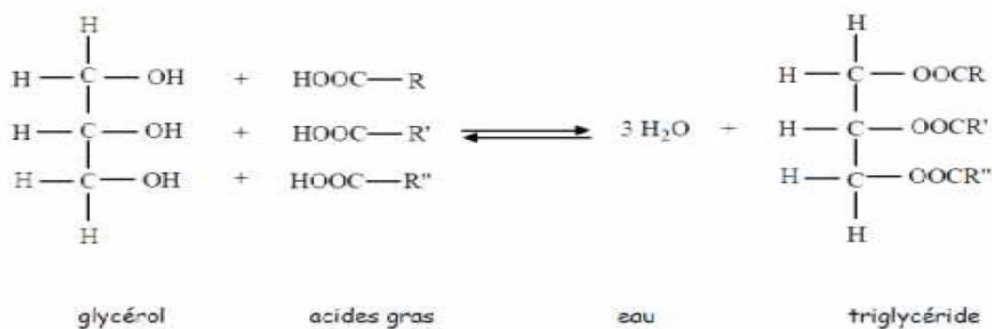
II.4.1. La fraction saponifiable:

Cette fraction est formée de deux constituants, les triglycérides et les acides gras:

A) Les triglycérides: ces triglycérides résultent de la combinaison d'une molécule de trialcool (glycérol) avec trois molécules d'acides gras. Chaque molécule d'acides gras (R-COOH) possède une fonction acide (-COOH) qui peut réagir par estérification avec l'un des trois fonctions alcool(-OH) du glycérol pour former un triester (triglycéride).[32]

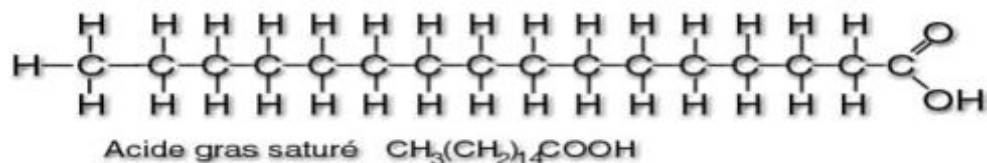
Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

Réaction de formation de Triglycéride :

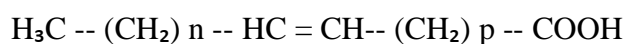


B) Les acides gras: On peut classer les acides gras en trois grands groupes qui diffèrent entre eux par la longueur de la chaîne carbonée consécutive et par le type de liaisons (simples ou doubles) entre les atomes de carbone de cette chaîne.

- **Les acides gras saturés:** Ils ont pour formule générale $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$, sont solides à température ambiante. Les plus rencontrés sont l'acide palmitique (C16 :0) et acide stéarique (C18 :0) .[33]



- **Les acides gras insaturés:**
Ils sont fluides à température ambiante et sont classés en deux catégories :
- ✓ **Les acides gras mono-insaturés:** On parle d'acide gras mono-insaturé lorsqu'il n'y a qu'une seule double liaison. et sa formule chimique:



et la position de la première double liaison peut s'exprimer à :

- soit en partant du carboxyle (1^{er} carbone) ; le symbole est Δ
- soit en partant du méthyl (dernier carbone) ; le symbole est oméga ω .

Exemple : L'acide oléique : (18 :1n-9) ou (ω 9) .[34]

- ✓ **Les acides gras polyinsaturés:** Ce sont des acides qui contiennent plusieurs insaturations et qui se distinguent les uns des autres par le nombre et la position de

l'insaturation. Il existe deux familles d'acides gras polyinsaturés essentiels, nommés n-3 (ou oméga-3) et n-6 (ou oméga-6) par rapport à la position de la dernière double liaison et à C terminale. Deux acides gras sont à l'origine de ces familles. Il s'agit de l'acide α -linoléique, le précurseur des oméga-3 et l'acide linoléique qui est le précurseur de la famille des oméga-6 . [35]

II.4.2. La fraction insaponifiable:

Les huiles végétales contiennent aussi des constituants non glycéridiques et des lipides complexes appelés « constituants mineurs ». La teneur de ces constituants est très faible représentant 1 à 2 % de la masse d'huile et renferment principalement des :

- ❖ **Phospholipides:** Ce sont des esters de glycérol dont une fonction alcool est naturellement estérifiée par une molécule d'acide phosphorique, elle-même associée à une amine ou un sucre. Ces molécules sont dites amphiphiles, car, elles possèdent un pôle hydrophile et un pôle lipophile et ont donc des propriétés émulsifiantes .[36]
- ❖ **Tocophérols:** Ils sont au nombre de quatre isomères (α , β , γ , δ) constitués d'une chaîne carbonée associée à un groupement quinone ; ils ont essentiellement des propriétés antioxydantes (en particulier vis-à-vis des AGPI) et se trouvent en quantité notable dans les huiles végétales (tournesol, maïs, soja, colza) .[37]
- ❖ **Les stérols:** Les stérols sont des alcools tétracycliques en C27, C28 et C29 comprenant au moins un groupement hydroxyle "OH" dans la plupart des cas sur le carbone 3 Selon l'origine biologique on peut classer les stérols en quatre répartitions, les stérols animaux (Zoo stérols), stérols végétales (Phytostérols), stérols des champignons inférieurs (Mycostérols) et les stérols des algues Ces composés sont naturellement présents dans les huiles.[38]
- ❖ **Les hydrocarbures:** Les hydrocarbures présents dans les huiles végétales sont à chaînes linéaires ou cycliques, saturées ou insaturées. Le représentant essentiel des hydrocarbures est le squalène (C₃₀H₅₀)⁴ (polyterpène). On distingue aussi parmi les hydrocarbures insaturés les caroténoïdes dont les α , β et γ -carotènes.[39]
- ❖ **Les cires:** Ce sont des mélanges complexes d'esters d'acides gras et d'alcools gras (C₁₈ à C₃₀) . Chez les végétaux, elles contribuent à la formation des pellicules protectrices des graines et des fruits. Elles peuvent également s'accumuler dans certains tissus .[39]

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

❖ **Insaponifiable:** L'insaponifiable est constitué de composés qui après hydrolyse basique (saponification), sont très peu solubles dans l'eau mais solubles dans des solvants traditionnels des corps gras.

La proportion d'insaponifiable varie pour un corps gras non raffiné (brut) de 0,2 à 2% (moyenne aux environs de 1%) ; elle est fonction de l'origine et des traitements subis par le corps gras (raffinage).[40]

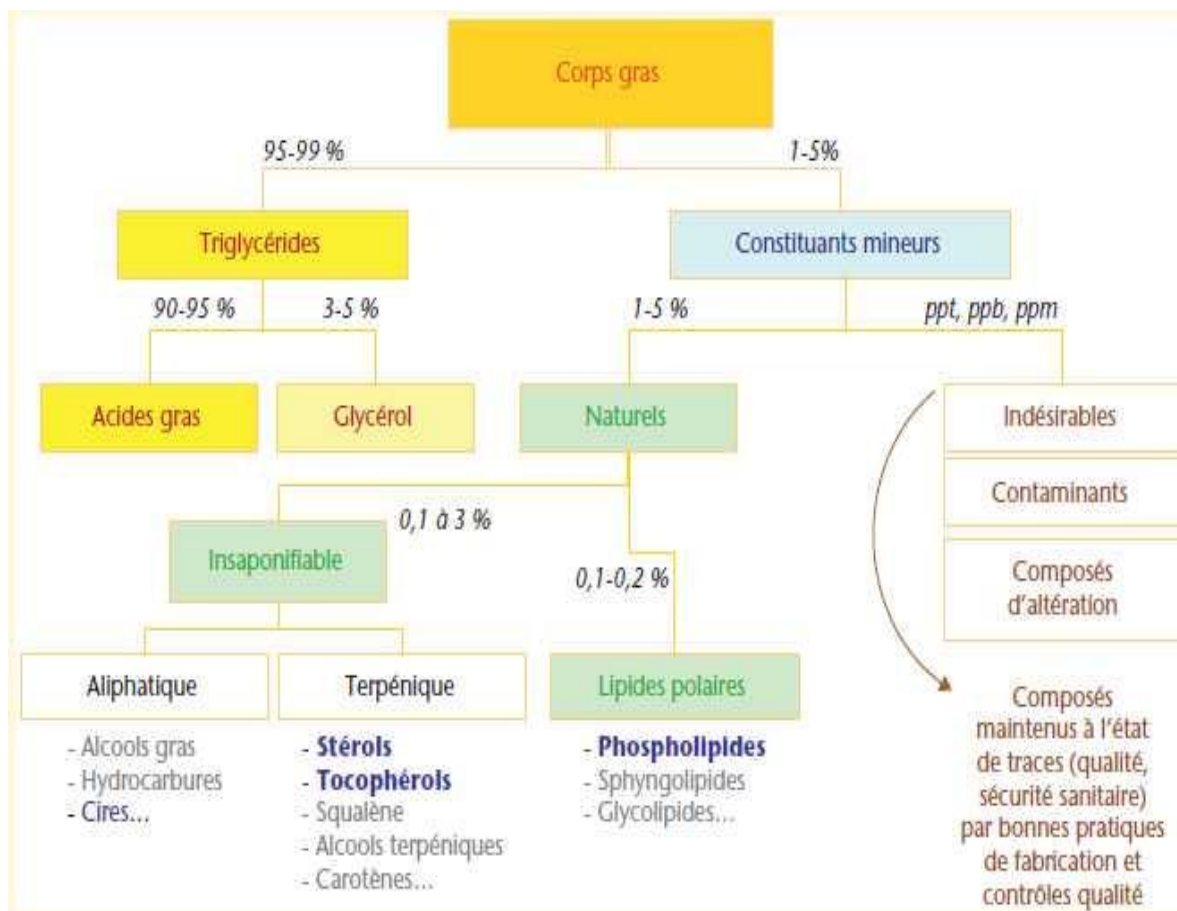


Figure II.4: Constituants des huiles végétales. [40]

II.5. Les caractéristiques des huiles végétales:

II.5.1. Propriétés physiques:

Le point de fusion: Il permet d'apprécier le degré de pureté d'un corps gras. Il dépend du degré d'insaturation et de la longueur de la chaîne carbonée.

Dans les acides gras insaturés, le point de fusion augmente avec la longueur de la

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

chaîne hydrocarbonée. Les acides gras insaturés ont un point de fusion inférieur à celui des acides gras saturés.[41]

Le point de fusion d'un triglycéride dépend de plusieurs paramètres:

- Il augmente avec la longueur de la chaîne.

Exemples :

✓ 44 °C pour l'acide laurique : C12 = 0

✓ 62,7°C pour l'acide palmitique: C16= 0

✓ 69,6°C pour l'acide stéarique: C18= 0

- Il diminue avec le nombre de double-liaisons CIS, pour une longueur de chaîne donnée.

Exemples : 13 °C pour l'acide oléique *J8 : J (isomère cis)* 5 °C pour l'acide linoléique 18 : 2 (isomère cis). En résumé, les corps gras étant pour l'essentiel composés de triglycérides, leur température de solidification sera en grande partie fonction de leur composition en acides gras.[42]

- ❖ **La densité:** La densité est le rapport de masse d'un certain volume d'huile par la masse du même volume d'eau distillée. Elle doit être toujours inférieure à 1. [41]
- ❖ **La solubilité:** Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau et généralement solubles dans les solvants organiques tels que (éther, chloroforme, alcool, acétone, sulfures de carbone, tétrachlorure de carbone ...). Cette insolubilité dans l'eau conditionne l'existence de nombreuses émulsions alimentaires.[42]
- ❖ **La viscosité:** La viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures et en particulier, à la longueur des chaînes (longueur de la chaîne et saturation). Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre d'insaturation (doubles liaisons) et de la température. [31]
- ❖ **L'indice de réfraction:** L'indice de réfraction représente un critère de pureté est un paramètre qui détermine le degré d'insaturation des acides gras entrant dans la composition des matières grasses. Il dépend de la composition chimique des huiles et de la température. Nous pouvons dire que les indices de réfraction changent

sensiblement d'une huile à l'autre et ces changements sont dus aux natures des huiles, durés de stockage et la température.[3]

II.5.2. Propriétés chimiques:

- ❖ **L'indice d'iode:** Indice d'iode est le degré d'insaturation d'un acide gras contenu dans une huile donnée. Il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'une huile, plus une huile est insaturée plus son indice d'iode est plus élevé . L'indice d'iode représente le nombre de grammes d'halogène fixé par 100 g de produit exprimé en mg d'iode. 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.[43]
- ❖ **Indice d'acide:** La détermination de l'acidité permet d'estimer la quantité d'acides gras libres dans un corps gras. 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.[43]
- ❖ **Indice de peroxyde:** L'indice de peroxyde d'un corps gras il est exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile. L'oxygène actif est l'oxygène existant sous forme de peroxyde qui permet oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode.[44] Il permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile. Plus une huile est insaturée, plus elle est sensible à l'oxydation ; Il croît avec l'insaturation de l'huile, et la peroxydation lipidique peut être évaluée par la mesure de la disparition des acides gras polyinsaturés la consommation d'oxygène et I_2 libéré au cours de la réaction d'oxydation.[29]
- ❖ **Indice de saponification:** C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les acides gras combinés (esters) présents dans un gramme de corps gras.[45]

II.6. Les utilisations des huiles végétales:

De nos jours l'huile végétale est utilisé à des fins alimentaires mais aussi pour la production des biocarburants .Telle que tiers de la production mondiale des corps gras est destiné à un usage industriel. [46]

II.6.1. Les utilisations des huiles végétales comme biocarburant:

L'idée d'utilisation des huiles végétales comme carburant n'est pas nouvelle. En effet, l'allemand, Rudolf Diesel avait utilisé l'huile d'arachide pour faire marcher un de ses moteurs à l'exposition de Paris en 1900. Contrairement au diesel, les carburants basés sur les huiles végétales produisent moins d'hydrocarbures, et pratiquement pas de soufre. Cependant, l'utilisation des huiles végétales comme carburant dans les moteurs à combustion n'est possible qu'après des changements dans les mécanismes de ces engins et après quelques modifications dans les caractéristiques de ces huiles. Pour produire le biodiesel, les chimistes traitent les huiles végétales dans un processus appelé trans-estérification. Ce procédé transforme l'huile végétale en un ester de méthyle. Cette transformation permet, en cas de combustion de l'huile en question, la production de moins de polluants par comparaison au diesel et laisse moins de résidus dans le moteur qu'une huile végétale non traitée. Le biodiesel produit également moins de substances organiques volatiles, moins de dioxyde de carbone, et moins d'hydrocarbures polycycliques qu'un diesel. Actuellement, le carburant produit par la transformation des huiles végétales reste deux à trois fois plus cher que celui extrait du pétrole. Pour cette raison, les chercheurs tentent à adapter les huiles végétales pour des utilisations très spécifiques où leurs avantages justifient le coût plus élevé. L'utilisation des huiles végétales comme source alternative d'énergie et comme lubrifiant peut engendrer des effets bénéfiques potentiels très diversifiés. En plus des effets bénéfiques sur l'environnement.[46]

II.6.2. Les utilisations d'ordre alimentaires:

Les huiles (liquide) et les graisses (solide) sont très utilisées en alimentation humaine, les huiles alimentaires sont faites de glycérides qui ne sont pas volatils, les glycérides sont faits d'acides gras et de glycérol ; les propriétés des huiles et des graisses sont déterminées par la structure des acides gras qui les composent. Il y a des évidences scientifiques qui montrent que les huiles hautement saturées posent des problèmes de santé de la même manière, les huiles hautement insaturées sont aussi déconseillées. Toutes les plantes contiennent des huiles (ex. l'huile d'olive) ou graisses (ex. le beurre du cacao) dans leurs semences. Elles servent aussi à la fabrication de margarines et d'autres produits alimentaires plus élaborés.[46]

II.6.3. Les autres utilisations industrielles:

Les huiles végétales sont aussi utilisées dans la fabrication des savons, des peintures et des produits cosmétiques, de parfums. et fabrication de bougies et d'encre, de verni, de peinture, de polymères et pour la préparation des lubrifiants et fabrication des désinfectants, produits pharmaceutiques.[47]

II.7. Technologie de fabrication des huiles:

Il existe deux modes de production des huiles:

- ❖ **L'extraction mécanique:** Il s'agit d'une pression à froid. Les fruits ou les graines sont séchés, et nettoyés, décortiqués et broyés, puis pressés à l'aide d'une presse à vis. Après centrifugation ou filtration, on obtient de l'huile vierge de première pression à froid. C'est encore la méthode utilisée pour l'obtention des huiles « nobles », huile d'olive, noix, noisette. [48]
- ❖ **L'extraction industrielle:** Le pressage des fruits ou des graines s'accompagne d'un chauffage à des températures élevées et pression à l'aide d'un solvant. Le solvant couramment utilisé est l'hexane. Ce dernier se mélange à l'huile d'extraction puis séparée de celle-ci par distillation. L'huile obtenue est ensuite raffinée avec une succession de procédés chimiques. Les rendements d'extraction sont élevés. C'est la méthode utilisée pour l'obtention des huiles courantes (tournesol, soja, colza, coton, etc.).[48]

II.7.1. Principes généraux de la trituration:

La trituration permet d'obtenir des huiles brutes par des moyens mécaniques par broyage de la graine ou du fruit puis par pression. La pratique démontre que le stade de préparation est très important une graine bien préparée se travaille mieux et avec de meilleurs rendements et avant que l'opération d'extraction des huiles soit entamée les graines subissent d'abord une série de traitements tels : le séchage le dépulpage le concassage, la torréfaction et la mouture.[33] . Cette étape est destinée à faciliter l'extraction de l'huile des graines, qui sont les suivants:

- **Nettoyage:** Les graines sont tamisées et nettoyées des impuretés (feuilles, tiges etc...) par aspiration d'air, elles subissent d'abord un dépoussiérage par un courant d'air. Puis le

nettoyage se poursuit par un tamisage et un passage sur des électroaimants; Elle permet d'éliminer certaines graines qui ne sont pas saines pouvant présenter une toxicité.[49]

- **Séchage:** Ceci impose de connaître le temps de séchage minimum des échantillons. Or, la durée du séchage varie en fonction de la nature de la matière première, de sa masse, de sa granulométrie et de son humidité initiale. Aussi doit-on travailler sur des graines, conditionnés au laboratoire pendant plusieurs jours, et dont le d'humidité ne dépasse pas à 7 %, par exemple. De plus admet que le séchage est terminé lorsque la différence de poids avant et après de séchage un séjour d'une demi-heure à l'étuve à 105 °C. [50]

- **Décortilage:** C'est l'opération la plus importante de la trituration qui peut être effectuée par des cylindres en surface cannelée assurant un éclatement de la coque sans trop briser afin d'éviter la production de farine qui constituerait une perte en matière grasse et ces caractéristiques sont généralement obtenues par une opération sépare la partie externe de la matière première avant d'en extraire l'huile. [33]

- **Broyage:** C'est une opération qui a pour but de dilacérer les cellules pour faire sortir les gouttelettes d'huile de la cavité centrale d'une part et de réduire la dimension des graines, afin de faciliter le travail de la presse ou l'action du solvant. Elle s'effectue à l'aide de broyeurs lamineurs à cylindres lisses ou cannelés. [33]

II.7.2. Procédé extraction des huiles:

II.7.2.1. Extraction par la presse:

Les graines oléagineuses contenant plus de 20 à 25% d'huile (colza, graines de tournesol, graines de coton, ...) sont généralement pressées mécaniquement afin d'extraire tout ou partie de l'huile contenue dans la matière première. Par ce procédé, on obtient une huile très pure ne contenant aucune substance étrangère. Par contre, ce procédé ne retire pas l'entièreté de l'huile des graines. Il reste, selon le type de graines extraites, 5 à 10 % d'huile dans le tourteau d'extraction. Cette partie de l'huile ne pourra donc pas être valorisée comme huile de consommation.[51] Ceci explique pourquoi les huiles "pression" sont plus onéreuses que les huiles "solvant", pourra donc la cage de presse et la forme de la vis. On distingue :

-Les presses à barreaux

-Les presses à vis.

➤ 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. Cette vis est enfermée dans une cage cylindrique composée de barreaux (longitudinaux) ou de disques (transversaux) dont l'écartement et l'étagement sont très précisément réglés. La longueur de la vis ainsi que ses diamètres, la progression de ceux-ci, le diamètre de la cage, l'étagement des barreaux, leur nombre, les différents écartements, tous sont calculés en fonction de plusieurs paramètres tels que la vitesse ou la quantité de graines amenée ainsi que le type de graines, dans la recherche d'un certain débit et d'un taux d'extraction honnête. Ici entre en jeu le savoir faire et l'expérience du constructeur, la qualité des aciers et de l'usinage. [52]

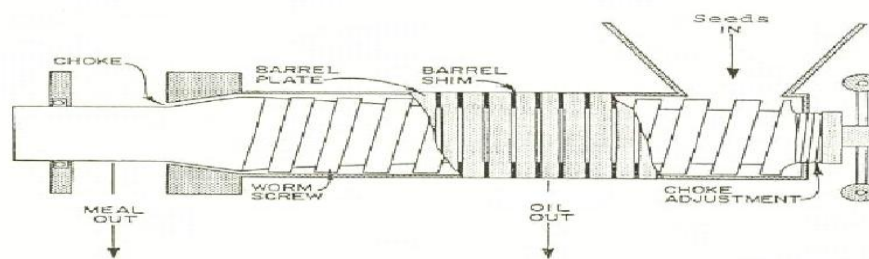


Figure II.5: Vue interne d'une presse à Barreaux.[53]

➤ Presse à vis:

Le corps de la presse est percé pour permettre l'écoulement de l'huile au fur et à mesure du pressage. Et les presses dites à vis ou à tube sont munies d'une vis cylindrique et 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. Elles peuvent être beaucoup plus pointues dans leur utilisation qu'une machine radiale. Comme pour les machines à barreaux, la difficulté réside dans leur conception c'est un équilibre entre quantité amenée, vitesse, temps, volume, pression, rapport diamètre de vis/longueur, diamètre et nombre de trous de sortie selon le type de graine et son taux d'humidité. Ce genre de machines possède néanmoins des avantages que des machines radiales n'auront jamais elles génèrent peu de sédiment, peu de phospholipides et des huiles qui décantent rapidement. De plus, elles sont capables de presser toutes sortes de graines sans modifications majeures. [52]

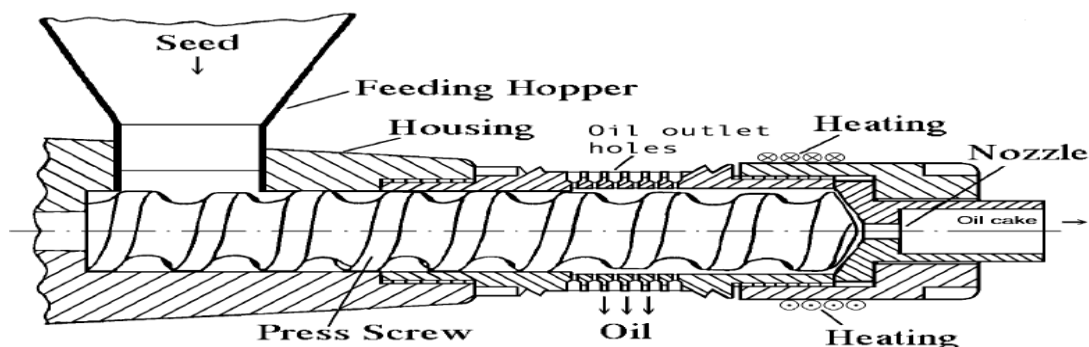


Figure II.6: Vue interne d'une presse à vis.[53]

II.7.2.2. L'extraction par solvant:

Le procédé d'extraction consiste à retirer l'huile du grain à l'aide d'un solvant. Les graines doivent être préalablement dépoussiérées et le plus souvent décortiquées ou dépelliculées. D'extraction par solvant et de séparation de l'huile présentes dans un milieu solide, l'opération fait souvent appel, d'un point de vue technologique, à la diffusion au sein du solide d'un fluide (liquide) porteur, appelé solvant d'extraction ; l'extraction se présente ainsi comme une interaction solide – liquide. par solubilisation dans un solvant organique (comme l'hexane). [54]

Les opérations d'extraction solide-liquide regroupent plusieurs méthodes différentes consistant toutes à faire interagir le solvant sur le matériau solide afin de dissoudre ses composants solubles: [54]

- ✓ **La percolation:** Consiste à laisser couler un solvant (généralement très chaud) sur un lit de solides finement divisés. La préparation du café relève de cette opération. [54]
- ✓ **La macération:** Est une infusion dans un solvant à froid. L'opération bien que généralement longue et à rendement souvent médiocre, est la seule méthode utilisable dans le cas de l'extraction d'un ensemble de molécules fragiles. Pour être efficace, une macération, peut durer de 4 à 10 jours environ ; ceci peut présenter quelques inconvénients, notamment si le solvant utilisé est l'eau. [54]
- ✓ **L'extraction par Soxhlet:** L'extraction par Soxhlet est une technique générale et bien établie, et qui dépasse en performance les autres techniques conventionnelles d'extraction, excepté dans le cas de l'extraction des composés thermolabiles. L'extraction par Soxhlet dépend fortement des caractéristiques de la matrice solide et

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

de la dimension des particules car la diffusion interne est souvent l'étape limitante pendant l'extraction. [54]

II.7.2.2.1. Propriétés du solvant d'extraction idéal:

Les principales propriétés souhaitées pour le solvant utilisé en huilerie, afin d'obtenir une bonne qualité d'huile extraite aux moindres coûts d'exploitation sont : [33]

-Un point d'ébullition bas, mais suffisamment élevé avec un intervalle de distillation étroit, afin de faciliter l'élimination du solvant dans l'huile.

-Un point de fusion au dessous de 0°C pour éviter les cristallisations dangereuses.

-Une faible viscosité, pour faciliter les transferts.

-La non miscibilité et la non solubilité à l'eau.

-Des propriétés calorifiques (chaleur spécifique et chaleur de vaporisation faible) permettant d'effectuer une récupération aisée.

-Conserver à l'huile et aux tourteaux leurs qualités d'origine. [33]

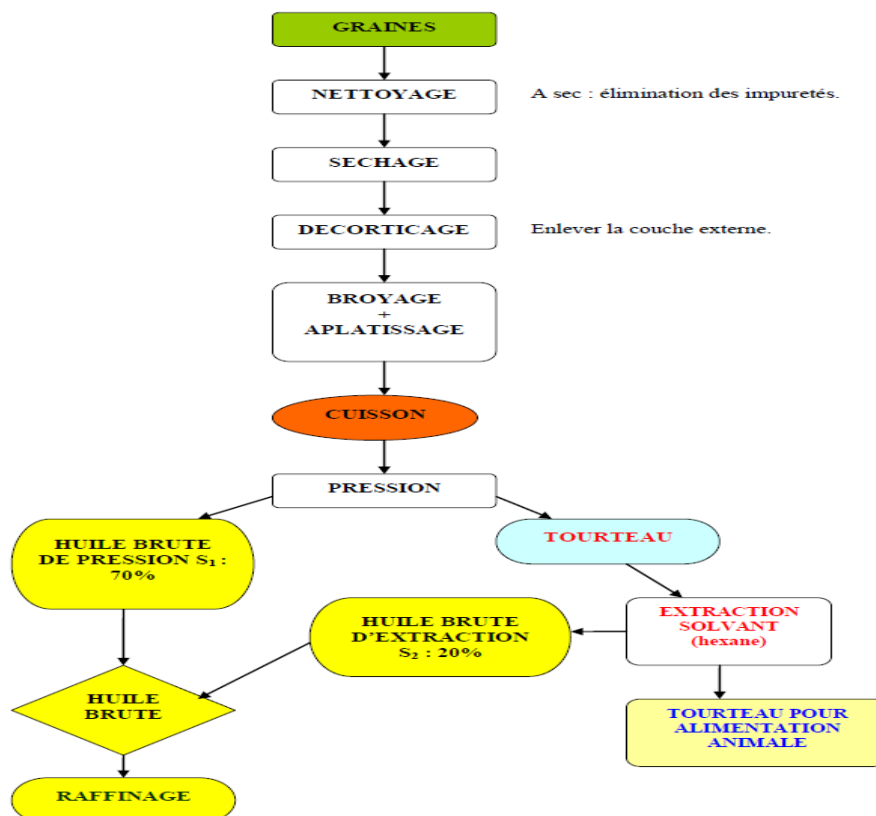


Figure II.7: Les étapes d'extraction d'huile brute.[55]

II.7.3. Le raffinage des huiles:

L'objectif du raffinage des huiles et graisses comestibles est d'éliminer les acides gras libres et autres substances indésirables, y compris les impuretés, tout en maintenant la valeur nutritionnelle et garantissant la qualité et la stabilité du produit final. L'objectif de l'étape de raffinage est d'éliminer les phospholipides (dégommage), les acides gras libres (neutralisation), les pigments (décoloration), les cires dans le cas du tournesol (déparaffinage) et les composés odorants (désodorisation). Les contaminants possibles (pesticides, métaux lourds) sont également éliminés. Il existe deux principaux procédés de raffinage utilisés sur les huiles brutes : le raffinage chimique/alcalin et le raffinage physique. Ils diffèrent principalement dans la façon dont les acides gras libres sont éliminés. Le raffinage permet également à l'hexane d'être retiré à un niveau indétectable.[56]

II.8. Le coton:

II.8.1. Généralités sur le coton:

Le cotonnier est une plante de la famille des Malvacées et du genre *Gossypium* qui comporte 49 espèces dont quatre sont cultivées, mais dépend des cultivars et des conditions pédoclimatiques et ci Herbacé ou ligneux. Le cotonnier pousse dans les régions tropicale et subtropicales aride. Le cotonnier sauvage (« coton pérenne ») vie un dizain d'années et peut mesurer jusqu'à dix mètre. La culture de *Gossypium hirsutum* joue un rôle économique considérable car cette espèce représente près de 95 % de la production mondiale. Son cycle dure en moyenne 140 jours, du semis à la récolte .Avec une production mondiale qui est actuellement estimée à 27 millions de tonnes, le cotonnier constitue la première plante textile au monde. La récolte du coton graine donne en moyenne 40% de fibres et 60% de graines, dont 50% du poids sont constitués d'amandes pures, contre 40 à 45% de coques, le reste étant représenté par le duvet résiduel recouvrant la graine après arrachage des fibres. Cependant, la disponibilité sur le marché des co-produits du coton est tributaire de l'offre et de la demande de coton textile, qui reste le débouché essentiel de la plante. Le coton en tant que matière première oléoprotéagineuse, est peu utilisé; les transactions internationales ne portent que sur 2% du commerce des huiles et seulement 1% des graines de coton produites , pourtant l'huile de coton arrive, avec 4,94 millions de tonnes de production (Tableau II.1) ce qui plaçait le cotonnier au cinquième rang des plantes oléagineuses, derrière le soja, le tournesol, le colza et l'arachide.[57]

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

Industriellement, l'huile est extraite par pression, par solvant, ou par combinaison de ces deux procédés. Et considéré il fait partie du groupe des fibres textiles où on distingue cinq types de fibres textiles : [58]

- Les fibres végétales (Lin, Coton, Chanvre, Jute, Sisal et Raphia).
- Les fibres animales (Laine, Soie, Cachemire, Mohair, Angora, Alpaga).
- Les fibres artificielles, obtenues par le traitement chimique de matières naturelles : le lait pour le lanital, la cellulose du bois pour la viscose : Lanital, Viscose.
- Les fibres synthétiques, obtenues par la transformation des molécules de matériaux de base, principalement du pétrole :(Polyamides,Acryliques,Polyesters, Polyéthylènes, Polyuréthanes).
- Les fibres minérales (Amiante, Verre, Carbone).[58]

Tableau II.1: Production mondiale des huiles végétales fluides (en milliers de tonnes métriques). [57]

Huiles végétales	Années de production				
	1976/1977	1977/1978	1978/1979	1979/1980	1980/1981 (prévision)
Soja	10470	12490	13180	14130	14530
Tournesol	3665	4540	4575	5 545	4600
Colza	2310	2 650	3 635	3 355	3685
Coton	2 675	2955	2830	3 060	3100
Arachide	3 180	3 035	3285	3235	2310
Olive	1435	1495	1590	1435	1905
Sésame	615	655	660	690	
Mais	485	520	550	585	
Carthame	190	235	355	335	
Autres huiles	610	635	663	680	2330
Total	25 615	29 310	31365	33 370	22 960

II.8.2. Conditions climatiques de la culture du coton:

La qualité d'une récolte de coton est fortement liée par les conditions climatiques (température, pluviométrie). Elle varie donc d'une région de culture à une autre et peut s'étendre sur plusieurs saisons selon le climat.[59]

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

- Climat : Chaud, avec une période sèche surtout lors de la maturation de la plante et de la récolte.
- Sol : La plante préfère des sols de texture moyenne, profonds et riches en matière organique, perméables, bien drainés et assez fertiles. Toutefois, cette plante à grande adaptabilité, peut être cultivée dans différents types de sols aux caractéristiques physiques plus hostiles et moins fertiles, avec un minimum de corrections. [59]
- Température : Elle doit être comprise entre 14°C et 40°C, la température idéale se situant entre 23°C et 32°C. Au-dessus de 35°C, la photorespiration est trop élevée ce qui réduit la photosynthèse nette et handicape la capacité productive de la plante. [59]
- Humidité : Autour de 60%.
- Précipitation : De 700 à 1300 mm ; mais une production raisonnable peut être obtenue avec moins de 600 mm de pluies durant son cycle, ou au contraire avec plus de 2.000 mm comme dans l'état du Mato Grosso (MT). [59]
- Altitude : Peut être cultivé jusqu'à 1.000 m si la température le permet. [59]

II.8.3. Structure de la grain de coton:

II.8.3.1. La description morphologique de coton:

Le cotonnier est un arbuste de un à deux mètres de hauteur. Pérenne à l'état sauvage, il est très majoritairement cultivé comme plante annuelle. Sa tige principale est cylindrique, droite, et porte des rameaux émis au niveau de ses nœuds. Les branches latérales sont soit « végétatives », en nombre variable à la base du plant, soit « fructifères » à partir d'un certain niveau (Figure II.8). Le cotonnier présente plusieurs types de feuilles, les feuilles principales étant généralement lobées, mais avec un grand polymorphisme suivant les espèces et les variétés. La fleur de type hermaphrodite, est symétrique et complète, entourée de bractées, avec des pétales généralement jaunes qui deviennent roses après la fécondation. Sa racine principale est pivotante, dans la continuité de la tige principale de la plante, pouvant atteindre jusqu'à 2,5 m de profondeur. L'ensemble des racines se situe en grande partie dans les 20 premiers centimètres du sol. Sur diverses parties de la plante, le cotonnier présente des glandes à gossypol, renfermant divers pigments toxique.[59]



Figure II.8: Développement du fruit du cotonnier.[60]

II.8.3.2. La récolte:

La récolte du coton-graine est effectuée et peut se faire en plusieurs passages au fur et à mesure de l'ouverture des capsules. Et s'étaler sur un laps de temps plus ou moins important selon les variétés et les conditions de croissance de la plante. Elle doit toutefois avoir lieu avant que le coton-graine ne tombe . La récolte du coton peut être manuelle ou mécanique suivant les étendues cultivées et les moyens disponibles dans chaque pays. La récolte manuelle fournit en général un coton-graine peu chargé en matières étrangères (Figure II.9). De plus, elle peut permettre une première classification de la récolte selon l'aspect de la fibre. Cependant, ce type de ramassage est lent et nécessite une main d'œuvre importante. Quant à la récolte mécanique, elle est de pratique courante dans les pays où les exploitations sont de grande surface. Elle permet un ramassage rapide du coton-graine, mais augmente le taux de matières étrangères.[60]

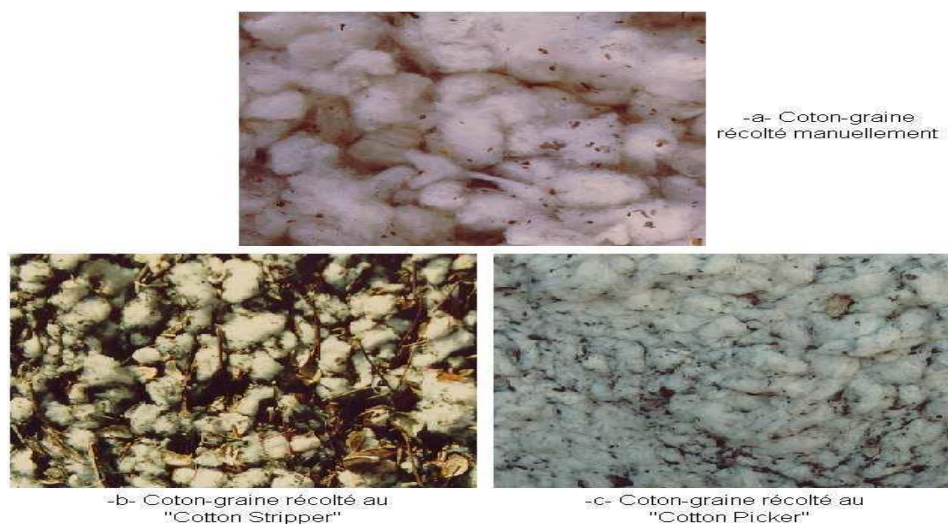


Figure II.9: Coton-graine selon le mode de récolte. [60]

II.8.3.3. Description du produit récolté:

La récolte des capsules est constituée par du coton-graine, graines et fibres encore liées au tégument de celles-ci. La fibre de coton est en effet un cylindre de diverses couches de cellulose déposée dans de longs poils ayant pris naissance sur des cellules de l'épiderme de chaque graine. Pour être utilisée en industrie, la fibre doit donc être au préalable séparée de la graine, processus industriel ou artisanal appelé « égrenage » ou « égrainage » telle que le coton-graine est soumis à diverses étapes de nettoyage, séchage et ouverture avant d'être soumis au processus même d'égrenage qui sépare la fibre de la graine.[59]

❖ La fibre:

La fibre de coton est unicellulaire ; elle se développe à partir d'une cellule de l'épiderme de l'ovule. Sa formation commence avant l'anthèse ou le jour même de l'anthèse par la différenciation de quelques cellules épidermiques au niveau de la chalaze (partie arrondie de la graine). Le processus s'étend ensuite vers le micropyle (extrémité opposée de la graine) et s'intensifie considérablement après pollinisation. (Cité les auteurs) rapportent que l'initiation et le développement des fibres avant anthèse montre que leur formation n'est pas complètement dépendante de la fécondation et de la fertilisation de l'ovule. D'où la présence de fibres sur des graines non fécondées. Les poils qui se forment dans les 5 jours après la fécondation donneront naissance aux fibres (dites lint ou soies) qui représentent le principal intérêt commercial de la culture cotonnière. Les fibres issues d'une même graine ont une longueur variable. Cette variabilité serait liée au moment d'initiation de la fibre. Les fibres les plus courtes sont celles dont la différenciation a été la plus tardive. Après une rapide

expansion diamétrale (entre 12 et 25 μm), les fibres, en forme de tubes creux, se développent en s'allongeant. Elles atteignent leur développement définitif entre le 18ème et le 25ème jour de croissance. À ce stade, la paroi de la fibre est composée de cellulose amorphe ; elle est encore mince et constitue la membrane primaire. Cette membrane possède une structure orientée transversalement conservée durant toute la période de développement de la fibre. Le développement longitudinal de la fibre étant achevé, l'épaississement interne de la paroi cellulaire débute alors par le dépôt successif de couches celluloses de structure fibrillaire spiralée constituant la membrane secondaire. La phase d'épaississement s'achève au bout de 25 à 35 jours ; l'épaisseur de la paroi atteint environ 5 μm à l'ouverture de la capsule.[60]

❖ La graine:

La capsule est constituée de 3 à 5 loges ; chaque loge peut contenir de 6 à 9 graines. Les graines sont de forme ovoïde (Figure II.10) et peuvent avoir des tailles différentes selon les variétés et les conditions de culture. La taille des graines est définie par un indice qui correspond à une masse de 100 graines ou « seed index ». La graine est constituée d'une amande (50 à 55% de son poids, enveloppée d'une coque de couleur brun– foncé ou noire (40 à 45% du poids de la graine). Selon les espèces, la coque peut être recouverte de linter ou duvet. Les graines, comme la majorité des organes aériens du cotonnier, sont naturellement pourvues de glandes à gossypol, qui est un pigment toxique pour les animaux monogastriques et pour l'homme. La production de graines représente entre 55 et 65 % de la récolte de coton-graine. Cependant, sa valeur marchande atteint à peine 15% de celle de la récolte. Tous les constituants de la graine peuvent être séparés successivement et valorisés pour des usages variés. Le duvet (linter) est récupéré à l'aide de machines appelées « délinteruses ». Il est exploité dans la fabrication de coton hydrophile, de rembourrage pour matelas, ou comme matière première pour diverses industries chimiques. Les coques sont ensuite séparées des amandes par une opération de décorticage et sont généralement utilisées comme combustible. Les amandes restantes servent à l'extraction d'huile comestible ; les tourteaux qui en résultent, riches en protéines, sont utilisés pour l'alimentation des ruminants. La création de variétés de cotonnier sans glandes à gossypol (dits « glandless ») a ouvert la voie, pendant quelques années, à une exploitation des graines dans l'alimentation humaine. De nouvelles possibilités de valorisation de la graine de coton sont également étudiées notamment dans le domaine de la fabrication de matériaux biodégradables.[60]

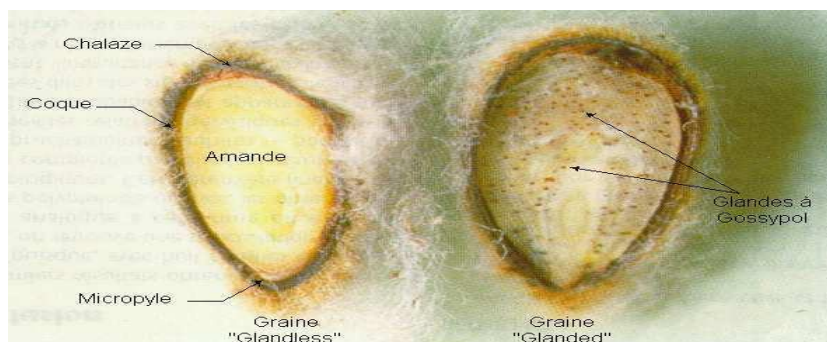


Figure II.10 : Coupe longitudinale de deux graines de coton, glanded et glandless. [60]

II.8.4. Traitements des graines de coton:

Trois types de traitements (thermiques, mécaniques ou chimiques) sont utilisés par les huileries durant le processus d'extraction de l'huile de la graine de coton (Figure II.11). Les traitements thermiques utilisent une voie sèche (torréfaction), humide (hydrothermie) ou encore indirecte par extrusion. Lors de la torréfaction, la chaleur est transmise par conduction (colonne de cuisson), par convection (four conventionnel) ou par rayonnement. Ces procédés sont respectivement connus, à l'échelle industrielle, sous les noms de « torréfaction » proprement dite (roasting en anglais), d'expansion (ou popping) et d'infranisation (micronisation). Les traitements hydrothermiques conjuguent l'action de la chaleur à celle d'une hydratation externe sous forme d'eau ou de vapeur à pression réduite. Le procédé le plus connu est l'autoclavage qui est peu pratiqué sur le plan industriel. L'extrusion (cuisson-extrusion) est un processus complexe au cours duquel les graines de coton sont soumises aux effets conjugués de la pression et de la température durant un temps très court réduisant ainsi la digestibilité de certaines acides aminées suite à des phénomènes de polymérisation. Divers tests, comme celui de la lysine disponible et l'indice de disponibilité des protéines, renseignent sur la qualité du traitement thermique. Les traitements mécaniques divisent les graines en particules plus petites, par aplatissage, broyage (broyeur à marteaux), ou cisaillement (broyeur à couteaux) améliorant ainsi la surface de contact avec les solvants organiques lors de l'extraction. Ce traitement permet également de séparer les amandes des coques. La fève obtenue après le traitement mécanique peut être soumise à l'action d'un solvant ou d'une presse pour en extraire l'huile. L'extraction par pression peut se faire sous pression discontinue à froid (PDF) ou pression continue à chaud (PCC). En mode PDF, l'huile est extraite par pressions successives à une température inférieure à 80°C. Le rendement en

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

huile est toutefois faible, les tourteaux (tourteaux de pression) conservent 6 à 12 % de matières grasses. L'extraction sous PCC nécessite d'abord un préchauffage jusqu'à 90°C des graines qui, ensuite, sont pressées dans une vis sans fin où la température atteint jusqu'à 120°C. Le rendement est meilleur qu'avec une PDF et le taux de matière grasse (Mg) résiduelles dans les tourteaux (appelés « expeller ») se situe entre 4 et 6 %. Lors d'une extraction au solvant, les lipides sont solubilisés dans des solvants organiques (comme l'hexane) chauffés à 50-60°C puis extraits par percolation du solvant pendant 4 à 5 heures. Il faut ensuite distiller le mélange par chauffage à 115-120°C. Le taux d'extraction est très important et les teneurs en Mg dans les tourteaux « déshuilés » sont comprises entre 0,5 et 2,5 %. Ces tourteaux, présentés sous forme de fines particules ou farine, peuvent être réhumidifiés et comprimés en granulés. [61]

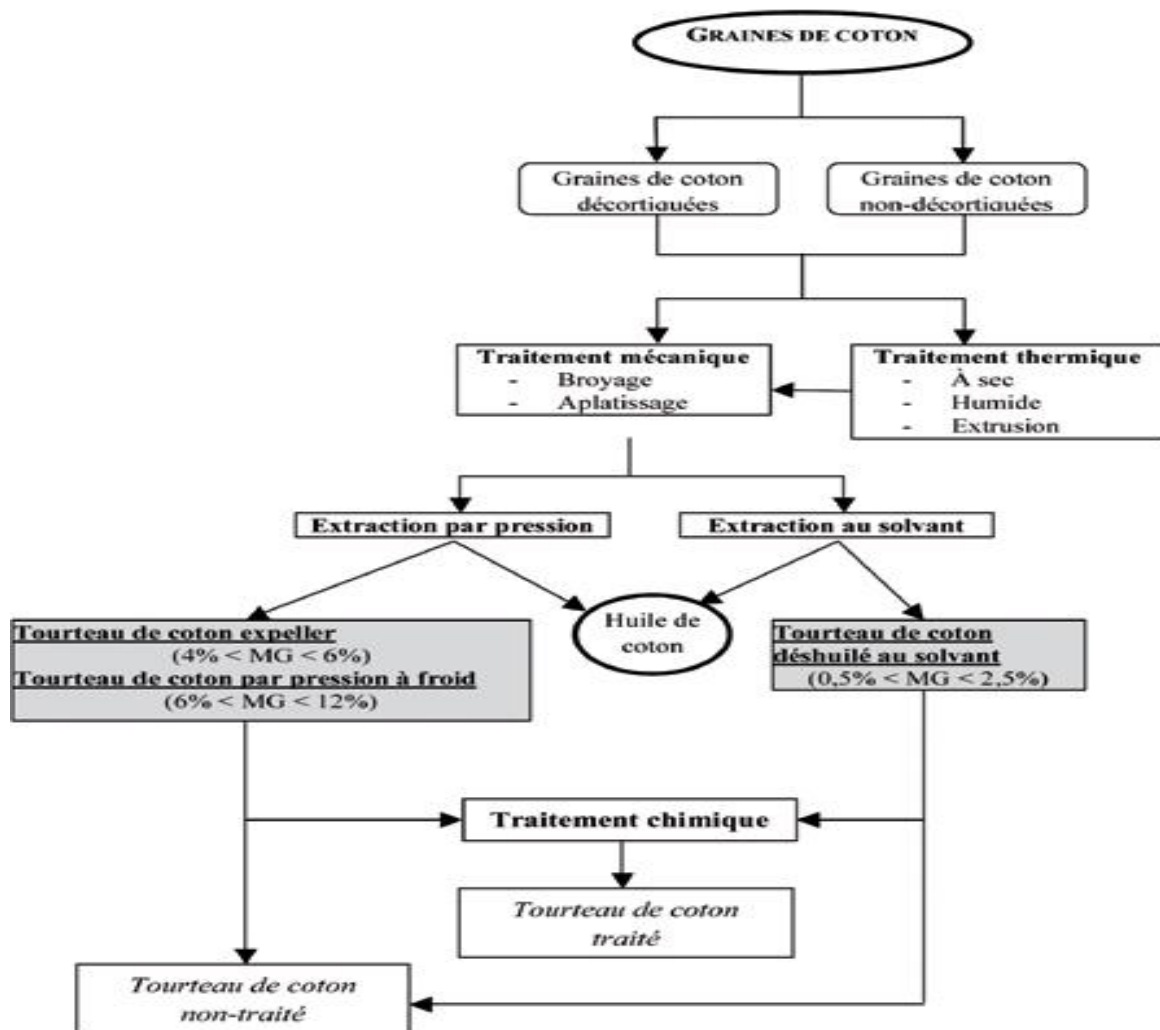


Figure II.11 : Les divers traitements des graines de coton. [61]

II.8.5. Composition chimique des co-produits de la graine de coton:

L'huile et le tourteau constituent les dérivés essentiels des graines de coton, la trituration des graines donnerait 45 % de tourteau, 25 % de coques, et 16 % d'huile. La composition chimique des sous-produits de la graine de coton varie selon qu'il s'agit de la graine entière, de l'amande ou du tourteau. Les teneurs en nutriments dépendent beaucoup de la méthode d'extraction de l'huile, des proportions de duvets et de linters et du niveau de décorticage des graines. [57]

II.8.5.1. Composition chimique des tourteaux de coton:

Les tourteaux constituent une source de protéine dont la teneur moyenne, par rapport à la matière sèche, est comprise entre 22,2 % et 30,3 % pour les tourteaux de coton non décortiqué (TCND) et variant, pour ceux issus de graines décortiquées (TCD) entre 29,7 et 56,0 % . L'extraction au solvant (ou Tourteau de coton déshuilé au solvant –TCDS) donne un produit plus riche en protéine brute (PB) allant de 38,7 jusqu'à 52,0 % avec certaines variétés sélectionnées. Ces fortes variations résultent du processus d'extraction de l'huile. Le tourteau obtenu est donc également plus ou moins riche en fibres et plus ou moins gras. Les résultats d'analyses effectuées sur les teneurs en acides aminés des co-produits du tourteau de coton révèlent les faibles teneurs en cystine, méthionine et lysine des protéines de la graine de coton. Enfin, le tourteau de coton constitue une bonne source de vitamine B1 (thiamine) et de vitamine E (α -tocophérol). Cette dernière a une action antioxydante stabilisatrice à l'égard des acides gras poly-insaturés (PUFA) de la graine de coton. [57]

II.8.5.2. Composition chimique de l'huile de coton:

L'huile de coton est le standard de référence le plus souvent utilisé dans les tests d'évaluation du goût et de l'odeur des autres huiles alimentaires. Pour les nutritionnistes, une huile diététiquement idéale est composée d'un tiers d'acides gras saturés, un tiers d'acides gras mono-insaturés et un tiers d'acides gras polyinsaturés (Pascal, 1996). L'huile de graine de coton est la plus proche de cette composition (Tableau II.2). D'autre part, ses taux élevés d'acide oléique, palmitique et stéarique lui confèrent une certaine stabilité (Pascal, 1996). Il faut noter également que l'huile de coton sans gossypol présente après raffinage un goût agréable et une composition en acides gras polyinsaturés satisfaisante sur le plan nutritionnel. Elle est particulièrement riche en acide linoléique (Tableau II.3). Enfin, l'huile de coton est riche en tocophérols qui sont des antioxydants naturels assurant sa stabilité et sa conservation

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

à long terme. Cette forte teneur en vitamine E (α tocophérol) fait de cette huile un atout diététique potentiel. [61]

Tableau II.2: Composition en acides gras des différentes huiles alimentaires habituellement utilisées. [61]

Huiles	Acides gras saturés	Acides gras mono insaturés	Acides gras polyinsaturés
Coton	22%	23%	55%
Palme	50%	40%	10%
Soja	15%	25%	60%
Colza	8%	62%	30%
Arachide	20%	59%	21%

Tableau II.3: Pourcentage des acides gras dans quelques huiles végétales. [55]

Acide gras		Huile d'olive	Huile colza	Huile soja	Huile maïs	Huile tournesol	Huile coton
Acide palmitique	C16 :0	7,5 – 20	3,0 – 5,0	8 - 13	9,1 -16,8	5,5 -7,7	21 – 26,8
Acide stéarique	C18 :0	0,5 – 5	1 – 2	2 - 5	1,4 - 3	2,8 – 6,5	2 – 3,3
Acide oléique	C18 :1	55 – 83	52 - 67	20 - 50	20 - 38	14 – 38	14 - 22
Acide linoléique	C18 :2	$\leq 3,5 - 21$	16 – 24,8	35 - 60	39,5 - 65	48,2 - 74,2	46,5 - 58
Acide linoléique	C18 :3	$\leq 0,9$	6,5 - 14	4 - 10	0,6 – 1,4	0 - 0.1	0 – 0,4
Acide arachidique	C20 :0	$\leq 0,6$	0,2 – 0,8	0,2 – 0,5	0,3 – 0,7	0,2 – 0,4	0,2 – 0,5
Acide eïcosénoïque	C20 :1	$\leq 0,4$	0,9 – 2,4	0 – 0,2	0,2 – 0,4	0 – 0,2	0 – 0,1
Acide béhénique	C22 :0	$\leq 0,2$	0,1 – 0,5	0,5 – 1,6	0 – 0,5	0,7 – 1,3	0 – 0,6

II.8.6. Utilisations des graines de coton:

De la graine de coton est riche en huile et protéine mais elle contient un pigment toxique, le gossypol. En pressant on obtient l'huile de coton (le gossypol est éliminé), une huile alimentaire de bonne qualité, pratiquement sans odeur, riche en acides gras polyinsaturés et sans cholestérol. Elle constitue la sixième huile végétale au monde. Après extraction de l'huile, reste le tourteau destiné à l'alimentation des ruminants. [62]

II.8.6.1. Utilisation de l'huile de coton carburant:

À côté de son usage alimentaire, deux voies majeures peuvent être considérées par les pays producteurs :

- l'utilisation en circuit court d'autoconsommation.
- l'utilisation en tant que carburant.

❖ Le circuit court d'autoconsommation concerne les petits producteurs et les sociétés cotonnières : Les premiers pour avoir accès à un substitut du fioul, les seconds pour alléger une facture pétrolière croissante. L'huile de coton naturelle issue de procédés d'extraction artisanaux est directement utilisable pure ou en mélange avec du fioul dans certains moteurs diesels couvrant la gamme de puissance de 5 à 100 kW. Les autres moteurs diesels doivent subir quelques modifications mécaniques ou être utilisés sous certaines conditions de charge. Il produit de l'huile et des tourteaux utilisables en alimentation animale, il ne nécessite pas de produits chimiques et ne génère pas d'eaux usées en grande quantité. [63]

❖ En tant que carburant c'est-à-dire, un biocarburant utilisé, pur ou en mélange, de façon banalisée par des utilisateurs, l'huile de coton doit être adaptée aux contraintes techniques des moteurs diesels du marché. Les moteurs à injection directe n'acceptent pas les huiles végétales naturelles. C'est généralement par estérification que les huiles végétales sont transformées en carburants, communément appelés Biodiesel, respectant les spécifications des fiouls et gazoles. Il est alors possible de produire un biocarburant utilisable en mélange ou pur en substitution des produits pétroliers pour diesels. L'huile de coton utilisée ici est d'origine industrielle, elle nécessite un raffinage quasi complet car elle est semi siccatrice, ce qui peut poser des problèmes lors de l'opération d'estérification et dans certains organes mécaniques des moteurs. À côté de son utilisation en moteurs, il faut également citer la possibilité d'usage comme combustible pour brûleurs. Moins contraignant en termes d'adaptation des équipements, cet usage est en train de se développer en Europe pour le séchage des produits

Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales

agricoles ou pour le chauffage collectif et domestique grâce à l'apparition de brûleurs adaptés.[63]

Chapitre III : Matériels et méthodes

Chapitre III: Matériels et méthodes

III.1. Extraction de l'huile des graines de coton:

Le tableau suivant regroupe tout les produits chimiques et matériels utilisés dans notre étude.

Tableau III.1: Produits chimiques et matériels utilisés

Produits	Matériels et verreries
- Acide chlorhydrique concentré(HCl)	- Agitateur magnétique (STUART UC152)
- HCl (0,5mol/l)	- Ampoule à décanter
- Ethanol (96 %)	- Bain marie
- Ether Di éthylique C ₄ H ₁₆ O	- Ballon (250 ml)
- Hydroxyde de potassium KOH (0,1 N)	- Becher
- Indicateur coloré (phénolphtaléine)	- Densimètre (METTLER TOLEDO Densito 30PX)
- Méthanol CH ₄ O	- Dessiccateur
- Hexane	- Pipette graduée
	- Pissette
	- Pompe à vide
	- Réfrigérant à reflux
	- Thermomètre
	- Tubes à essayes
	-Viscosimètre (Visco Ball Fungilab V90000)
	- Papier filtre
	- Spectroscopie infrarouge
	- Etuve
	- Rotavapeur
	- Appareil soxhlet

III.1.1. Préparation de l'échantillon:

- **Décorticage:**

Les graines de coton 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. [26]

- **Le séchage:**

Le rôle du séchage est d'éliminer l'humidité. Nous avons séché les graines de coton dans une étuve de séchage à 105 °C pendant 6 heures.



Photo III.1: Séchage des graines de coton dans l'étuve.

- **Le broyage:**

Le broyage des graines de coton nous permet d'avoir un substrat homogène et on obtient ainsi une farine fine, l'opération est réalisée par un broyeur.



Photo III.2: Graines de coton avant de broyer



Photo III.3: Graines de coton Après broyage

III.2. Procédés d'extraction:

III.2.1. Extraction par solvant (Méthode de Soxhlet):

a. 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. Le solvant utilisé est: l'Hexane. [26]

Une fois l'extraction terminée les solvants sont éliminés à l'aide d'un Rotavapeur. 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. [26]

b. Mode opératoire:

- Nous pesons 10 g de la farine des graines de coton.
- Introduire l'échantillon dans une cartouche en qui est perméable au solvant.
- 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 200 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.

Chapitre III: Matériels et méthodes

- La solution obtenue est passée dans le Rotavapeur 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. [26]



Photo III.4: L'extraction de l'huile de coton par Soxhlet



Photo III.5: Séparation de l'huile par le Rotavapeur.

c. Expression des résultats:

La teneur en matière l'huile totale exprimée en pourcentage de masse de produit, est donnée par la formule suivante :

$$R = \frac{M_2 - M_1}{M_0} \times 100$$

M_2 : Poids du ballon avec l'huile extraite (g).

M_1 : Poids du ballon vide (g).

M_0 : Masse de la prise d'essai (g).

III.3. Paramètres physico-chimiques:

III.3.1. Paramètres chimiques:

- **Indice d'acide (AFNOR T60 204):**

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 phénolphaléine, 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 0,5g 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).



Photo III.6: Titrage de l'huile

c. Expression des resultants:

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

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

V : Volume de potasse employé.

N : Normalité de la solution.

P : Masse de la prise d'essai.

- **Indice de saponification (AFNOR T60 206):**

a. Principe:

La prise d'essai est soumise à une ébullition à reflux avec une solution d'hydroxyde de potassium puis titrée par l'acide chlorhydrique (HCl) en présence d'un indicateur coloré (phénolphaléine).

Chapitre III: Matériels et méthodes

b. Mode opératoire:

On pèse, à 5mg près, environ 0,5g 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 (0,5M) et quelques pierres ponce, 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 phénolphaléine (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.



Photo III.7: Avant titrage d'huile



Photo III.8: Après titrage d'huile

c. Expression des resultants:

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

$$I_s = [(V_0 - V_1) \times C \times 56.1] / m$$

Où :

V_0 : Volume, en ml de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc.

V_1 : Volume, en ml de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour la détermination.

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

m : Masse, en gramme, de la prise d'essai. Le résultat donné avec une décimale est la moyenne arithmétique des deux déterminations.

III.3.2. Paramètres physiques:

- **La densité:**

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.

b. Mode opératoire:

1^{ère} chose on a nettoyé le tube de remplissage par l'acétone avant l'utilisation, puis on a Branchement du tube de remplissage: Visser le tube de remplissage à la main jusqu'à ce qu'une certaine résistance se fasse sentir, 3^{ème} chose on a fixation de l'adaptateur de seringue: Retirer la vis d'obturation sur le côté de l'instrument. Visser l'adaptateur à la main jusqu'à ce qu'une certaine résistance se fasse sentir, puis on a mise en marche de l'instrument: Appuyé sur la touche "Power On" l'appareil passe immédiatement à l'écran principal (mode de mesure). Puis appliquer une pression du pouce pour remplir une quantité d'huile, ensuite attendre quelques secondes pour stabiliser, et en fin noter le résultat, et enfin mise à l'arrêt de l'instrument: Appuyer sur la touche "Power Off" jusqu'à ce que (Éteindre) s'affiche. A la fin nettoyer l'instrument. [5]

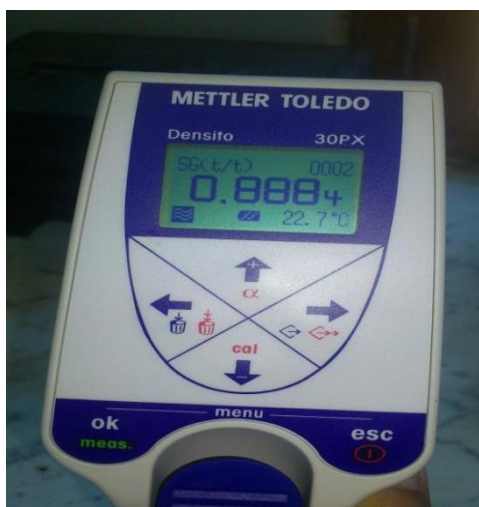


Photo III.9: Mesure de la densité à l'aide de densimètre

- **La viscosité:**

a. Principe:

La viscosité est définie comme la résistance à l'écoulement uniforme et sans turbulence se produisant dans la masse d'une matière.

Le viscosimètre VISCO BALL mesure la viscosité des liquides newtoniens transparents. Cette viscosité est corrélée au temps nécessaire à une bille pour tomber d'une distance définie. Le mouvement de roulement et de glissement de la bille à travers l'échantillon rempli dans un tube de mesure cylindrique légèrement incliné est décrit ou moyen du temps de chute. Les résultats des tests sont donnés sous forme de viscosité dynamique en utilisant l'unité absolue normalisée au niveau international de "mili pascal secondes" (mpa' s).

b. Mode opératoire:

La viscosité de l'huile d'un viscosimètre à chute de bille contenue dans un bain à une température donnée, dont le dispositif est illustré (Photo III.10).

Une sphère (bille de stainless steel) se déplace sous l'action de la pesanteur dans un tube en verre qui contient le fluide à expérimenter. La bille atteint rapidement une vitesse limite, ce qui permet de calculer la viscosité du liquide. On mesure le temps nécessaire à la bille pour parcourir la distance entre deux traits gravés sur le tube en verre. [63]



Photo III.10: Mesure de la viscosité à l'aide d'un viscosimètre

c. Expression des resultants:

On calcule avec la relation suivant la viscosité dynamique:

$$\mu = K \times (\rho_b - \rho_h) \times t \dots\dots\dots(1)$$

t: Temps par seconde.

ρ_h : Masse volumique de huile (g/cm^3).

ρ_b : Masse volumique de bille pour size 2 ($2,230\text{g/cm}^3$).

K= Constante viscosimètre 0,09248 pour size 2.

L'unité de viscosité obtenu est centpoise (1cp= mPa/s)

On calcule la viscosité cinématique par la relation suivante:

$$\nu = \mu / \rho_h \dots\dots\dots(2)$$

III.4. Spectroscopie infrarouge (FTIR):

III.4.1. Principe de la technique:

L'absorption d'un rayonnement infrarouge par une molécule provient de l'interaction de la composante électrique des ondes électromagnétiques incidents avec les dipôles électriques des liaisons non symétriques. Elle requiert que les mouvements de vibration et de rotation de la molécule modifient son moment dipolaire. C'est uniquement dans ces conditions que le champ électrique alternatif peut interagir la molécule et entraîner une modification de l'amplitude de l'un de ces mouvements.[63]

III.4.2. Spectre infrarouge:

Le spectre d'adsorption se présente sous forme d'un graphique portant la transition T en fonction de la longueur d'onde λ exprimée en μm ou du nombre d'onde $1/\lambda$ noté γ et exprimé en cm^{-1} . La transmission est fréquemment exprimée en pourcentage, elle est donnée par le rapport : $T = I / I_0$. Elle est liée à l'absorbance A (densité optique) par la relation suivant : [63]

$$A = \log (1/T) = \epsilon.l.c \dots\dots\dots(3)$$

I_0 : Intensité de la radiation incidente.

I : Intensité de la radiation après absorption

ϵ : Coefficient d'absorbance (coefficient d'extinction molaire)

l : Longueur du trajet optique au travers du milieu absorbant, exprimé en **cm**.

c : Concentration de la substance analysée en **mol.dm⁻¹**

Il s'agit sans doute de l'une des techniques spectroscopiques les plus utilisées, les bandes d'absorption dans le spectre IR sont caractéristiques des vibrations internes de la molécule.



PhotoIII.11: Spectroscopie infrarouge (Agilent Cary 660 FTIR).

III.5. La transestérification:

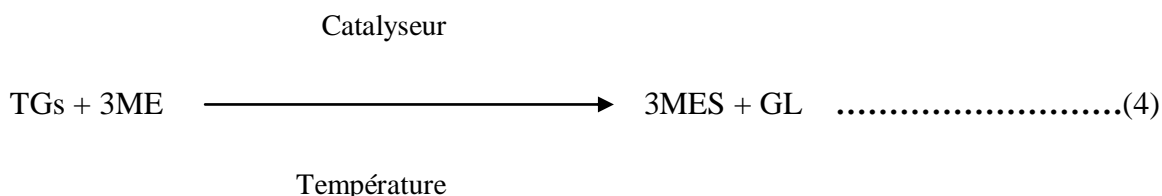
La transestérification est la technique classique la plus utilisée pour la production de biodiesel. Au cours de cette réaction les huiles végétales réagissent avec des molécules de méthanol pour former des mono esters méthyliques et du glycérol . Dans notre étude nous avons appliqué cette méthode sur l'huile de coton extraire pour obtenir un biodiesel.

Dans cette étape nous avons réalisé la transestérification de l'huile de coton. Le procédé a effectué comme suit:

III.5.1. Protocole de synthèse de biodiesel:

III.5.1.1. Synthèse de biodiesel:

Pour la réaction de transestérification, un ballon à trois cols avec un condenseur vertical a été utilisé. Le mélange réactionnel a été formé avec un rapport molaire méthanol: huile 6: 1 en présence de 1% en poids de catalyseur KOH. La réaction a été effectuée à 64°C pendant 1 h selon la réaction (4). Une mole des triglycérides (TG) réagit avec trois moles de méthanol pour former trois moles d'esters méthyliques (MES) et une mole de glycérine (GL):



Après l'achèvement de la réaction, le mélange final a été laissé se déposer dans une ampoule de décantation pendant 24H afin de permettre la séparation dans la phase supérieure contenant des esters méthyliques et la couche inférieure contenant de la glycérine. La phase d'ester brut séparée contenait également des traces de glycérine, de méthanol ainsi que de catalyseur, donc trois lavages avec 20% en poids d'eau désodorisée tiède (45°C) ont été nécessaires afin d'éliminer le glycérol, le méthanol et les résidus de catalyseur . Après lavage, nous avons chauffé le produit final à 105 °C pour enlever l'eau résiduel (I.A. Panagiotopoulos et al).[64]

III.5.1.2. Matériels et les produits utilisés:

Tableau III.2: Matériels et les produits utilisés

Matériels	Produits
Un ballon de 500 ml	Le méthanol
Une balance	Hydroxyde de potassium (KOH)
Thermomètre	Huile de coton
Un système de refroidissement	L'eau distillée
Système de chauffage au bain-marie	
Agitateur + un barreau magnétique	
Entonnoir et des ampoules de décantation	
Une burette	
Les béchers de 50 et de 100 ml	

III.5.1.3. Calculs de la quantité des réactifs:

La masse d'huile choisie est 10g

10g d'huile \longrightarrow 100 %

m (KOH) \longrightarrow 1%

$$\Rightarrow \mathbf{m} = \frac{1\% \times 10\text{ g}}{100\%} = 0,1\text{g}$$

$$\Rightarrow \boxed{\mathbf{m} \text{ (KOH)} = 0,1\text{g}}$$

Chapitre III: Matériels et méthodes

On a : PM : La masse molaire de l'huile de coton, calculée à partir de l'indice de saponification et l'indice d'acide, est $PM = 623,886 \text{ g/mol}$

Donc : La masse molaire d'huile : $M (\text{huile}) = 623,886 \text{ g/mol}$

Et on a la masse molaire de méthanol : $M (\text{méthanol}) = 32 \text{ g/mol}$

On a rapport molaire Méthanol: Huile 6: 1 en présence de 1% en poids de catalyseur KOH

1 mol d'huile \longrightarrow 623,886 g/mol

6 mol de méthanol \longrightarrow 192 g/mol

Donc :

192g/mol de méthanol \longrightarrow 623,886g/mol d'huile

$m (\text{méthanol}) \longrightarrow 10\text{g d'huile}$

$$m(\text{méthanol}) = \frac{10 \times 192}{623.886} = 3\text{g}$$



$m(\text{méthanol}) = 3\text{g}$

Chapitre III: Matériels et méthodes

Toutes les quantités des produits résumées dans le tableau (Tableau III.3).

Tableau III.3: Quantités des réactifs utilisés

Huile	Méthanol (CH₃OH)	Catalyseur (KOH)
10g	3g	0,1g

III.5.1.4. Les étapes de synthèse de biodiesel:

Le protocole de synthèse de biodiesel comporte les étapes suivantes :

On a mélangé **0,1g** d'hydroxyde de potassium avec **3g** de méthanol avec agitation et chauffage à **64°C** puis on a ajouté **10g** d'huile et après **1 heures** de réaction on mit le mélange dans une ampoule à décanter pendant **24 heures** afin de permettre la séparation des phases, la phase supérieure contenant de biodiesel et la couche inférieure contenant de la glycérine. Après séparation on a versé la glycérine dans un flacon et laisser le biodiesel dans l'ampoule, en suite nous avons procédé au lavage pour éliminer les impuretés, le méthanol et l'hydroxyde de potassium restant du biodiesel, pour chaque lavage on verse **2ml** d'eau distillée tiède (**45 °C**). Après lavage, nous avons chauffé le produit final à **105 °C** pour enlever l'eau résiduel.



(A)



(B)

Photo III.12: (A) Synthèse, (B) Décantation



photo III.13: Le biodiesel obtenu à partir de l'huile de coton.

III.5.2. Calcule le rendement de biodiesel:

Le rendement de biodiesel produit est calculé selon la formule suivante [65]:

$$\eta = \frac{m_{\text{biodiesel}} \times 100 \%}{m_{\text{huile}}} \dots\dots\dots(5)$$

avec :

η : Le rendement

$m_{\text{biodiesel}}$: Masse de biodiesel obtenue (g).

m_{huile} : Masse de l'huile (10 g).

III.5.3. Caractérisation du biodiesel obtenu:

La densité, la viscosité et Spectroscopie infrarouge (FTIR) du biodiesel sont mesurées de la même manière que l'huile

- **Le point d'écoulement:**

L'échantillon préalablement chauffé 45°C est refroidi 35°C à une vitesse déterminée, et ses caractéristiques d'écoulement sont observées à des intervalles de 3°C. La température la plus basse à laquelle il coule encore est notée, elle correspond au point d'écoulement, lequel est exprimé sous forme d'un nombre entier, positif ou négatif ou nul, multiple de trois.

- **Le point d'éclair:**

Application de test de vase ouvert:

L'allumage est passé horizontalement sur la surface du liquide, tandis que la tasse et le liquide sont chauffés, pour vérifier que les fumées sont «éclairées». Nous répétons le test avec l'augmentation des températures de l'échantillon jusqu'à ce qu'il atteigne un point où l'échantillon continue de brûler nous arrêtons, note la température, c'est le point d'éclair.

- **Le point de trouble:**

La norme ASTM D2500 a décrit une méthode pour le point de trouble. Ce dernier est la température d'apparition des cristaux des paraffines ou d'autres produits insolubles par l'abaissement de température.

a. Appareillage:

- Un Bécher en verre de capacité 40 ml équipé d'un bouchon perforé au milieu.
- Un Thermomètre.
- Un réfrigérateur.

c. Mode opératoire:

On remplit à moitié le bécher puis on ferme avec le bouchon perforé et on introduit le thermomètre dans le bécher à travers le trou du bouchon. Ensuite on introduit le bécher, contenant le biodiesel, dans le congélateur et on examine l'état physique du biodiesel toutes les fois que la température baisse de 3°C.



Photo III.14: Mesurer le point de trouble

Chapitre IV : Résultats et discussion

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Calcule le rendement d'huile de coton:

Masse initiale : C'est la masse des graines avant l'extraction 10g.

Masse d'huile = Masse ballon avec l'huile – Masse du ballon vide

$$m_{\text{huile}} = 119,5 - 117,732$$

La masse d'huile :

$$m_{\text{huile}} = 1,768 \text{ g}$$

$$R = \frac{1,768}{10} \times 100$$

Le rendement d'huile de coton :

$$R = 17,68 \%$$

IV.2. Les caractéristiques physico-chimiques des huiles de coton:

Tableau IV.1: Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de coton.

Paramètres	Valeur
Indice d'acide	3,366
Indice de saponification	269,28
La densité 20 °C	0,924
La densité 40 °C	0,916
La viscosité dynamique 20 °C (mpas)	22,103
La viscosité dynamique 40 °C (mpas)	14,217
la viscosité cinématique 20 °C (mm ² /s)	23,920
la viscosité cinématique 40 °C (mm ² /s)	15,520

D'après le Tableau IV.1, on remarque que la densité et la viscosité de l'huile diminuent avec l'augmentation de la température.

L'indice de saponification est en relation avec la longueur des acides gras constituants de l'huile. Il détermine la masse de KOH en mg nécessaire pour saponifier les acides gras combinés dans un gramme de corps gras. Aussi l'indice de saponification IS permet de calculer le poids moléculaire de la masse molaire PM de l'huile selon la formule suivante:

$PM = 1000 \times 56 \times 3 / IS$ pour une huile neutre.

$PM = 1000 \times (1 - IA / IS) \times 56 \times 3 / IS - IA$ pour une huile acide (IA = indice d'acide)

Donc :

$PM = 1000 \times (1 - 3,366 / 269,28) \times 56 \times 3 / 269,28 - 3,366 = 623,886 \text{ g/mol}$

IV.3. Spectroscopie infrarouge (FTIR) de l'huile de coton:

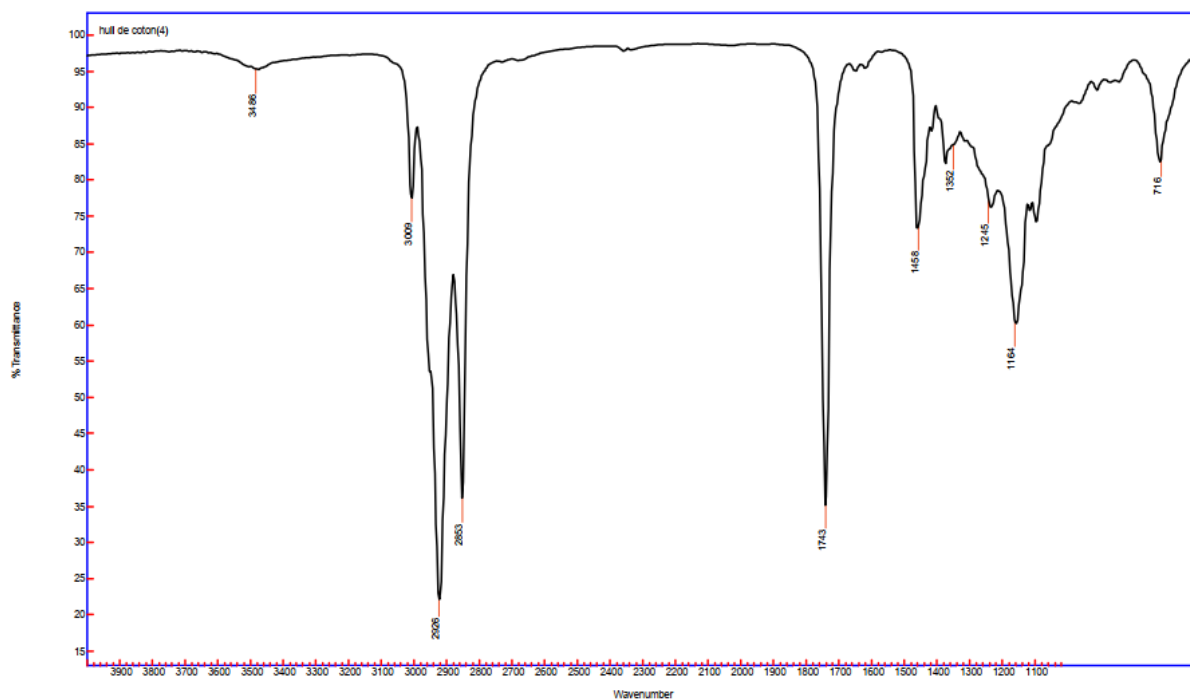


Figure IV.1: Spectre d'IR obtenu par l'huile de coton

IV.3.1. Discussion spectre d'IR obtenu par huile de coton:

Le spectre IR (Figure IV.1) présente les bandes d'absorption caractéristique des groupements fonctionnels suivants:

- ❖ Une vibration de valence entre 2800-3000 Cm^{-1} correspond au groupement C-H.
- ❖ Une vibration de valence entre 1700-1740 Cm^{-1} correspond à l'élongation du groupement C=O.
- ❖ Une vibration de valence entre 1000-1300 Cm^{-1} correspond à l'élongation du groupement C-O.

Chapitre IV : Résultats et discussion

Tableau IV.2: Groupements fonctionnels de spectre IR d'huile de coton

Groupement fonctionnel	CH	CH ₂	CH ₂	C=O	CH	C-O	C-O	C-O
Nombre d'onde (Cm ⁻¹)	3009	2926	2853	1743	1458	1352	1245	1164

IV.4. Rendement en biodiesel:

Le rendement en biodiesel obtenu à partir de l'huile de coton est déterminé par le rapport de masse de biodiesel et la masse d'huile initiale. La valeur obtenue est de 87,74%.



Photo IV.1: La masse de biodiesel obtenu par l'huile de coton

Le rendement du biodiesel obtenu à partir de l'expérience que nous avons réalisé est acceptable un peut inférieur à celui obtenu par Umer Rashid et all [66], ce qui peut être expliqué par le fait que l'indice d'acide un peut élevée.

IV.5. Caractérisation du biodiesel obtenu:

Tableau IV.3: Les caractérisations du biodiesel obtenu

Caractérisation du biodiesel obtenu		
		Normes Européennes
La densité 20 °C	0,896	0,860- 0,900
La densité 40 °C	0,884	
La viscosité dynamique 20 °C (mpas)	5,181	
La viscosité dynamique 40 °C (mpas)	3,358	
la viscosité cinématique 20 °C (mm ² /s)	5,782	
la viscosité cinématique 40 °C (mm ² /s)	3,798	3,5 - 5,0
Le point d'écoulement (°C)	0,4	
Le point d'éclair (°C)	186	min 120
Le point de trouble (°C)	7,30	

On remarque que la densité, la viscosité et le point d'éclair se trouvent dans l'intervalle fixé par les normes Européennes ce qui prouve que le biodiesel produit est valable pour l'utiliser comme carburant.

IV.6. Spectroscopie infrarouge (FTIR) de biodiesel:

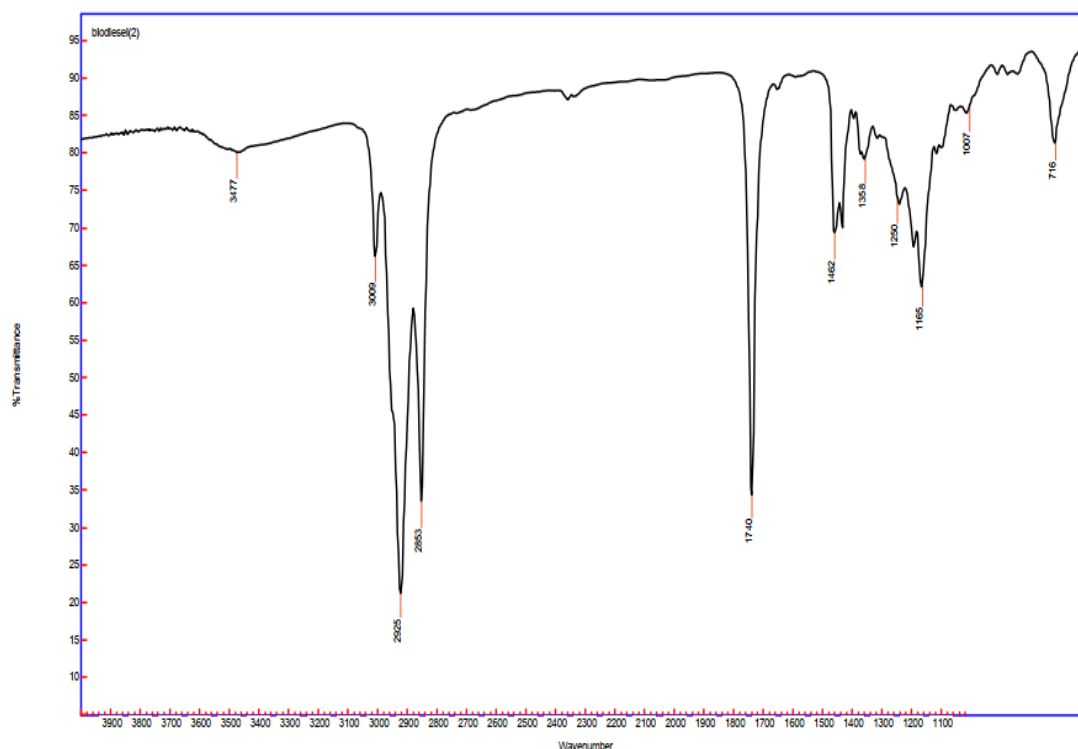


Figure IV.2: Spectre IR du biodiesel produit à partir de l'huile de coton

IV.6.1. Discussion spectre d'IR obtenu par biodiesel:

Le spectre IR (Figure IV.2) présente les bandes d'absorption caractéristiques des groupements fonctionnels suivants:

- Une vibration de valence entre $2800\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ correspond au groupement C-H.
- Une vibration de valence entre $1700\text{-}1740\text{ cm}^{-1}$ correspond au groupement C=O de ester RCOOR.
- Une vibration de valence entre $1000\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$ correspond au groupement C-O d'ester.

Chapitre IV : Résultats et discussion

Le plus influent comme résultat de la transestérification est l'apparition d'un pic à 1435 cm^{-1} qui est définitivement le groupe ester méthylique $-\text{O}-\text{CH}_3$ avec sa vibration de déformation.

L'analyse le spectre IR de biodiésel. Nous permettons de tirer les informations suivantes :

Tableau IV.4: Groupements fonctionnels de spectre IR de biodiesel

Groupe fonctionnel	CH	CH ₂	CH ₂	C=O _{ester}	CH	C-O	C-O	C-O	-O-CH ₃
Nombre d'onde (Cm ⁻¹)	3009	2925	2853	1740	1462	1358	1250	1165	1435

Conclusion générale

Conclusion générales

Dans un contexte de prix du pétrole élevé et en augmentation, on peut s'interroger sur les opportunités énergétiques de l'huile de coton. Les travaux antérieurs et les quelques applications démarrées depuis la fin des années 1980 montrent que l'huile de coton présente les mêmes comportements en tant que biocarburant que les huiles de colza ou de tournesol utilisées de plus en plus massivement en Europe. Les performances et les rendements sont très proches, parfois meilleurs, que ceux obtenus avec les produits pétroliers. Les émissions de polluants sont également identiques avec l'avantage que les huiles végétales ne rejettent pas de CO₂ fossile dans l'atmosphère terrestre. Par ailleurs les taux de particules émises sont inférieurs de 30 % à ceux du gazole. Utilisée dans des moteurs diesels ou des brûleurs choisis ou adaptés, l'huile de coton présente de l'intérêt aussi bien en circuit court d'autoconsommation qu'en tant que carburant « national », sous forme par exemple d'ester éthylique, utilisable pur ou en mélange pour les transports. Des études ultérieures sont requises pour déceler d'autres sources d'huiles végétales combustibles, non alimentaires. L'objectif principal de cette étude était la production de biodiesel à partir de l'huile de coton à l'échelle de laboratoire avec caractérisation physico-chimique.

Pour cela, les différentes étapes successives de l'étude ont été réalisées à savoir :

- L'extraction et la caractérisation physico-chimique de l'huile de coton qui nous a donnée un rendement de 17,68% en huile.
- La transestérification de l'huile de coton on produisant du biodiesel avec un rendement de 87,74% et réduction importante de la viscosité par rapport à l'huile utilisée.
- La caractérisation du biodiesel a montrée que la densité, la viscosité et le point d'éclaire se trouvent dans l'intervalle fixé par les normes Européennes ce qui prouve que le biodiesel produit est valable pour être utilisé comme carburant dans le moteur diesel.

Finalement et comme recommandation de cet étude on propose de réduire l'indice d'acide par un prétraitement de l'huile de coton et cela dans le but d'augmenter le rendement en biodiesel. En plus, le biodiesel produit à partir de l'huile de coton nécessite une caractérisation par CPG afin de déterminer les pourcentages des différents composés chimiques.

Références bibliographique

Références bibliographique

- [1] CHERIF BENMOUSSA Neyla, « Memoire: Etude de la réaction d'hydrodéoxygénation pour la production de biocarburants », UNIVERSITÉ DE TLEMCEM, 2017.
- [2] Mostafé CHAMOUMI, «Mémoire de maîtrise: Optimisation de la production du biodiesel à partir d'huiles de micro-algues et d'huiles usées », Mémoire, Université de Sherbrooke, 2013.
- [3] Mouhamadou Lamine Cisse, « Caractérisation d'huiles vegetales brutes issues d'oléagineux de l'Afrique de l'ouest comme carburant », Institut International d'Ingénierie l'Eau et de l'Environnement, 2010.
- [4] Amine AKBI, « Thèse en vue de l'obtention du Doctorat en Sciences-Économiques :Les implications du développement des biocarburants. » UNIVERSITE NICE SOPHIA ANTIPOLIS, janv. 27, 2014, [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00936588>.
- [5] ANNOU Hanane CHIBANI Amina « Mémoire MASTER ACADEMIQUE: Synthèse de biodiesel d'une algue verte », UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA, 2015.
- [6] AROUDJ HAFID, BESSAOU SOUFYANE, « MÉMOIRE DE FIN DE CYCLE En vue d'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat En Ecologie et Environnement: Biocarburants : Avantages et Inconvénients », Université A.MIRA de Bejaïa, 2012.
- [7] HAMAD Berna, « THESE:Transestérification des huiles végétales par l'éthanol en conditions douces par catalyses hétérogènes acide et basique », UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1, 2009.
- [8] Julie VALLÉE et Romain BEHAGHEL, « Mémoires: Biocarburants de 2ème génération : comment se positionnent les papetiers ? », Cellule de veille technologique de Grenoble INP-Pagora, École internationale du papier, de la communication imprimée et des biomatériaux, 2008.
- [9] «Lettre de politique agricole de la CMA/AOC(LEPAC) : Développement des biocarburants et formulation des politiques agricoles futures en Afrique de l'Ouest et du Centre », 2007.
- [10] Radia SELAIMIA, « Etude de l'huile d'olive d'Algérie », THÈSE, Université 8 Mai 1945 Guelma, 2018.
- [11] « Les biocarburants, un enjeu d'avenir pour les besoins futurs de notre planète.SECONDE GÉNÉRATION ». <http://biocarburants-parlons-chimie.e-monsite.com/pages/les-biocarburants/seconde-generation.html>.

Références bibliographique

- [12] M. Jordan Cormeau, M. Ghislain Gosse « Les biocarburants de deuxième génération : semer aujourd'hui les carburants de demain », Institut national de la recherche agronomique (INRA), Centre de Lille.
- [13] BENALI Cherif, CHAREF BENDAHA Cherif, « Mémoire: Production de biocarburant (biodiesel) à partir des huiles des microalgues et des macroalgues », Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem, 2019.
- [14] « <http://www.connaissancedesenergies.org/fiche-pedagogique/biomasse> ».
- [15] TOUATI Lounis, « Valorisation des grignons d'olive Etude de cas : Essai de valorisation en Biocarburant », Mémoire de Magister, Université m'hamed bougara-boumerdes, 2013.
- [16] ABOÏNA GERARD TCHAKBLO, « Production de biodiesel par transestérification alcoolique : étude sur réacteur pilote », Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement, 2009.
- [17] MARIA DEL PILAR RODRIGUEZ, « Mémoire: production de biodiesel à partir d'une huile modèle de microalgues par voie de catalyse enzymatique hétérogène », université de sherbrooke (Québec - canada), 2014.
- [18] SARY AWAD, « THÈSE DE DOCTORAT: Contribution à l'étude de la valorisation énergétique des résidus graisseux et de leur combustion dans les moteurs à combustion interne », Ecole polytechnique de l'Université de Nantes, 2011.
- [19] C. BRODEUR, J. CLOUTIER, D. CROWLEY, X. DESMEULES, S.PIGEON, ROSALIE-MAUDE ST-ARNAUD « La production de biodiesel à partir de cultures oléagineuses ». Centre de référence en agriculture et agroalimentaire du Québec, 2008.
- [20] AOUCHAR Kenza, GUERMACHE Bouchra « Mémoire: Valorisation des huiles de friture usagées en biodiesel par la réaction de transestérification », Université akli mohand oulhadj – BOUIRA, 2017.
- [21] BOUHAFS NOUR ELHOUDA et HADJAIDJI AMINA, « Extraction d'huile des plantes oléagineuses locales (plant de ricin) pour la production du biocarburant en Algérie », Mémoire de Fin d'Etude En vue de l'obtention du diplôme de master académique, Université Echahid Hamma Lakhdar. El Oued, 2017.
- [22] ROMAIN RICHARD, « Transestérification éthanolique d'huile végétale dans des microréacteurs : transposition du batch au continu », thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2011.
- [23] CHAIB Faiza, KHENFER Afaf, « Synthèse de biodiesel par la transestérification des huiles commercialisées », Mémoire Master académique, Université kasdi marbah ouargla, 2013.

Références bibliographique

- [24] BENDIAF HADJER « Développement d'un système de production du Biodiesel à partir d'Huile utilisée », Mémoire Master physique énergétique et énergies renouvelables, Université Abou Bekr Belkaïd de Tlemcen, 2018.
- [25] EL HADJI IBRAHIMA NDIAYE « Caractérisation thermophysique des biodiesels : vitesse du son, densité, compressibilité », thèse, Université de PAU et des pays de l'Adour, 2012.
- [26] Benali Boudjema, Djaber Abdelkrim, « Production du biodiesel à partir d'une plante spontanée (*Ricinus communis* L) », Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de Master en chimie de l'environnement, Université d'Adrar, 2015.
- [27] J LAMBERT, « Les huiles végétales : 2000 plantes oléagineuses répertoriées » Institut français des huiles végétales pures, 2005.
- [28] TIZANE DAHO « Contribution à l'étude des conditions optimales de combustion des huiles végétales dans les moteurs diesel et sur les brûleurs : cas de l'huile de coton », Université de Ouagadougou, 2008.
- [29] BARKA AMEL « Mémoire: Evaluation des indices de nature physico-chimiques de quelques huiles alimentaires de friture et impact sur la santé du consommateur », Université de Tlemcen, 2016.
- [30] GUENDZI CHAHIRA « Mémoire: Contribution à l'analyse physico-chimique de l'huile d'arachides, d'amandes et de leur mélange. Détermination de leurs pouvoirs antimicrobiens. », Université de Tlemcen, 2017.
- [31] ABDELILAH BOUTAYEB, « Mémoire: Etude bibliographique sur les huiles essentielles et végétales », Université Ibn Tofail, 2013.
- [32] GOSSA FATMA, MEKCHICHE KARIMA « Mémoire de fin d'études: Extraction et caractérisation physico-chimique des huiles des graines de conifères », Université Kasdi Merbah – Ouargla- 2014.
- [33] Y. TOUITOU, Biochimie : « Document médical: structure des glucides et lipides». Université Pierre et Marie Curie, France, 2005.
- [34] MEZOUAGH ZAKARYA « Mémoire: Contribution à L'étude physico-chimique des échantillons d'huile de Tournesol et leur mélange », Université de Tlemcen, 2016.
- [35] BOUZID Amina, BOUHAMRI Ouassila, « Mémoire: Extraction des huiles des gaines *Prunus Amygdalus* et *Carthames Thinctorius* et mise en évidence du pouvoir antibactériens », Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem, 2019.

Références bibliographique

- [36] CHIBANE Zehira, HIDEUR Nabila, « Mémoire: Effet de la température de friture sur la stabilité thermo-oxydative de l'huile « elio » », UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU, 2015.
- [37] IGHIL Farida et MANI Dalila, « Mémoire de fin d'études: Evolution de la fraction saponifiable et insaponifiable d'une huile végétale raffinée « Afia » au cours des fritures répétées », Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2016.
- [38] JAHOUACH Wafa « Mémoire: Décoloration des huiles végétales sur des argiles étude de la stabilité physicochimique des huiles décolorées », UNIVERSITE DE SFAX, 2002.
- [39] « ITERG; tout savoir sur les corps gras ». Institut des Corps Gras & produits apparentés, [En ligne]. Disponible sur:
http://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:v6lTWmS_4IMJ:iterg.com/wp-content/uploads/2018/07/FicheinformationN1.pdf+&cd=3&hl=ar&ct=clnk&gl=dz.
- [40] MAAROUF KAHINA, MELIZI IKRAM « Mémoire de master: Inhibition de l'oxydation de l'huile d'olive », Université Mohamed Khider de Biskra, 2019.
- [41] AGUIEB Zineb, MESSAI BELGACEM Messaouda, « Mémoire de fin d'études: Valorisation des arachides (Arachis hypogea L.) cultivées à la Wilaya D'El-Oued », UNIVERSITE ECHAHID HAMMA LAKHDAR D'EL-OUED, 2015.
- [42] Hadj AMER KENZA, « L'incorporation des margines dans une huile de friture et l'étude de son effet sur l'oxydation thermique », Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme master, Université Akli Mohand Oulhadj – Bouira, 2018.
- [43] Kosi Mawuéna NOVIDZRO, « Etude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l'huile de graines de Griffonia simplicifolia », International journal of biological and chemical sciences, 2019. Page 2363 et volume de pages 2373.
- [44] MOUSSOUNI Ilyes, « Contribution à L'étude physico-chimique des échantillons d'huile d'olive et leur mélange », Mémoire, Université de Tlemcen, 2016.
- [45] SI BENNASSEUR RZOZI, « Thèse: les utilisations alternatives des huiles vegetales », Département d'Agronomie et d'Amélioration des Plantes, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, 2002.
- [46] Ornella ZIVI, « Thèse: Fonctionnalisation et photopolymérisation de l'huile de lin en vue de l'élaboration de nouveaux matériaux sans émission de composés organiques volatils (COV) », Institut national des sciences appliquées de Rouen, 2009.

Références bibliographique

- [47] Véronique Pasquet « Rapport sur la fabrication des huiles végétales: de nombreuses étapes accidentogènes », CNRS Ministère de la Transition écologique et solidaire Bureau d'analyse des risques et pollutions industriels (Barpi), 2019.
- [48] Chekroun Nabila, «Mémoire de master en chimie: Détermination de la capacité antioxydante des huiles végétales : Huile Afia », Université Abou Bekar Belkaid Tlemcen, 2013.
- [49] J, BOURELY « Observations sur le dosage de l'huile des graines de cotonnier », <https://agritrop.cirad.fr/455410/1/ID455410.pdf>.
- [50] « Extraction d'huiles végétales », <https://www.dsengineers.com/fr/secteurs-d-activites/huiles-vegetales-et-farines/extraction-et-traitement-d-huiles-vegetales-et-graisses/extraction-d-huiles-vegetales.html>, De Smet Engineers & Contractors, Siège social en Belgique De Smet Engineers & Contractors SA Watson & Crick Hill - Bâtiment J - bte 8 Rue Granbonpré 11.
- [51] « DESCRIPTIF D'UNE PRESSE A HUILE », https://www.reseau-cicle.org/wp-content/uploads/riaed/pdf/AXIA_DESCRIPTIF_PRESSE_EXTRUDEUSE_SIFEL_2009_V9.pdf, ATELIER DU LYS, 2009.
- [52] Peter Beerens, « Screw-pressing of Jatropha seeds for fuelling purposes in less developed countries », technische universiteit Eindhoven university of technology, 2007.
- [53] BOUHAFS Nour Elhouda, HADJAJIDJI Amina, «Mémoire de Fin d'étude: Extraction d'huile des plantes oléagineuses locales (plant de ricin) pour la production du biocarburant en Algérie », Université Echahid Hamma Lakhdar. El Oued, 2017.
- [54] BOURACHOUCHE Karim, BOUDEI Amir «Mémoire: Caractérisation Physico-chimique des huiles végétales alimentaires », Université A. MIRA – BEJAIA, 2017.
- [55] Fine F.1, Lucas J.-L.1, Chardigny J.-M.2, Redlingshöfer B.3, Renard M.4 « Pertes alimentaires dans la filière oléagineuse », Innovations Agronomiques, INRA, Direction Scientifique Alimentation, Mission d'anticipation Recherche/Société (MaR/S), 147 rue de l'Université, F-75338 Paris cedex 7, 2015.
- [56] Jean-Luc Hornick, « Les co-produits de la graine de coton en alimentation du poulet de chair », Université de Thiès, Ecole nationale supérieure d'Agriculture, Liège, Belgique, 2010.
- [57] HAMADJAM Raphaël Athanase Elisée, « Impact de la filière textile coton camerounaise sur le développement socioéconomique national », institut sous-regional multisectoriel de technologie appliquée de planification et d'évaluation de projets, 2004.

Références bibliographique

- [58] Ana Cristina dos Santos Azevedo, Christian Bedrossian, Jean-Louis Bélot, « Guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales », Centre de coopération internationale en recherche agronomique pour le développement (Cirad) et Instituto Militar de Engenharia (IME) et Serviço Florestal Brasileiro (SFB) et Universidade Federal do Pará (UFPA).
- [59] Modeste ABOE, « Etude de la variabilité intra-balle des caractéristiques technologiques des fibres de coton produites en Afrique de l'Ouest et du Centre », Université de haute Alsace Ecole Doctorale ED 494 JEAN HENRI LAMBERT, 2012.
- [60] Mamadou Tandiag DIAW, « Valorisation des co-produits de la graine de coton exempte de glandes a gossypol en production de poulets au senegal », Académie universitaire wallonie-europe université de Liège faculté de médecine vétérinaire département des productions animales service de nutrition des animaux domestiques, France, 2009.
- [61] « Coton Un profil de produit de base par Infocomm Fonds de la CNUCED pour l'information sur les marchés des produits de base agricoles », Conférence des nations unies sur le commerce et le développement, New York et Genève, 2016.
- [62] Gilles Vaitilingom « Utilisations énergétiques de l'huile de coton », Étude originale Innovations en débat, Centre de coopération internationale en recherche agronomique pour le développement (Cirad), 2006.
- [63] Henache Zahir, «Mémoire de magister: Reformage sec du méthane sur des catalyseurs a base de nickel supportes par TiO₂, CeO₂ et par l'oxyde mixte CeO₂-TiO₂ », Tizi-Ouzou, Tizi-Ouzou, 2011.
- [64] I.A. Panagiotopoulos , S.Pasias , R.R.Bakker , T.deVrije , N.Papayannakos , P.A.M.Claassen , E.G. Koukios " Biodiesel and biohydrogen production from cotton-seed cake in a biorefinery concept". Bioresource Technology 136 (2013) 78–86.
- [65] Wilson Wei Sheng Hoa, HoonKiatNga, Suyin Ganb, Sang Huey Tan" Evaluation of palm oil mill fly ash supported calcium oxide as a heterogeneous base catalyst in biodiesel synthesis from crude palm oil" Energy Conversion and Management 2014; 88:1167–1178
- [66] UMER RASHID, FAROOQ ANWAR, GERHARD KNOTHE « Evaluation of biodiesel obtained from cottonseed oil » Fuel Processing Technology, 2009, 90,1157-1163.