

**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 d'Hydrocarbures et Energies Renouvelables**

**Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de Master en :**

**Filière : Génie des Procédés**

**Spécialité : Génie Chimique**

**Thème :**

---

**Étude de l'effet de la nature du catalyseur hétérogène dérivé  
de la biomasse Saharienne sur le rendement de la trans-  
estérification**

---

**Préparé par :**

**M<sup>lle</sup> : BAIDI Aicha**

**M<sup>lle</sup> : NASSAMOU Mebrouka**

**Membres de jury d'évaluation :**

<b>M<sup>r</sup>: HARROUZ Abdelkader</b>	<b>Président</b>	<b>MCA</b>	<b>Univ. Adrar</b>
<b>M<sup>r</sup>: BOULAL Ahmed</b>	<b>Encadreur</b>	<b>MCA</b>	<b>Univ. Adrar</b>
<b>M<sup>r</sup>: KHELAFI Mostefa</b>	<b>Co-encadreur</b>	<b>AR</b>	<b>URER/MS. Adrar</b>
<b>M<sup>elle</sup>: TEHAMI Wafaâ</b>	<b>Examineur</b>	<b>MCB</b>	<b>Univ. Adrar</b>

**Année Universitaire : 2020/2021**

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République algérienne populaire et démocratique  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

UNIVERSITE AHMED DRAYA - ADRAR  
BIBLIOTHÈQUE CENTRALE  
Service de recherche bibliographique  
N°.....B.C/S.R.B//U.A/2021



جامعة احمد دراية - ادرار  
المكتبة المركزية  
مصلحة البحث البيولوجرافي  
الرقم.....م.م/ب.ب.ب/ج.أ/2021

## شهادة الترخيص بالإيداع

انا الأستاذ(ة): بولال أحمد

المشرف مذكرة الماستر.

الموسومة بـ: Etude de l'effet de la nature du catalyseur hétérogène dérivé de la biomasse saharienne sur le rendement de la trans-estérification

من إنجاز الطالب(ة): بيدي عائشة

و الطالب(ة): سليم و هيرود

كلية: المحروقات والطاقات المتجددة

القسم: العلوم والتكنولوجيا

التخصص: هندسة كيميائية

تاريخ تقييم / مناقشة: 2021 / 06 / 20

أشهد ان الطلبة قد قاموا بالتعديلات والتصحيحات المطلوبة من طرف لجنة التقييم / المناقشة، وان المطابقة بين النسخة الورقية والإلكترونية استوفت جميع شروطها. وإمكانهم إيداع النسخ الورقية (02) والإلكترونية (PDF).

= امضاء المشرف:

ادرار في: 2021 / 06 / 20

مساعد رئيس القسم:

مساعد رئيس قسم المحروقات  
والطاقات المتجددة  
أ. حروز عبد القادر

Boual Ahmed

ملاحظة: لا تقبل أي شهادة بدون التوقيع والمصادقة.

# Dédicace

Mon voyage universitaire a pris fin après la fatigue et les difficultés. Et je suis là, terminant ma recherche de graduation avec toute la vigueur et la vigueur

A celui qui a trempé la coupe vide pour m'abreuver une goutte d'amour à qui j'ai perdu le bout des doigts pour nous offrir un moment de bonheur à celui qui a récolté les épines de mon chemin pour m'ouvrir le chemin de la connaissance

Au grand cœur (mon cher père)

À ceux qui m'ont nourri avec amour et tendresse, au symbole de l'amour et du baume, pour guérir un cœur blanc (ma mère bien-aimée)

Aux doux cœurs purs et aux âmes innocentes

Les vents de ma vie

(Mes frères)

À l'âme qui habitait mon âme (Rayan, Ferdows)

Maintenant les voiles sont ouvertes et levées

L'ancre pour lancer le navire dans la mer large et sombre, qui est la mer de la vie, et dans cette obscurité elle ne s'en va pas

Sauf que les souvenirs de Kandil sont des souvenirs de frères et sœurs éloignés de ceux que j'aimais et aimais (mes amies)

*Aicha B.*

# Dédicace

Mon Allah, la nuit n'est bonne qu'avec vos remerciements, le jour n'est bon qu'avec votre obéissance, les moments ne sont bons qu'avec votre souvenir, les frères ne sont bons qu'avec votre pardon, et le ciel n'est bon qu'avec votre vision d'Allah

Qui m'a appris le succès et la patience... Qui m'a appris à donner sans attendre...

Papa.

À qui m'as-tu enseigné et lutté pour me rendre là où je suis... A qui était sa prière le secret de ma réussite et sa tendresse un baume chirurgical... Maman.

à tous les membres de ma chère et grande famille, chacun en son nom, où qu'ils soient.

À mon ange dans la vie où qu'il se trouve Ma nièce **ZHRAA**.

À mes amis mes compagnons de Derby.

À l'Honorable Professeur Dr BOULAL Ahmed

Pour quiconque est convaincu d'une idée et l'appelle et y travaille, seul le visage de Dieu et le bénéfice des gens la recherchent.

Je dédie ici le fruit de cette humble œuvre

*Mebrouka N.*

# 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 Energie Renouvelables en Milieu Saharien-Adrar (URER/MS) au niveau de l'Université d'Adrar. Nos remerciements vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail en particulier : **Dr. BOULAL A.** Maître de Conférences " A " 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 M.**, Attaché de Recherche à l'Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien pour l'encadrement et tous ce qu'il nous a fait.

Nous tenons à remercier **Dr. HARROUZ A.**, Maître de Conférence " A " à l'Université d'Adrar, d'avoir bien voulu accepter de présider le jury de ce mémoire.

Nous remercions également **Dr. TEHAMI W.**, Maître de Conférence " B " à l'Université d'Adrar, d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous remercie également le membre de jury pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider, d'examiner et de juger ce modeste travail

Tous les l'équipe de laboratoire d'université d'Adrar.

Sans oublier, Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à toutes les liseuses de Génie chimique

« Promotion 2021 »

## Résumé

Le biodiesel, considéré comme une solution pour remplacer le pétrodiesel et en raison de ses effets négatifs sur l'environnement et la santé humaine. Un des principaux problèmes associés au développement industriel du biodiesel est la source de matière première ainsi que les procédés de transformation. Ainsi, la présente étude a pour but de trouver une source de matière première durable pour la production industrielle de biodiesel et maîtriser les techniques de transformation de la matière première, le plus approprié, ainsi que les meilleures conditions opératoires.

Les chercheurs de ce domaine actuellement travaillent sur le remplacement d'utilisation des catalyseurs chimiques (KOH et NaOH) dans le procédé de transestérification par des biocatalyseurs qui permettraient de se passer des problèmes liés aux carburants à l'avenir.

Dans ce travail nous avons étudié la transestérification (production de biodiesel) de l'huile de cuisson (huile usagée) et huile végétale en utilisant différents types de catalyseurs dérivés de plusieurs substrats d'origine végétale : noyaux de dattes des différents cultivars des dattes (Hmira, Teggaza, Takrbouch et Deggla Baida) et la coque de Balanite « *Balanites aegyptiaca* ». Les catalyseurs ont été préparés par calcination à une température bien déterminée.

Les catalyseurs préparés ont été utilisés pour la transestérification de l'huile usagée et l'huile végétale et cela dans le but de déterminer le catalyseur le plus efficace par rapport au rendement en biodiesel. Après sélection du meilleur catalyseur, nous avons optimisé la concentration de ce dernier.

Le biodiesel produit a été caractérisé : mesure de sa densité, sa viscosité, son indice de réfraction ainsi que par Infra Rouge.

Les résultats obtenus montrent que le meilleur catalyseur est celui dérivé des noyaux de dattes variété Teggaza. La concentration optimale du catalyseur est de 9%, à cette concentration le biodiesel obtenu a un rendement de 96% et ses caractéristiques répondent aux normes internationales ASTM.

**Mots clés :** Transestérification, huile végétale, biocatalyseur, biodiesel, huile usagée, biocarburants.

## Summary

Biodiesel, considered as a solution to replace petrodiesel, and because of its negative effects on the environment and human health. One of the main problems associated with the industrial development of biodiesel is the source of raw material as well as the transformation process. Thus, the aim of the present study is to find a source of sustainable raw material for the industrial production of biodiesel and to master the technique of transformation of the raw material, the most appropriate, as well as the best operating conditions.

Researchers in this field are currently working on replacing the use of chemical catalysts (KOH and NaOH) in the transesterification process with biocatalysts which would eliminate fuel-related problems in the future.

In this work we studied the transesterification (production of biodiesel) of cooking oil (waste oil) and vegetable oil using different types of catalysts derived from several substrates of vegetable origin (kernels of Balanite « *Balanites aegyptiaca* »). The catalysts were prepared by calcination at a well determined temperature.

The catalysts prepared were used for the transesterification of waste oil and vegetable oil with the aim of determining the most efficient catalyst in relation to the yield of biodiesel. After selecting the best catalyst, we optimized the concentration of the latter.

The biodiesel produced has been characterized by measuring its density, viscosity, refractive index as well as by Infrared.

The results obtained show that the best catalyst is the one derived from date seeds variety Teggaza. The optimal concentration of the catalyst is 9%, at this concentration the biodiesel obtained at a yield of 96% and characteristics meet the international standards ASTM.

**Keywords:** Transesterification, vegetable oil, biocatalyst, biodiesel, waste oil, biofuels.

## ملخص

يعتبر وقود الديزل الحيوي حلاً لاستبدال مادة بتروديزل ولما لها من تأثيرات سلبية على البيئة وصحة الإنسان. أحد المشاكل الرئيسية المرتبطة بالتنمية الصناعية للديزل الحيوي هو مصدر المواد الخام وكذلك عملية التحول. وبالتالي ، فإن الهدف من هذه الدراسة هو العثور على مصدر للمواد الخام المستدامة للإنتاج الصناعي للديزل الحيوي واتقان تقنيات تحويل المواد الخام والانسب، وكذلك أفضل ظروف التشغيل. يعمل الباحثون في هذا المجال حالياً على استبدال استخدام المحفزات الكيميائية (هيدروكسيد الصوديوم وهيدروكسيد البوتاسيوم) في التحويل التبادلي بالمحفزات الحيوية التي من شأنها القضاء على المشاكل المتعلقة بالوقود في المستقبل.

في هذا العمل درسنا الأسترة التحويلية (إنتاج وقود الديزل الحيوي) لزيت الطهي (زيت النفايات) والزيوت النباتية باستخدام أنواع مختلفة من المحفزات المشتقة من عدة ركائز نباتية (نواة التمر و قشور البلانيت «*Balanites aegyptiaca*»).

تم تحضير المحفزات عن طريق التكلّيس عند درجة حرارة عالية وتستخدم المحفزات المحضرة في عملية المعالجة التبادلية لزيت النفايات والزيوت النباتية بهدف تحديد المحفز الأكثر كفاءة فيما يتعلق بإنتاج الديزل الحيوي. بعد اختيار أفضل محفز ، قمنا بتحسين تركيز هذا الأخير.

تمت دراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية التالية : الكثافته، اللزوجة، معامل الانكسار وكذا قياس الأشعة تحت الحمراء لوقود الديزل الحيوي المنتج و بينت النتائج المتحصل عليها أن أفضل محفز هو المحفز المشتق من بذور التمر الصنف تقازة. التركيز الأمثل للمحفز هو 9% ، عند هذا التركيز ، تمثل نسبة الديزل الحيوي المحصل عليه 96% وخصائصه تتوافق مع المعايير الدولية.

**الكلمات المفتاحية :** الأسترة التحويلية ، الزيت النباتي ، المحفز الحيوي ،وقود الديزل الحيوي ،نفايات الزيوت ؛ الوقود الحيوي



# Sommer

Dédicaces	I
Remerciement	III
Résumé	IV
Summary	V
ملخص	VI
Liste des figures .....	X
Liste des tableaux.....	XII
Liste des abréviations.....	XIII
Introduction générale.....	1

## Partie bibliographique

### Chapitre I : Biocarburant et Biodiesel

I.1 Les bioénergies .....	6
I.2 Les biocarburants.....	6
I.2.1 Les biocarburants de 1ère génération.....	6
I.2.1.1 La filière biodiesel Le biodiesel.....	7
I.2.1.2 Filière Alcool.....	7
I.2.3 Générations des biocarburants.....	8
I.2.3.1 Biocarburant de première génération.....	8
I.2.3.2 Biocarburant de seconde génération.....	8
I.2.3.2.1 La voie thermochimique.....	8
I.2.3.2.2 La voie biochimique.....	9
I.2.3.3 Biocarburant de troisième génération.....	9
I.3 Le biogaz.....	10

I.4 Biodiesel.....	10
I.4.1 Définition de biodiesel.....	10
I.4.2 La production chimique du biodiesel.....	11
I.4.3 Développement du biodiesel .....	11
I.4.4 Différents biocarburants .....	12
I.5 Aspects généraux de la transestérification .....	12
I.5.1 Définition de Transesterification.....	12
I.5.2 Mécanisme de la réaction .....	13
I.5.3 Mécanisme de transestérification en cas d'une catalyse basique.....	14
I.5.4 Fabrication du biodiesel grâce à la transestérification.....	14
I.5.5 But de la réaction de transestérification.....	14

## **Chapitre II : Les Huiles**

II.1 Générations des Huile végétal.....	16
II.2 Composition des huiles végétales.....	16
II.3 Caractéristiques des huiles.....	17
II.3.1 L'indice d'acide.....	17
II.3.2 L'indice d'iode.....	18
II.3.3 L'indice de saponification.....	18
II.4 Extraction des huiles végétales.....	18
II.4.1 Valorisation des huiles végétales.....	19
II.5 Huile usagées.....	19
II.5.1 Composition des huiles alimentaire de friture usagées.....	20
II.5.2 Élimination, valorisation.....	20

## **Chapitre III : Les Catalyseurs**

III.1 La Catalyse homogène.....	22
III.2 La catalyse hétérogène.....	23
III.2.1 La catalyse hétérogène basique.....	23
III.2.2 La catalyse enzymatique.....	23
III.3 Comparaison entre catalyses homogène et hétérogène.....	24

## **Partie Expérimentale**

### **Chapitre IV: Matériels et Méthodes**

IV.1.1 Présentation de l'unité de recherche en énergies renouvelable en milieu saharien-Adrar.....	27
--	----

IV.2 Matériel utilisé .....	28
IV.2.1 Appareillage .....	28
IV.2.2 Produits chimiques et réactifs .....	28
IV.3 Matériel végétal.....	28
IV.3.1 Le choix du substrat.....	28
IV.3.2 Lieux de prélèvement.....	29
IV.3.3 Préparation de noyaux.....	30
IV.4 Les paramètres d'huiles à considérer pour la transestérification .....	34
IV.4.1 Indice d'acide IA (exprimé en mg KOH/g huile) .....	34
IV.4.2 L'indice de saponification (AFNOR T60 206).....	35
IV.4.3 principe.....	35
IV.5 Transestérification (synthèse du Biodiesel).....	36
IV.6 Les différentes étapes de production de biodiesel.....	38
IV.7 Les caractéristiques du biodiesel.....	41
IV.7.1 La viscosité .....	41
IV.7.2 L'indice de réfraction .....	42
IV.7.3 La densité.....	43
IV.7.4 Spectroscopie infrarouge (FTIR).....	43
 <b>Chapitre V : Résultats et discussion</b>	
V.1 Caractéristiques physico-chimiques de l'huile .....	48
V.2 Caractéristiques physico-chimiques du biodiesel obtenu.....	49
V.3 Caractérisation du biodiesel par IR.....	50
V.4 Caractérisation des différents catalyseurs par IR.....	51
Conclusion générale et perspectives .....	53
Références bibliographiques.....	57

# Liste des figures

<b>Figure 1:</b>	Processus de fabrication des filières des biocarburants.....	7
<b>Figure2 :</b>	La filière de bioéthanol.....	8
<b>Figure 3 :</b>	Biocarburants de troisième.....	9
<b>Figure4 :</b>	Principe de base de la production du biodiesel.....	11
<b>Fugeu5 :</b>	Développement du biodiesel en Allemagne (1.000t).....	12
<b>Figure6 :</b>	La réaction de transestérification de l'huile en biodiesel.....	13
<b>Figure 7:</b>	Réactions successives de la transestérification.....	13
<b>Figure8 :</b>	Mécanisme de transestérification en cas d'une catalyse basique.....	14
<b>Figure 9:</b>	Composition panoramique de corps gras et importance relative des principales classes de composés.....	17
<b>Figure10:</b>	Huile alimentaire usagée.....	19
<b>Figure 11 :</b>	Mécanisme réactionnel de la transestérification en milieu.....	22
<b>Figure12 :</b>	Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien..	27
<b>Figure13:</b>	La situation de la région de TAMANTIT dans la wilaya d'Adrar....	29
<b>Figure 14:</b>	L'origine du substrat étudié (Noyaux de datte).....	29
<b>Figure15 :</b>	L'origine du substrat étudié (Coque de palmier du désert) .....	30
<b>Figure 16:</b>	Dénoyautage de dattes.....	31
<b>Figure 17:</b>	Concassage de coque de graines du palmier du désert.....	31
<b>Figure18 :</b>	Préparation du substrat.....	33
<b>Figure19 :</b>	Le processus de titrage pour l'identification de l'indice d'acide.....	35
<b>Figure20:</b>	Le processus de titrage pour l'identification de l'indice de saponification.....	36
<b>Figure21 :</b>	Les étapes de la transestérification de production de biodiesel obtenu.....	38
<b>Figure 22:</b>	Mélange de catalyseur et Méthanol.....	39
<b>Figure 23:</b>	Réaction de mélange.....	39
<b>Figure24 :</b>	La décantation de mélange.....	40
<b>Figure25 :</b>	Lavage du biodiesel .....	40
<b>Figure26 :</b>	Séchage du biodiesel.....	41

<b>Figure 27 :</b>	Détermination de la viscosité à l'aide d'un Viscosimètre à bille.....	42
<b>Figure28 :</b>	Mesure de l'indice de réfraction à l'aide d'un réfractomètre.....	43
<b>Figure29 :</b>	Mesure du densimètre à l'aide de densimètre.....	43
<b>Figure30:</b>	Principe de la spectrométrie par transformée de Fourier.....	44
<b>Figure31:</b>	Spectroscopie infrarouge.....	45
<b>Figure32:</b>	Goutte de biodiésel.....	46
<b>Figure 33:</b>	Spectre IR des différents biodiesel produits en utilisant différent types de catalyseur.....	50
<b>Figure34:</b>	Spectre IR des différents types de catalyseurs.....	51

# Liste des tableaux

<b>Tableau III. 1 :</b>	Comparaison entre catalyses homogène et hétérogène .....	24
<b>Tableau IV. 1 :</b>	Propriétés et caractéristique des produits utilisés .....	28
<b>Tableau V.1 :</b>	Regroupe les caractéristiques de l'huile usagée et huile végétale.....	48
<b>Tableau V.2 :</b>	Caractéristiques physico-chimique de biodiesel obstine .....	49
<b>Tableau V.3 :</b>	Étude comparative de plusieurs types de catalyseur.....	50

# Liste des abréviations

**A (%)** : Acidité

**BHU**: Biodiesel huile usagée

**BHV**: Biodiesel huile vierge

**BHVB**: Biodiesel huile vierge balanit

**BHV TA**: Biodiesel huile vierge takarbouch

**BHV H**: Biodiesel huile vierge hmira

**BHV TG**: Biodiesel huile vierge tgaza

**BHU TG**: Biodiesel huile usagée tgaza

**FD** : Faisceau de rayons X diffractés

**FI** : Faisceau de rayons X incidents

**FAO** : Food Agricol Organisation

**g** : gramme

**HCL** : Acide chlorhydrique

**Kg** : Kilogramme

**KOH** : Hydroxyde de potassium

**L** : Litre

**ml** : milli litre.

**mm<sup>2</sup> /s** : milli mètre carré par seconde.

**N** : normalité en mol.l-1

**Na Cl** : Chlore de sodium

**IA** : Indice d'Acide

**II** : Indice d'Iode

**IS** : Indice de Saponification

**IR** : Infra Rouge

**PM** : Poids moléculaire

**(hkl)** : famille de plans réticulaires

**N<sub>a</sub>OH** : Hydroxyde sodium

# Introduction Générale



## **Introduction générale**

L'histoire des biocarburants a commencé il y a plus d'un siècle, (1858-1913).

Depuis le début des années 70, plusieurs crises énergétiques majeures ont forcé la communauté scientifique à trouver des sources alternatives d'énergie, la communauté internationale se préoccupe de l'environnement : la question de pollution en tout genre, le réchauffement climatique et l'économie des énergies. L'assainissement et la préservation de l'environnement, ainsi que la recherche de nouvelles sources d'énergies propres et renouvelables sont devenus la priorité du 21<sup>ème</sup> siècle (**Alloun; 2019 , Mesbahi; 2012 et Chamouma; 2013**).

Dans notre monde, et avec le développement continu de l'industrie et des transports. La demande en énergie est en accroissement jour après jour. Le pétrole, voire tous les combustibles fossiles (gaz naturel, charbon et pétrole), fournissent actuellement la quasi-totalité de cette énergie, mais il n'est pas renouvelable et sa consommation au rythme actuel conduira à la disparition des réserves d'ici quelques décennie (**Marcus; 2009**).

Les utilisations de ces biocarburants sont conditionnées par leurs compétitivités vis-à-vis des matières premières fossiles (pétrole principalement). Il est impératif que les biocarburants soient de bonnes qualités et bon marché (**Mesbahi; 2012**).

La biomasse, ensemble de la matière organique d'origine végétale ou animale, est une source de matière organique qui devrait permettre de ne plus avoir à utiliser les réserves fossiles de carbone pour la production de molécules d'intérêt économiques. Pour parvenir à valoriser les molécules issues de la biomasse, il faut être capable de les transformer de manière efficace, économique et respectueuse de l'environnement. Cet objectif peut être réalisé grâce à la catalyse hétérogène, qui permet de réaliser des réactions chimiques à basse température et en temps limité. De plus, dans les procédés utilisant la catalyse hétérogène, le catalyseur peut être utilisé fixe dans un réacteur ouvert ou réutilisé plusieurs fois dans des réacteurs fermés. (**Cornu, 2012 ; SARL., 2019**)

Des alternatives au pétrole dans le secteur du L'investissement transport, principal consommateur d'énergie fossile, ne cesse de gagner du terrain. Ceci est dans le but de lutter contre le réchauffement climatique par la réduction des émissions de gaz à effet de serre, et de diversifier les approvisionnements énergétiques en réduisant la dépendance au pétrole. Du fait

de sa viabilité technique et de son intérêt environnemental, le biocarburant s'est avéré être une solution facile à mettre en œuvre.

En 1891, Rudolf Diesel procède à des essais sur ses moteurs avec de l'huile végétale. Il était convaincu que l'huile végétale possède un fort potentiel, au même titre que le pétrole et le charbon. Les biocarburants sont des carburants produits à partir des sources végétales ou animales. Les biocarburants ont l'avantage d'être des sources renouvelables d'énergie et qui contribuent à limiter les émissions des gaz à effet de serre. D'autre part, le recours aux énergies renouvelables limite la dépendance énergétique des pays n'ayant pas des sources d'énergie fossile et qui sont obligés de l'importer. De ce fait, le développement des biocarburants doit nécessairement exploiter de nouvelles ressources abondantes et peu coûteuses. 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. Actuellement, les huiles végétale et animale commencent à être utilisées pour les moteurs diesel ( **Bousbaa et al., 2016**)

Le biodiesel est un mélange d'esters d'acide gras obtenus à partir des huiles végétales ou de graisses animales par transestérification.

La réaction de transestérification des huiles est réalisée de façon usuelle avec le méthanol en présence de catalyseurs homogènes basiques tels que la soude ou la potasse, cette catalyse homogène est efficace à basse température mais elle entraîne la formation de savons, la corrosion des équipements et d'émulsions stables et par la suite des problèmes de séparation des produits et en particulier de purification de la glycérine. Ces inconvénients peuvent être contournés par l'emploi d'une catalyse hétérogène, ce qui se fait déjà à l'échelle commerciale mais à des températures plus élevées que le procédé homogène (**Hamada; 2009 et Shuxiao et al; 2017**).

Etant donné l'importance croissante du biodiesel, il était justifié d'étudier la production de ce biocarburant par transestérification d'huiles usagées on utilisant un catalyseur hétérogène dérivé des noyaux de dattes des différents cultivars des dattes (Hmira, Teggaza, Takrbouch et Deggla Baida, ) et la coque des fruits de dattier du désert qui est considéré comme catalyseur naturel non toxique.

## *Introduction générale*

Ce mémoire comporte deux (02) parties contenant cinq (05) chapitres:

La **première partie** de ce mémoire présente une synthèse bibliographique divisée en trois chapitres. Le premier chapitre rapporte des données générales sur les biocarburants. Le deuxième chapitre présente des huiles (végétales ; usagées). Le troisième chapitre se focalise sur les différents types de catalyseurs. La **deuxième partie** est divisée en deux chapitres: le quatrième chapitre rapporte sur les matériels et méthodes expérimentales mis en jeu pour la réalisation de ce travail, et le cinquième chapitre qui va contenir l'ensemble des résultats obtenus et leur interprétations. Ce travail de mémoire est clôturé par une conclusion générale et des perspectives.

# Partie bibliographique

# Chapitre I :

# Biocarburant et Biodiesel

## **Chapitre I : Biocarburant et Biodiesel**

### **I.1 Les bioénergies**

L'idée de produire des carburants à partir de matières premières renouvelables n'est pas nouvelle. Avant l'ère du pétrole, les carburants des débuts de l'automobile étaient d'origine végétale. En effet, le moteur à explosion était conçu par **N. Otto** pour utiliser de l'éthanol ; tandis que Rudolf Diesel faisait tourner son moteur à l'huile d'arachide en 1900. Des bus avant 1914, des voitures (par exemple la Ford T, 1903 - 1926) fonctionnaient à l'alcool (**Mesbahi, 2012**)

La bioénergie est intégrée de façon complexe dans les systèmes mondiaux de biomasse servant à la production de denrées alimentaires, de fourrage, de fibres et de produits forestiers et dans la gestion de déchets et de résidus (**Boulal, 2016**) .

On peut distinguer trois types de biomasse :

- La biomasse animale telle que graisses animales, rejets d'abattoirs, ...
- La biomasse végétale indirecte issue des déchets agroalimentaires, d'élevages d'animaux, de papeteries, des ménages, ...
- La biomasse végétale directe issue des différentes plantes (bois, betterave, canne à sucre, maïs, tournesol, colza, algues, ...) (**Mesbahi, 2012**).

### **I.2 Les biocarburants**

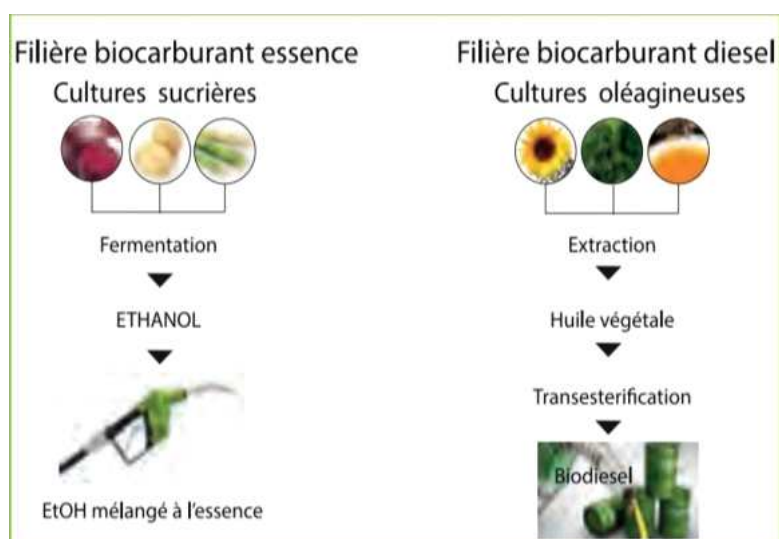
Les biocarburants sont des carburants de substitutions produits à partir de la biomasse et destinés à une valorisation énergétique dans les transports. Il est utilisé sous forme d'additif ou de complément aux carburants fossiles. Les deux grandes filières de production des biocarburants sont la filière essence et la filière diesel. L'un ou l'autre peuvent être produit à partir d'une grande variété de matière première (**Abada, 2017**).

#### **I.2.1 Les biocarburants de 1ère génération**

Ils regroupent selon le mode de production utilisé deux grands types de produits. Nous avons la filière biodiesel et celle des alcools dont le plus connu est l'éthanol.

### I.2.1.1 La filière biodiesel Le biodiesel

Le biodiesel est un carburant qui peut être utilisé pur et/ou mélangé dans le gazole pour les moteurs Diesel. Il est constitué d'esters méthyliques d'huiles végétales (EMHV), eux-mêmes provenant d'huiles végétales (tournesol, colza, palme, soja, etc.). En effet, les esters sont des hydrocarbures obtenus par réaction de transestérification entre les triglycérides et les alcools. Dans notre cas, l'alcool utilisé est le méthanol, d'où l'appellation « esters méthyliques ». Les esters méthyliques ont ainsi pour formule  $\mathbf{R-COOCH_3}$ , où  $\mathbf{R}$  est un groupement alkyle. Ils sont actuellement développés et utilisés comme carburant alternatif. Ils sont incorporés dans la composition des gazoles jusqu'à 5% en volume car ils présentent des caractéristiques à la combustion similaires à celles des gazoles (viscosité, indice de cétane, etc.). L'indice de cétane est l'un des principaux indicateurs de la qualité du gazole et caractérise le délai d'allumage du carburant au moment de son injection dans la chambre de combustion (Casimir, 2010).



**Figure 1:** Processus de fabrication des filières des biocarburants. (Abada, 2017)

### I.2.1.2 Filière Alcool

La filière éthanol est un substitut à l'essence produit à partir de la fermentation.

L'éthanol est fabriqué à partir de plantes riches en sucre (betterave, canne à sucre) (Hamad, 2009; Machado, 2013).

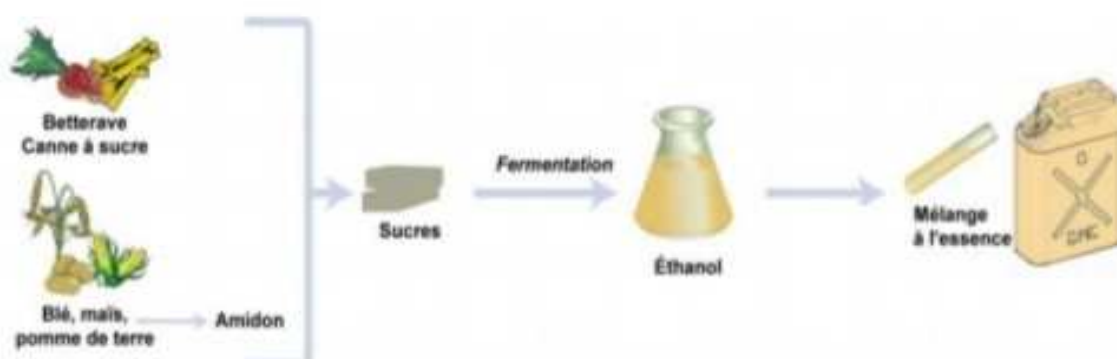


Figure2 : La filière de bioéthanol (Gilles, 2013).

### I.2.3 Générations des biocarburants

On distingue trois générations de biocarburants selon l'origine de la biomasse utilisée et les procédés de transformation associés :

#### I.2.3.1 Biocarburant de première génération

Qui constituent actuellement l'essentiel de la production mondiale et sur lesquels portent nos travaux –sont essentiellement issus de ressources agricoles conventionnelles (pour l'éthanol : canne à sucre, maïs, betterave sucrière, blé...etc. ; pour le biodiesel : soja, colza, huile de palme...etc.) (Akbi ,2014).

#### I.2.3.2 Biocarburant de seconde génération

Les biocarburants de deuxième génération sont obtenus à partir de biomasse sans concurrence avec l'utilisation alimentaire : paille de céréales, miscanthus, bois et résidus forestiers et cultures dédiées. Il y a deux filières de production possibles :

##### I.2.3.2.1 La voie thermochimique

Dans ce cas, la biomasse est transformée soit en huile par pyrolyse, soit en un mélange riche en CO et H<sub>2</sub> (gaz de synthèse) par gazéification (Casimir, 2010). Pour la voie thermochimique, la biomasse est d'abord conditionnée par pyrolyse ou torréfaction. Ensuite elle est gazéifiée à plus de 1000°C en présence de vapeur d'eau ou d'oxygène. On obtient ainsi le gaz de synthèse, constitué de monoxyde de carbone (CO) et d'hydrogène (H<sub>2</sub>). L'étape suivante est la synthèse Fischer-Tropsch, transformation chimique catalytique du gaz de synthèse en paraffines linéaires qui, hydro craquées et isomérisées, produiront un gazole de synthèse (Hamad, 2009).



### I.2.3.2.2 La voie biochimique

Il s'agit toujours, comme dans la première génération, de produire du bioéthanol par fermentation de sucres. Mais cette fois, la source végétale ne fournit pas directement un sucre exploitable. Tout d'abord, une étape d'extraction de la cellulose à partir de la matière première est réalisée par un traitement physicochimique. La cellulose est ensuite transformée en sucre simple (glucose) par hydrolyse à l'aide d'enzymes. Le glucose obtenu est ensuite transformé en bioéthanol par fermentation alcoolique selon le même processus que pour la première génération. (Abada, 2017)

### I.2.3.3 Biocarburant de troisième génération

Les biocarburants de troisième génération, où la production se fait à partir d'algues, dont l'application intéresse surtout le domaine de l'aviation (Akbi, 2010).

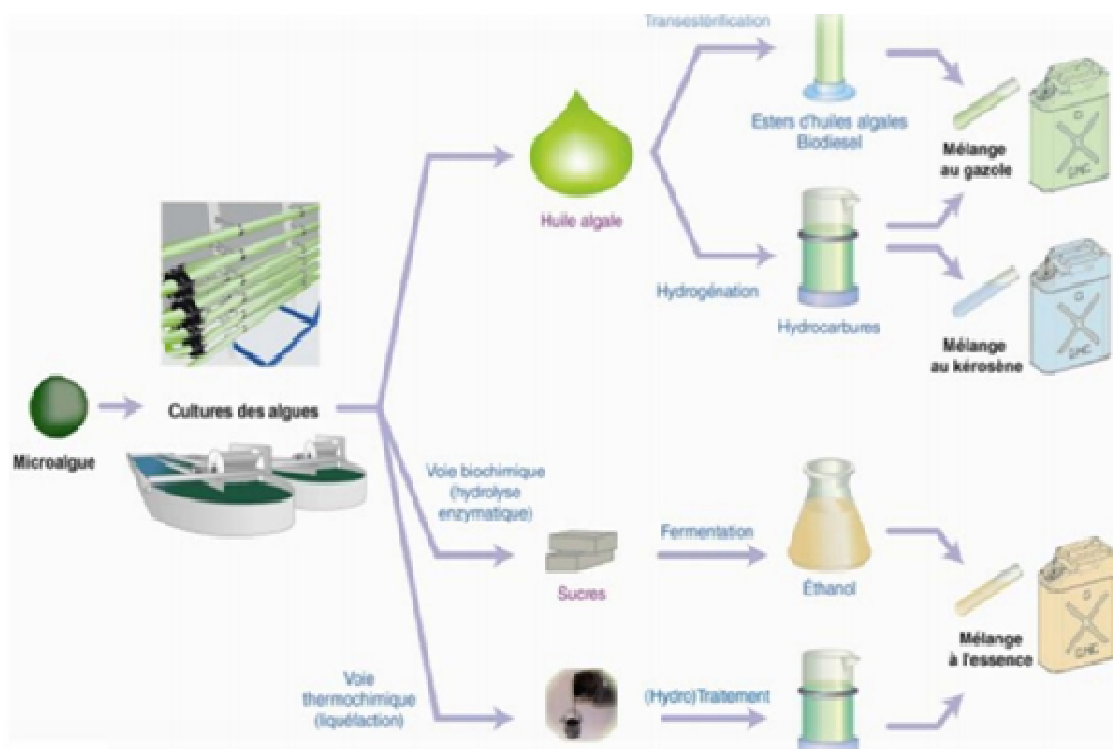


Figure3 : Biocarburants de troisième (Jeacker ,2015)

### **I.3 Le biogaz**

Le biogaz est un gaz issu des dégradations biochimiques complexes, naturelles, des matières organiques en absence d'oxygène (anaérobie) : la fermentation méthanique ou bio méthanisation

Industriellement, la bio méthanisation est réalisée dans une cuve fermée de conceptions variées selon la nature de la biomasse à traiter et le temps d'obtention du biogaz. Le principe de ces unités est de créer et d'optimiser la production de biogaz dans des digesteurs puis de le capter pour le valoriser en :

- Chaleur seule (par combustion)
- Carburant (après épuration et compression du gaz)
- Chaleur + électricité (par cogénération)
- Injection (après épuration) dans le réseau de gaz naturel

Cette activité s'accompagne de production d'un produit humide riche en matière organique appelé digestat qui peut être ensuite utilisé comme fertilisant ( **ERA., 2015** ).

### **I.4 biodiesel**

#### **I.4.1 Définition de biodiesel**

Le biodiesel est un biocarburant liquide alternatif au carburant diesel à base de pétrole classique (pétrodiesel) pour l'environnement ( **MOSER, 2009** )

Ce sont essentiellement des huiles végétales qui sont transformées chimiquement ou biologiquement en biodiesel. Dans les régions tempérées, l'usage d'huile de colza est très répandu, tandis que dans les régions subtropicales c'est plutôt l'huile de palme que l'on utilise ( **FNR, 2014** ).

Le biodiesel est un mélange d'esters d'acide gras obtenus à partir des huiles végétales ou de graisses animales par transestérification ( **Boulal, 2016** ). Le biodiesel, ester gras d'alcool léger, possède actuellement de nombreuses applications (carburants diesel, fuels domestiques, solvants écologiques, composés de base pour la fabrication de sulfonates d'alcool gras, d'amides, de dimères d'esters, etc.) ( **Hamada, 2009** ).

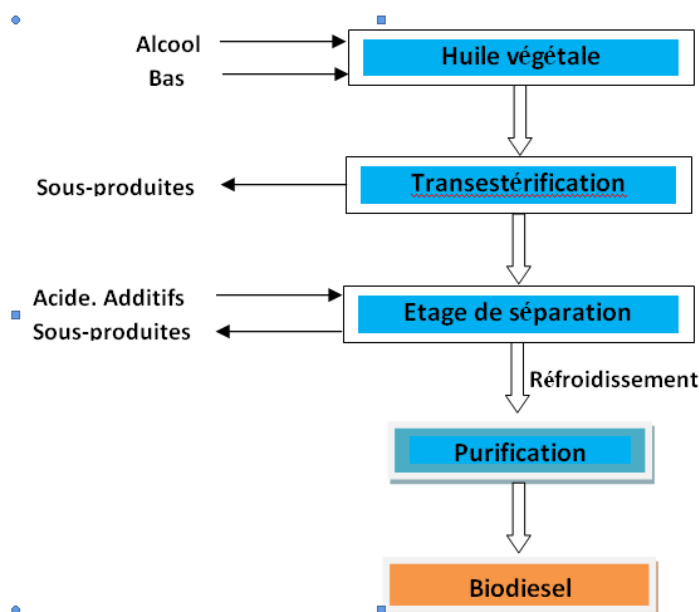


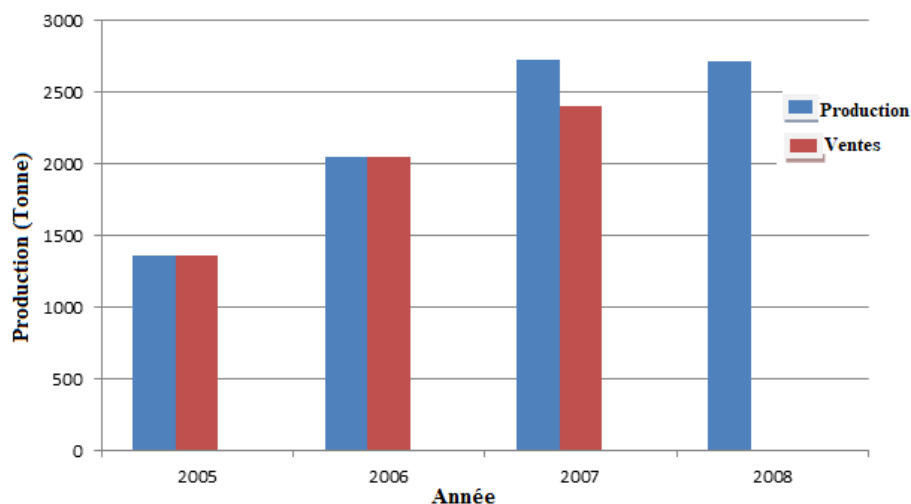
Figure 4 : Principe de base de la production du biodiesel (FNR ,2014).

#### I.4.2 La production chimique du biodiesel

La transestérification est l'une des plus importantes méthodes utilisées pour la transformation des huiles végétales en carburant diesel. Elle consiste à estérifier les triglycérides des huiles végétales en utilisant un alcool, généralement le méthanol ou l'éthanol en présence de catalyseur (Alloune, 2012).

#### I.4.3 Développement du biodiesel

Le développement de la production et des ventes de biodiesel est lié aux décisions politiques en la matière. Ainsi, en Allemagne, la part de biodiesel a augmenté de manière continue pendant plusieurs années du fait des avantages fiscaux et de la hausse des quantités ajoutées, avant d'atteindre un pic de 12 % de part de marché des carburants diesel en 2007. La production et les ventes ont baissé les années suivantes avec la diminution des avantages financiers et la hausse du prix des matières premières. (FNR, 2014)



**Figure 5 : Développement du biodiesel en Allemagne (1.000t) (FNR, 2014)**

#### **I.4.4 Différents biocarburants**

La directive CE (Directive 2003/30/CE) énonce une liste non limitative de 10 produits qui peuvent être considérés comme des biocarburants : bioéthanol, biodiesel, biogaz, biométhanol, biodiméthyléther, bio-ETBE (bio-éthyl-tertio-butyl-éter), bio-MTEBE (biométhyl-tertio-butyl-éter), biocarburants synthétiques, biohydrogène, huile végétale pure (Boulal, 2017).

### **I.5 Aspects généraux de la transestérification**

#### **I.5.1 Définition de Transesterification**

La transestérification est une réaction chimique catalytique entre l'huile et un alcool (méthanol, éthanol, ...) dont le produit est un mélange d'esters et du glycérol (glycérine). Le mélange d'esters est du biodiesel (CURTO & al; KATZ, 2012; MESBAHI, 2012). Les esters gras sont constitués de triglycérides solides à température ambiante dans le cas des graisses ; et liquides à température ambiante dans le cas des huiles. La réaction de transestérification peut s'écrire (Amrani, 2007).



Figure 6 : La réaction de transestérification de l'huile en biodiesel (Alloune, 2012).

### I.5.2 Mécanisme de la réaction

La réaction de transestérification se fait en trois étapes successives :

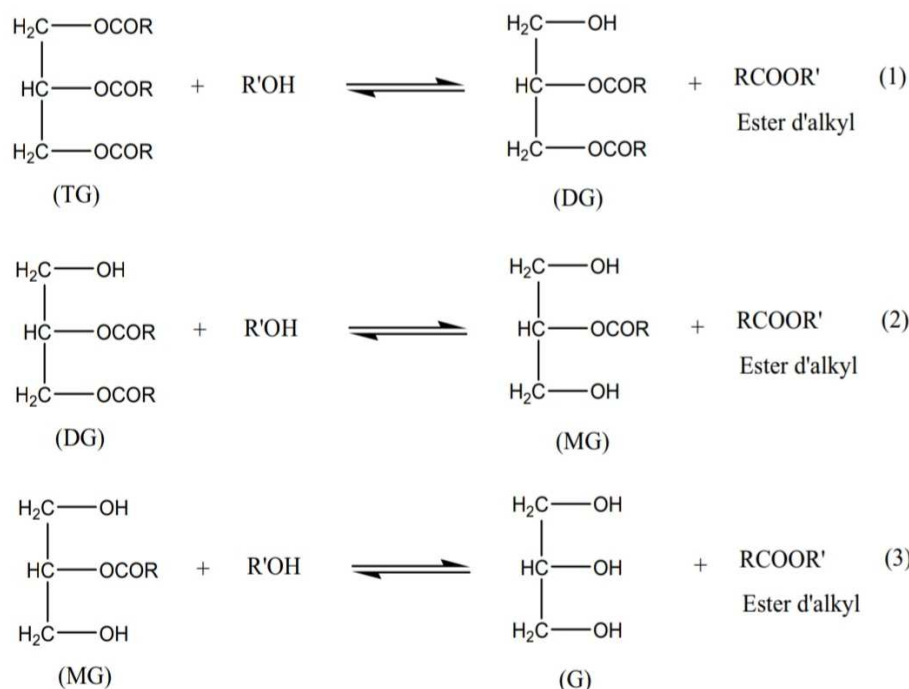
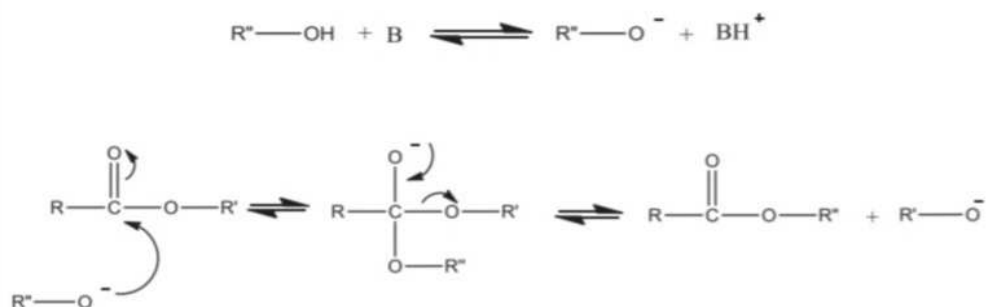


Figure 7: Réactions successives de la transestérification (Hamada, 2009)

La réaction de transestérification est chimiquement équilibrée. Les étapes (1) et (2) sont rapides car les fonctions esters primaires sont transestérifiées en premier, l'étape (3) est plus lente (Hamad, 2009).

### I.5.3 Mécanisme de transestérification en cas d'une catalyse basique



**Figure 8** : Mécanisme de transestérification en cas d'une catalyse basique (**Adriana, 2015**).

### I.5.4 Fabrication du biodiesel grâce à la transestérification

Les huiles végétales sont composées de molécules de glycérol et de longues molécules d'acides gras. Une huile végétale (par ex. l'huile de canola) peut être transformée en biodiesel grâce à une simple réaction chimique avec un alcool et un acide fort ou un catalyseur basique. (**Rodriguez, 2014**)

### I.5.5 But de la réaction de transestérification

La décomposition thermique d'une huile qui est un ester de glycérine, en l'absence d'oxygène conduit à la formation de glycérol et d'un 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,
- L'utilisation de la glycérine dans l'industrie chimique, (**Mactar, 2009**).

# Chapitre II :

## Les Huiles

## **Chapitre II : Les huiles végétales**

### **II.1 Générations des Huiles végétales**

Les huiles végétales comestibles sont des denrées alimentaires qui se composent essentiellement de glycérides d'acides gras exclusivement d'origine végétale. Elles peuvent contenir en faible quantité d'autres lipides comme les phosphatides, des constituants insaponifiables et les acides gras libres naturellement présents dans la graisse ou l'huile. **(FAO, 1999)**

Les huiles végétales sont des triglycérides, soit des composés constitués de glycérine (alcool trivalent) et de trois acides gras liés. La glycérine est responsable de la viscosité. A 40 °C, l'huile végétale est presque dix fois plus épaisse que l'huile diesel. **(Martin ,2004)**

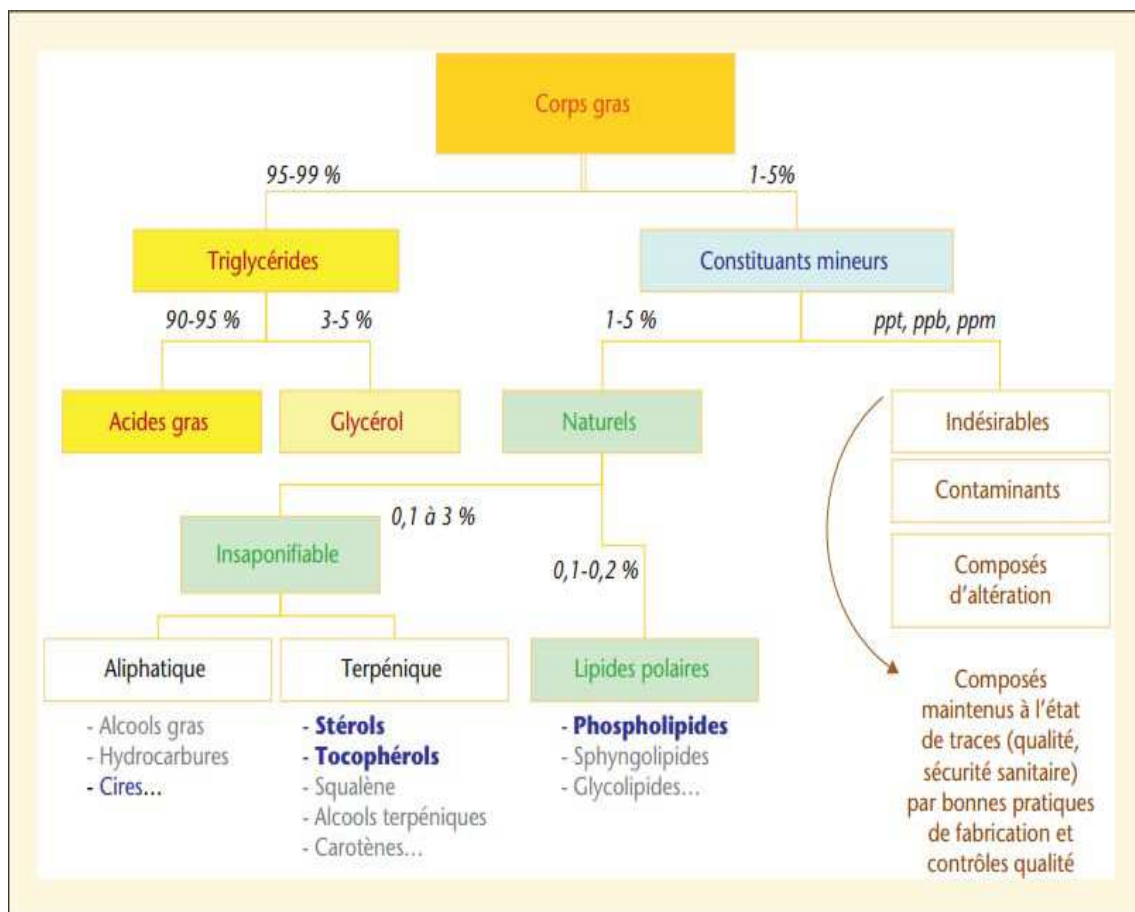
Ils constituent les principales matières premières biosources pour le développement d'une nouvelle industrie chimique. **(Boyer, 2010)**

Les exigences des huiles végétales en tant que carburant qualité et traitements les exigences de qualité sont moins grandes et à la fois différentes de celles des huiles alimentaires ( **Vaitilingom ,2015**)

### **II.2 Composition des huiles végétales**

L'intérêt de connaître la composition d'une huile est évident puisque celle-ci va avoir une influence sur les caractéristiques physiques essentielles pour évaluer la qualité du biodiesel qui en résulte comme la viscosité, le point de fusion et la stabilité thermique. D'un point de vue chimique, la composition des huiles est fonction des variations de conditions de culture (sol, amendement, climat, hygrométrie...). Les huiles végétales sont constituées essentiellement de triglycérides, d'acide gras libres et de produits secondaires. Les produits secondaires, dont la teneur maximale est de l'ordre de 1 à 5 %, dans une huile brute normale sont essentiellement : Les phospholipides (lécithine, céphaline) source de gomme, x Les carotènes et les xantophylles (polyinsaturés) très polymérisables, Les tocophéroles (antioxydants naturels), Les stérols libres ou estérifiés, Les alcools triterpéniques , Les monoglycérides (qui risquent de cristalliser), Les diglycérides, xDes traces d'eau, de silice, etc...**(Hamad,2009)**.





**Figure 9:** Composition panoramique de corps gras et importance relative des principales classes de composés (Morin, 2012)

## II.3 Caractéristiques des huiles

### II.3.1 L'indice d'acide

L'indice d'acide d'un corps gras est la quantité de potasse exprimée en milligramme nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras (Hamia, 2007).



C'est un dosage qui nous permet de connaître le degré d'altération de l'huile et d'estimer le taux d'acides gras libres dans l'huile exprimé en acide oléique (Hamia, 2007).

### II.3.2 L'indice d'iode

Dans toute l'analyse des graisses, c'est l'indice d'iode qui représente la constante la plus utile, exprime le degré d'insaturation d'un corps gras (Zovi, 2009; Hamia, 2007), permet de porter un premier jugement sur l'aptitude à la combustion de l'huile : plus l'indice est élevé, plus la combustion peut poser des problèmes (Hamia, 2007; Marcusson et Jouve, 1929).

C'est sur sa valeur que repose l'importante division des huiles végétales en huiles siccatives, mi-siccatives et non-siccatives. On classe comme siccatives les huiles dont l'indice d'iode est compris entre (200 et 130) (Marcusson et Jouve, 1929), en classant les huiles comme suit :

- De 130 à 200 : huiles siccatives ;
- De 95 à 130 : huiles semi-siccatives ;
- Inférieur a 95 : huiles non siccatives.

### II.3.3 L'indice de saponification

L'indice de saponification est le nombre de milligrammes de potasse caustique KOH nécessaires pour transformer en savon les acides gras et les glycérides d'un gramme de corps gras, la plupart des huiles végétales ayant un indice compris entre 190 et 200 (Marcusson, 1929).

Cet indice est d'autant plus élevé que les glycérides sont formes d'acides gras de faible poids moléculaire. Il dépend de la teneur en insaponifiable, en acides gras libres et de la proportion de mono-, di- et triglycérides. Il permet, lorsque la matière grasse renferme uniquement des triglycérides, de déterminer la teneur pour cent en acides gras totaux (Marcusson, 1929; Jahouach, 2009).

Les graisses et huiles peuvent se diviser en trois classes, suivant leur indice de saponification (Marcusson, 1929) : Graisses à bas indice de saponification, de 171 à 183 : généralement voisin de 175) c'est le groupe des huiles de colza, de ricin, de pépins de raisin.

## II.4 Extraction des huiles végétales

Tout procédé d'extraction est basé sur la différence de solubilité des substances d'un mélange dans un solvant. Le mélange à extraire peut être solide ou liquide et le solvant liquide ou fluide supercritique (Eybert, 2012). Les huiles végétales s'obtiennent à partir de

graines ou de fruits écrasés (**Marcusson, 1929**) Généralement, le matériel végétal subit directement le processus d'extraction, cependant, il faut procéder parfois au broyage-concassage pour améliorer le rendement de l'extraction surtout quand il s'agit de tissus rigides (**Monnatte-laussus, 2017**). Tout procédé d'extraction est basé sur la différence de solubilité des substances d'un mélange dans un solvant. Le mélange à extraire peut être solide ou liquide et le solvant liquide ou fluide supercritique (**Eybert, 2012**).

### II.4.1 Valorisation des huiles végétales

Généralement, Les huiles (liquide) et les graisses (solide) sont très utilisées en alimentation humaine (**Alaoui, 2002**). De nos jours, les huiles végétales constituent de précieuses matières premières pour l'industrie.

Comme domaines d'application, on peut citer les industries pharmaceutiques, cosmétiques, des détergents, des lubrifiants et des agents tensioactifs (bio surfactants) (**Eybert, 2012; Soumanou et al., 2005; Alaoui, 2002**) la production des Polymères, peintures, encres, fluide hydraulique et bio solvant (**RUP, 2009**) . L'intérêt accordé à ces produits dérivés réside dans leur taux de biodégradabilité extrêmement élevé.

### II.5 Huile usagées

Ce sont des huiles stables à la chaleur, riches en acides gras saturés et mono insaturés Les huiles recommandées pour la friture (frites, beignets, nuggets...) (**Guide, 2012**)

L'usage fréquent des huiles de friture à haute température peut produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité nutritionnelle des aliments (**Hamad, 1995**).



**Figure10:** Huile alimentaire usagée

**II.5.1 Composition des huiles alimentaire de friture usagées**

L'utilisation des traitements thermiques lors de la préparation de aliments induit des transformations des constituants prestes dans l'aliment allant jusqu'à la formation d'espèces chimiques nouvelles

**II.5.2 Élimination et valorisation**

Les huiles usagées sont principalement régénérées (3 litres d'huile usagée donnent 2 litres d'huile régénérée).

La valorisation énergétique par incinération en cimenterie ou dans des centres d'incinération de déchets dangereux est également pratiquée. (CAPO, 2014).

# Chapitre III :

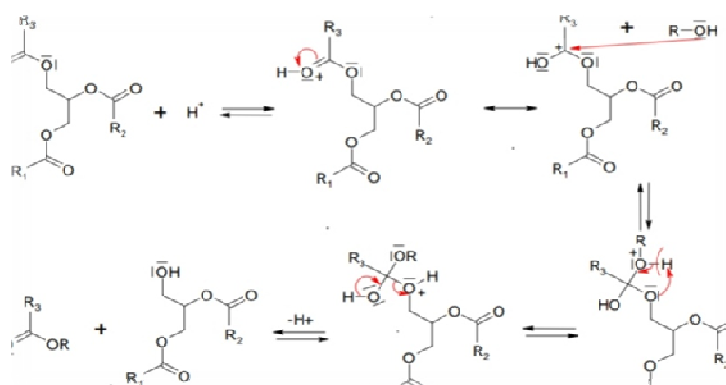
## Les catalyseurs

## Chapitre III : Les catalyseurs

### III.1 La Catalyse homogène

Les catalyseurs homogènes constituent la dernière voie de catalyse de transestérification des triglycérides avec les alcools. Actuellement, les catalyseurs basiques homogènes sont les plus utilisés dans les procédés industriels de transestérification pour la production de biodiesel, principalement en raison de leur efficacité à des températures relativement modérées et de leur coût moins élevé que les catalyseurs hétérogènes et surtout enzymatiques. Les catalyseurs acides homogènes sont un peu moins utilisés car ils peuvent être à l'origine de problèmes de corrosion. **(Richard, 2011)**

Le mécanisme réactionnel de la transestérification en présence d'acides de Brønsted est donné sur la Figure 11 :



**Figure 11** : Mécanisme réactionnel de la transestérification en milieu **(Richard, 2011)**

La première étape est la protonation de l'oxygène du groupe carbonyle d'une des trois fonctions ester du triglycéride. L'intermédiaire alors formé est soumis à une attaque nucléophile de l'alcool. Un phénomène de prototropie a ensuite lieu, améliorant le caractère nucléofuge du groupe  $\text{-O-CH}_2\text{-CH(OCOR}_2\text{)-CH}_2\text{OCOR}_1$ . Le départ du diglycéride est accompagné de la formation de l'ester protoné dont la déprotonation permet de régénérer le catalyseur. Toutes les réactions sont ici équilibrées. Selon ce mécanisme, un acide carboxylique peut être formé par une attaque nucléophile de l'eau présente dans le milieu réactionnel. Ceci confirme donc que la transestérification catalysée par un acide doit être préférentiellement effectuée en l'absence d'eau, afin d'éviter la formation concurrentielle d'acides carboxyliques au détriment des esters d'alkyle. **(Richard; 2011)**

### III.2 La catalyse hétérogène

Des catalyseurs hétérogènes (solides) peuvent aussi être utilisés dans le cadre de réactions de transestérification d'huiles végétales. Leur intérêt principal est leur séparation aisée du milieu réactionnel, par simple filtration, ainsi que leur durée de vie plus ou moins élevée selon le catalyseur. La possibilité de réutiliser des catalyseurs hétérogènes dans plusieurs cycles de réaction présente un avantage non négligeable pour la production de biodiesel à l'échelle industrielle :

La consommation réduite de catalyseur implique une réduction des coûts de production et de traitement. Le procédé résultant serait, à terme, plus sûr, moins coûteux et plus respectueux de l'environnement. Les catalyseurs hétérogènes testés jusqu'à présent peuvent être acides ou basiques **(Richard; 2011)**.

#### III.2.1 La catalyse hétérogène basique

Les molécules présentes dans le pétrole sont essentiellement des hydrocarbures (alcanes, alcènes et composés aromatiques) ne présentant pas l'élément oxygène dans leur composition. **(Cornu ,2012)**

Les catalyseurs basiques, tels que l'oxyde de magnésium (MgO), l'oxyde de calcium (CaO), l'oxyde de strontium (SrO) ainsi que des oxydes métalliques mixtes ont été utilisées pour la production de biodiesel. Parmi ceux-ci, l'oxyde de calcium est le catalyseur le plus étudié, car il possède une haute basicité, il est peu soluble, peut être manipulé facilement, en plus il est économiquement moins cher. **(Kawashima et al 2009)**

Plusieurs ressources naturelles et déchets ont été examinés pour obtenir des catalyseurs à base de calcium actifs à faible coût. Ces substrats contenant du calcium, lors d'un traitement thermiquement, sont converti en catalyseur CaO qui pourrait ensuite être utilisé pour la production de biodiesel. **(Correia et al 2014)**

#### III.2.2 La catalyse enzymatique

Des catalyseurs enzymatiques tels que les lipases ont été étudiés dans les réactions de méthanol et d'éthanol. Ce sont des enzymes généralement utilisées pour catalyser des réactions d'hydrolyse de triglycérides en milieu aqueux **(Tchakblo, 2009)**.

## III.3 Comparaison entre catalyses homogène et hétérogène

Tableau III.1 : Comparaison entre catalyses homogène et hétérogène (Vedrine, 1981)

Homogène	Hétérogène
<ul style="list-style-type: none"><li>• Catalyseurs souvent plus actifs et plus sélectifs Difficultés de séparation et recyclage</li><li>• de solvants et du catalyseur Réacteurs plus simples et échanges</li><li>• thermiques plus favorables</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Catalyseurs plus stables mais moins actifs et moins sélectifs</li><li>• Séparation plus aisée des produits de réaction et du catalyseur</li><li>• Réacteurs plus complexes avec problème important d'échange thermique</li><li>• Chaleur de réaction récupérable à un niveau thermique plus élevé</li></ul>



# Partié expérimentale

# Chapitre IV :

# Matériel et Méthodes

## Chapitre IV : Matériel et Méthodes

### V.1.1 Présentation de l'unité de recherche en énergies renouvelable en milieu saharien (URER/MS) -Adrar

L'Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien (URER/MS), est une structure de recherche, créée par Arrêté ministériel n° 76 du 22 mai 2004 au sein de l'EPST CDER.

Les activités de recherche scientifique et de développement technologique menées à l'URER.MS s'inscrivent dans le cadre du programme national de recherche en énergies renouvelables, considéré par les pouvoirs publics comme prioritaire et mobilisateur. La vocation essentielle de l'Unité est la recherche scientifique appliquée et le développement technologique.

L'unité est composée de deux Divisions:

- Division photovoltaïque
- Division conversion thermique et thermodynamique

Chaque division comporte plusieurs équipes de recherche.



**Figure12** : Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien

**IV.2 Matériel utilisé**

**IV.2.1 Appareillage**

Diffractomètre de rayon X (DRX)	Ballon (250 ml);
Spectrophotomètre Infra-Rouge	Becher;
Four à moufle (Nabertherm);	Pipette graduée avec poire aspirante;
Agitateur magnétique;	Pompe à vide;
Ampoule à décanter;	Réfractomètre ;
Centrifugeuse magnétique ;	Thermomètre
Densimètre (METTLER TOLEDO);	Eprouvette gradué;
Broyeur ;	Fiole 100 ml;
Bain marie;	Fiole 250 ml.

**IV.2.2 Produits chimiques et réactifs**

**Tableau IV.2** Propriétés et caractéristique des produits utilisés

N <sup>0</sup>	Désignation	Formule chimiques	Etat physique
01	Acide chlorhydrique 37%	HCL	Liquide
02	Méthanol (99.7%)	CH <sub>4</sub> O	Liquide
03	Hydroxyde de potassium (0.1 N)	KOH	Solide
04	Phénolphtaléine	C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	Liquide

**IV.3 Matériel végétal**

**IV.3.1 Le choix du substrat**

Nous avons spécifiquement sélectionné des biocatalyseur d’origines végétales comme les noyaux de dattes des différents cultivars des dattes et la coque (Toga ) du palmier du désert pour la production de biodiesel à base des critères suivants :

- Les noyaux de dattes sont des déchets non valorisé sauf l’utilisation comme alimentation de bétail ; et leur consommation excessive de datte ;
- Sa présence en grande tonnage ;
- La coque du palmier du désert des désert il est abondant dans le sud et sa croissance facile et peu coûteuse .

IV.3.2 Lieux de prélèvement

a. Noyaux des dattes

Le prélèvement des échantillons des noyaux des dattes sont collectés dans la région de Tamentit, qui est une municipalité d'Adrar, située dans l'état sud d'Adrar. Il se trouve à 10 Km du centre d'Adrar. Ce travaux de recherche sont effectués au niveau des laboratoires de l'Université d'Adrar et du Laboratoire de l'URER/MS. Les graines étudiées proviennent de dattes de 4 variétés (Hmira, Teggaz, Takrbouch et Deggla Baida.).

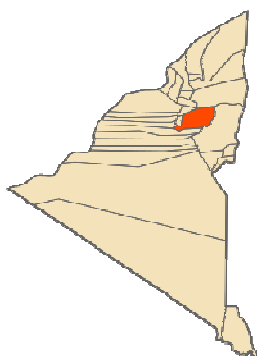


Figure 13: La situation de la région de TAMANTIT dans la wilaya d'Adrar.

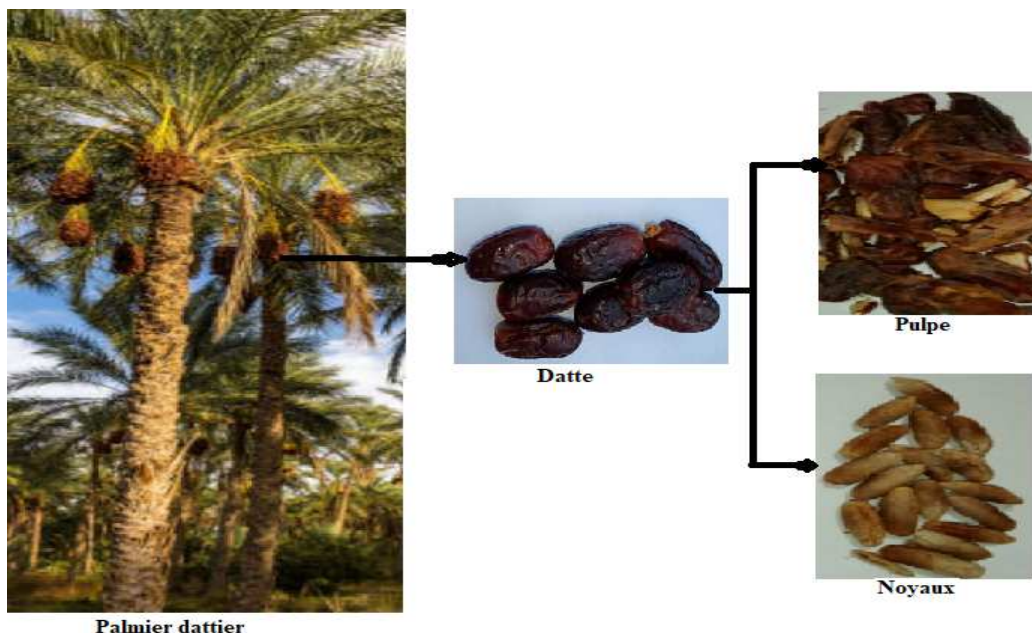


Figure 14: L'origine du substrat étudié (Noyaux de datte)

**b. Coque de graines de palmier du désert**

Le prélèvement d'échantillon est effectué au niveau de la région de Timyawin située au sud d'Adrar, à l'extrême-sud de l'Algérie dans le Sahara Algérien, à l'est du Tanezrouft, exactement elle s'éloigne de 150 km au sud-ouest de Bordj Badji Mokhtar, 1820 Km au sud d'Alger, 465 km au sud-ouest de Tamanrasset et 950 km au sud-est d'Adrar, cette région est un producteur important du dattier du désert.



**Figure 15:** L'origine du substrat étudié (Coque de palmier du désert)

**IV.4 Préparation de noyaux des dattes et la coque**

La préparation des noyaux comprend les étapes suivantes

❖ **Séparation pulpe- noyaux**

La séparation pulpe- noyau est facile, elle se fait à la main.



**Figure 16 :** Dénoyautage de dattes

La séparation pulpe- noyau (concassage) de coque du palmier des désert est difficile elle se fait à l'aide d'un mortier.



**Figure 17 :** Concassage de coque de graines de palmier du désert

❖ **Lavage**

Nous avons procédé au lavage à l'eau chaude des noyaux pour enlever les traces de pulpe et toutes sortes d'impuretés qui collent à ces derniers

❖ **Séchage**

Après lavage, les noyaux et la coque sont placés dans une étuve portée à une température de 105 °C pendant 2 heures afin de faciliter le broyage

❖ **Broyage**

Le broyage a été réalisé au moyen d'un broyeur à meules afin d'avoir de petits fragments qui sont à leur tour broyés à l'aide d'un broyeur électrique

❖ **La calcination**

La calcination correspond à un traitement thermique effectué après le broyage, durant cette opération la matière organique est éliminée sous forme de CO<sub>2</sub> et les minéraux sont transformés en oxydes métalliques, ce sont ces oxydes formés qui vont jouer le rôle de catalyseur dans la réaction de transestérification. Nous avons calciné le catalyseur (noyaux de datte) à une température de 800°C pendant 2 heures (**Khelafi .2018**) la calcination est réalisée dans un four à moufle



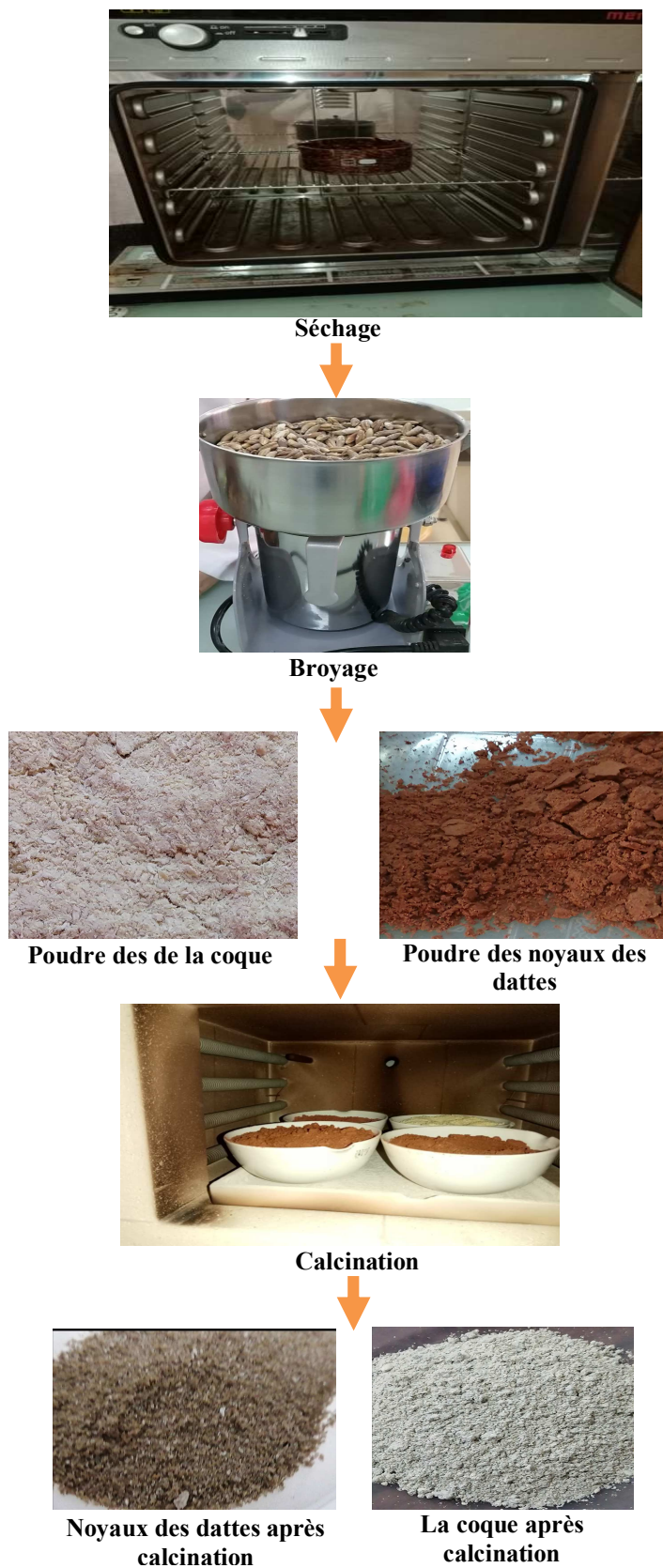


Figure 18 : Préparation du substrat

**IV.4 Les paramètres d’huiles à considérer pour la transestérification**

Les spécifications suivantes concernant les huiles et sont :

**IV.4.1 Indice d’acide IA (exprimé en mg KOH/g huile)**

L’hydrolyse des corps gras, qu’elle soit d’origine chimique ou enzymatique entraîne la formation d’acide gras libre, dont la mesure permet d’évaluer l’état de son altération par hydrolyse. L’acidité peut être exprimée de deux manières : L’indice d’acide (IA) qui est le nombre de mg de potasse nécessaire pour neutraliser

- les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras. L’acidité (A%) est le pourcentage d’acides gras libre exprimé conventionnellement en acide aurique pour le coprah et le palmiste, en acide palmitique pour le palme et en acide oléique pour la majeure partie des corps gras.

**a. Mode opératoire**

Introduire 2g d’huile dans une fiole conique de 250 ml ; Dissoudre la prise d’essai dans 100 ml environ du mélange à parts égales

- d’éthanol et de diéthyléther préalablement neutralisé ;

Ajouter 2-3 gouttes de phénophtaléine ;

- Titrer, avec agitation, avec une solution éthanolique d’hydroxyde de potassium
- 0.1 N jusqu’à coloration rose de la phénophtaléine persistant ;

A la fin on prend le volume exact de KOH consommé pour le calcul de l’indice d’acide.

**b. Expression des résultats**

L’indice d’acide est donné par la formule suivante :

$$IA = (V \times 56.1 \times N) / P \dots\dots\dots(1)$$

Avec :

**V** : Désigne le volume de potasse employé ;

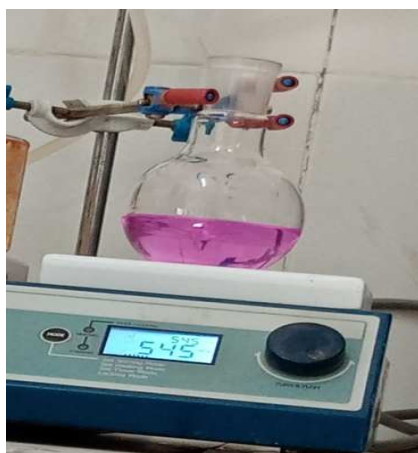
**N** : La normalité de la solution ;

**P** : La masse de la prise d’essai ;

**5.61** : Le nombre de mg de potasse équivalent à 1 ml de soude à 0.1 N.

L’acidité en (%) est calculée en équivalent acide oléique :

$$A\% = 0.5 * IA \dots\dots\dots(2)$$



**Figure 19** : Le processus de titrage pour l'identification de l'indice d'acide.

#### **IV.4.2 L'indice de saponification (AFNOR T60 206)**

L'indice de saponification est la quantité de potasse exprimée en milligrammes nécessaires pour saponifier 1 gramme d'huile.

##### **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 (phénolphtaléine).

##### **b. Mode opératoire**

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

**c. Expression des résultats:**

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

$$Is = [(V_0 - V_1) \times C \times 56, 1] / m \dots\dots\dots(3)$$

Où:

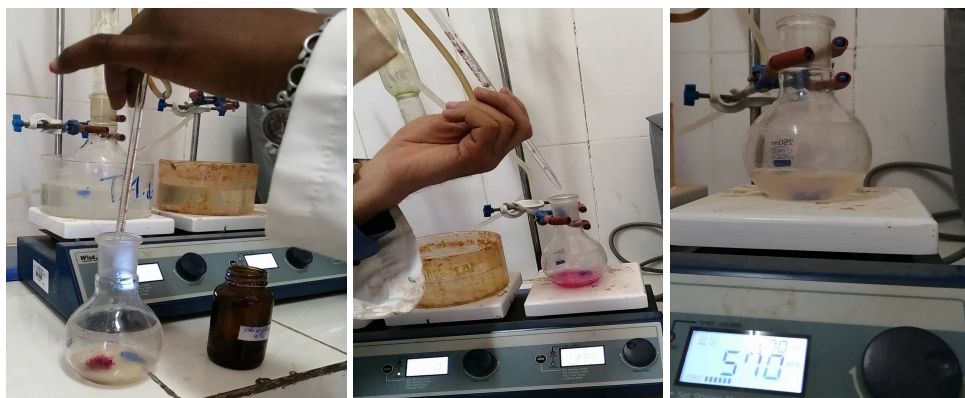
**V<sub>0</sub>** : est le volume, en ml de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc

**V<sub>1</sub>** : est le volume, en ml de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour la détermination

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

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

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



**Figure20** : Le processus de titrage pour l'identification de l'indice de saponification

**IV.5 Transestérification (synthèse du Biodiesel)**

Le Biodiesel est un ester méthylique obtenu par réaction chimique (transestérification) entre un alcool léger et la matière grasse. Notons qu'il peut être utilisé soit comme carburant de remplacement à 100% (B100) et sans modification majeure du moteur de la voiture; soit mélangé aux hydrocarbures traditionnels (avec des concentrations différentes soient 2%, 5% ou encore 20%). ( Pallu ,2012)

Le biodiesel est défini comme étant le mono alkyl ester à longues chaînes d'acides gras dérivé à partir de lipides renouvelables, telles que les huiles végétales et les graisses animales, pour utilisation dans l'allumage de moteurs à compression (diesel). **(Touati, 2013)**

La transestérification est un procédé utilisé principalement dans la production de biocarburants dits de première génération. On peut comparer le procédé à celui de l'hydrolyse sauf que dans le cas présent, de l'alcool est utilisé à la place de l'eau. Il vise à réduire la viscosité de l'huile. **(Pallu, 2012)**

**a. Méthode**

La transestérification est réalisée dans un ballon bi-colle en verre de 250 mL équipée d'un réfrigérant relié à un système de refroidissement. On verse une masse *m* de l'huile dans le ballon et on chauffe à l'aide d'une plaque chauffante agitée jusqu'à ce que la température atteigne 65°C à ce moment on ajoute le catalyseur solubilisé dans le méthanol absolu. La durée de la réaction est 1 heures.

L'expérience est répétée plusieurs fois on faisant varier le type de catalyseur à savoir ; KOH 1%, les noyaux des dattes calcinés des différents variétés (Teggaza, Hmira , Takrboucht , Deggla et coque de Balanite calcinée. La concentration des catalyseurs d'origine végétale et fixé à 7% selon le rapport annuelle réalisé par **(Hadri et al., 2019)**

A la fin de chaque expérience le mélange réactionnel est mis dans une ampoule à décanté à fin de séparer le biodiesel des autre composés.

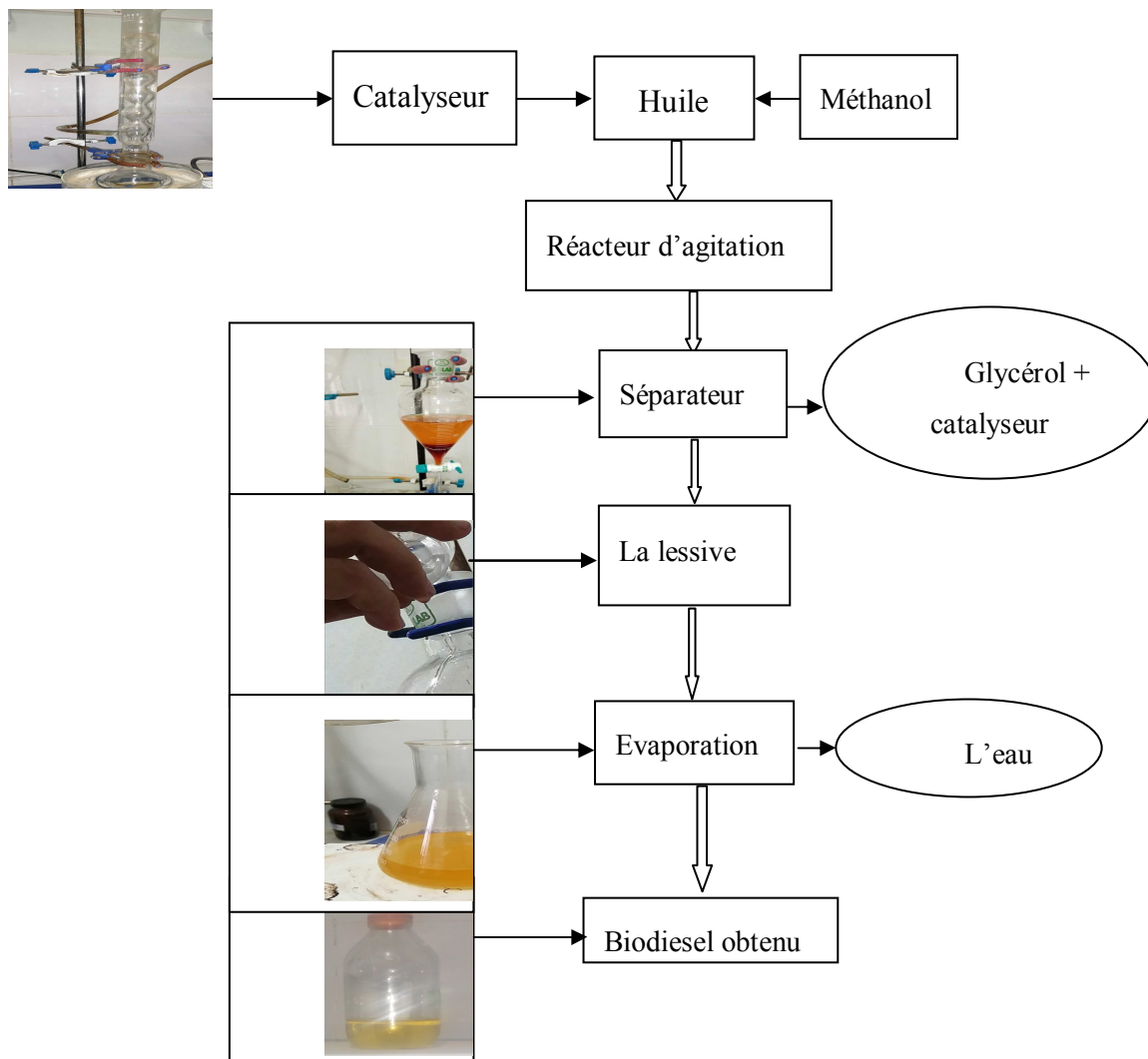
Après décantation le biodiesel récupéré est lavé à l'eau distillée ensuite chauffé à 120 °C afin d'éliminer les traces de méthanol et de l'eau, ensuite on pèse la masse du biodiesel et on calcule son rendement selon la formule suivante **(Wilson et al, 2014)**.

$$R = M_B / M_H \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

Ou :

**M<sub>B</sub>** : Masse du Biodiesel obtenu

**M<sub>H</sub>**: Masse d'huile utilisée



**Figure21:** Les étapes de la transestérification de production de biodiesel obtenu.

#### IV.6 Les différentes étapes de production de biodiesel

##### ➤ Etape de mélange des réactifs

Les réactifs, l'huile et l'alcool (méthanol) 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 ou soit de manière séparée dans de différentes cuves par la suite, mélangés dans la cuve d'huile.

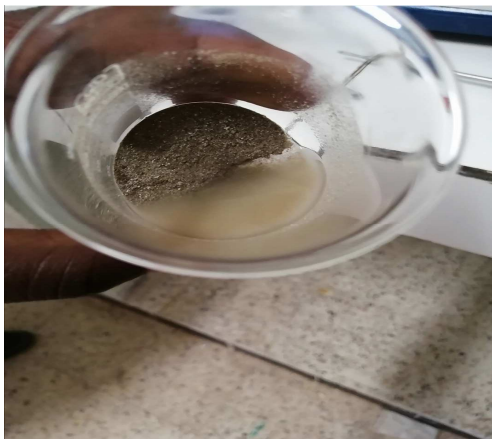


Figure 22 : Mélange de catalyseur et Méthanol

➤ **Etape de réaction**

Une fois que le mélange huile/alcool ait lieu dans le réacteur, le processus de la réaction de Transestérification se déclenche pour durer un certain temps. Les conditions de température et de pression sont fonction du type de catalyse. Un système de chauffage du réacteur et de l'agitation est nécessaire pour la réaction. A la fin de la réaction, huile passe à l'état d'ester en changeant ses propriétés physico-chimiques : la viscosité, la densité, la masse molaire.



Figure23 : Réaction de mélange.

➤ **Etape de 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.



Figure24 : La décantation de mélange.

➤ **Etape de lavage**

Une étape de purification de l'ester consiste à éliminer les impuretés telles que la glycérine résiduelle, l'excès d'alcool, les traces de catalyseurs, et sels formés par la catalyse hétérogène.

Cette opération s'effectue par lavage du biodiesel à l'eau.



Figure25: Lavage du biodiesel

➤ **Etape de séchage**

Après lavage du biodiesel à l'eau, l'opération de 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 120°C.





Figure26: Séchage du biodiesel

### IV.7 Les caractéristiques du biodiesel

Le biodiesel est caractérisé par sa viscosité, sa densité, son indice de réfraction ainsi que par Infrarouge (IR).

#### IV.7.1 La viscosité

Comme indice de cétane, la viscosité augmente avec le nombre de carbone et diminue avec le degré d'insaturation. Une plus grande viscosité cinématique créerait des problèmes comme des dépôts dans le moteur. La transestérification favorise donc une diminution de la viscosité de l'huile à des valeurs généralement comprises entre 4 à 6 mm<sup>2</sup>/s

La viscosité dynamique de l'huile et biodiesel est mesurée à l'aide de viscosimètre à bille de type Fungilab et cela on appliquant la formule suivante:

$$\eta = \kappa (d_1 - d_2) \cdot t \dots\dots\dots(5)$$

Avec :

**K** : Constant de Balle en (m.Pa.S.cm/g.s) ;

**d<sub>1</sub>**: La densité de balle en (g/cm<sup>3</sup>) ;

**d<sub>2</sub>** : La densité d'huile ou biodiesel en (g/cm<sup>3</sup>) ;

**t** : Le temps d'écoulement (S).

La viscosité cinématique est donnée par la formule suivante :

$$v = \eta / d \dots\dots\dots(6)$$

Avec :

$\eta$  : La viscosité dynamique ;

$d$  : La densité de biodiesel ou de l'huile.



Figure27: Détermination de la viscosité à l'aide d'un Viscosimètre à bille.

#### IV.7.2 L'indice de réfraction

L'indice de réfraction d'un milieu transparent et homogène est le rapport de la vitesse de la lumière du vide sur la vitesse de la lumière dans le milieu étudié.

##### a. Principe

Les mesures sont effectuées au réfractomètre d'ABBE, à une température de 20°C, puis de 40°C. La méthode suivie est celle décrite dans la norme AFNOR T 60-212.

##### b. Mode opératoire

Après nettoyage de l'appareil, placer 2 ou 3 gouttes d'biodiesel au milieu du prisme ;

- Regarder dans l'oculaire et le mesure se fait en tournant les boutons de réglage de
- l'indice de réfraction pour but d'amener les zones sombres et éclairées au centre du réticule ;
- Finalement, noter la valeur de l'indice et la température de mesure.



Figure28: Mesure de l'indice de réfraction à l'aide d'un réfractomètre

### IV.7.3 La densité

La densité est le rapport de la masse volumique d'un liquide à celle de l'eau. Dans notre étude nous avons mesuré densité du biodiesel et celle de l'huile à une température de 40°C et 20°C. Ce pendant, la mesure des densités a été effectué par le moyen d'un densimètre type METTLER TOLEDO 30Px (Boulal *et al* ; 2019 ; Boulal *et al* ; 2021).



Figure29 : Mesure du densimètre à l'aide de densimètre

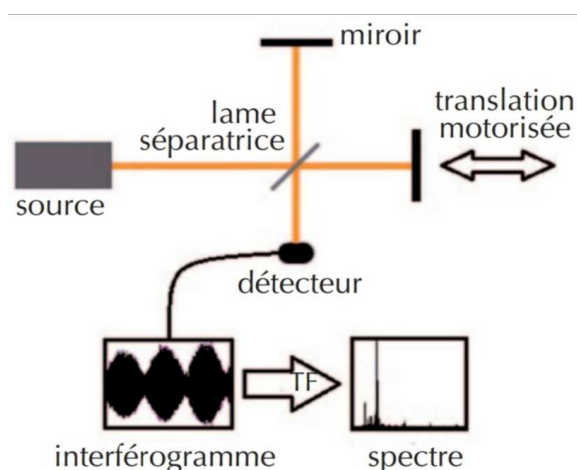
### IV.7.4 Spectroscopie infrarouge (FTIR)

La spectroscopie infrarouge est l'une des spectroscopies les plus utilisées en catalyse. Son application la plus usuelle en catalyse consiste en la détermination des espèces adsorbées et l'étude de la chimisorption de ces espèces à la surface du catalyseur. (Henache ; 2011).

#### IV.7.4.1 Principe de la technique

Albert Michelson fut le premier à établir les principes de la technique de spectrométrie par transformée de Fourier, à la fin du XIXe siècle. L'interféromètre éponyme lui permit d'observer la structure hyperfine de la radiation verte émise par une lampe à vapeur de mercure. Cet interféromètre comprend au minimum une lame semi-réfléchissante et deux miroirs, l'un fixe, l'autre mobile. Un faisceau incident est séparé en deux par la lame séparatrice ; après une réflexion en incidence normale sur les miroirs et une nouvelle traversée de la lame séparatrice, les deux faisceaux interfèrent. Le signal interférométrique modulé enregistré au cours du déplacement du miroir mobile,  $I(\delta)$ , est appelé interférogramme :  $\delta$  est la différence de marche entre les deux ondes de l'interféromètre pour une position donnée du miroir mobile. On montre que l'interférogramme et le spectre du faisceau incident ( $B(\sigma)$ , où  $\sigma$  est le nombre d'onde) sont liés au travers d'une opération de transformée de Fourier :  $B(\sigma) = \int_{-\infty}^{\infty} I(\delta) \cos(2\pi\sigma\delta) d\delta$

La spectrométrie en absorption consiste à mesurer quantitativement la transmission d'un échantillon placé sur le trajet d'un faisceau de lumière blanche ou pseudo-blanche. La STF s'est développée parallèlement à l'essor des ordinateurs, notamment pour réaliser le calcul numérique de l'opération de transformée de Fourier. Les avantages en termes de pouvoir résolvant et d'efficacité de transmission expliquent le succès de cette technique comme outil d'analyse auprès des laboratoires ou dans le monde industriel. Ces instruments, tous conçus jusqu'à présent autour d'au moins une lame séparatrice, sont dits à division d'amplitude. (Nelson de Oliveira ; Denis Joyeux ; Laurent Nahon)



**Figure 30:** Principe de la spectrométrie par transformée de Fourier.

#### IV.7.4.2 Spectre infrarouge

Le spectre d'adsorption se présente sous forme d'un graphique portant la transition T en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$  exprimée en  $\mu\text{m}$  ou du nombre d'onde  $1/\lambda$  noté  $\gamma$  et exprimé en  $\text{cm}^{-1}$ . 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 :

$$A = \log (I/I_0) = \epsilon.l.c \quad \dots\dots\dots(7)$$

$I_0$  : intensité de la radiation incidente.

I : intensité de la radiation après absorption.

$\epsilon$  : 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  $\text{mol.dm}^{-1}$  (**Henache ;2011**).

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



**Figure31:** Spectroscopie infrarouge.

#### IV.7.4.3 Préparation de l'échantillon pour analyse IR

Les spectres infrarouges ont été réalisés à l'aide d'un spectrophotomètre IR avec transformé de Fourier « Agilent Cary 660 FTIR ». On peut enregistrer le spectre d'un corps à l'état gazeux, liquide, solide ou en solution dans cette étude on peut utiliser l'état liquide et solide : Si le corps est à l'état liquide, un film est déposé entre deux pastilles de KBr ou de

NaCl. Balayant le domaine de fréquence entre 4000 et 600  $\text{cm}^{-1}$ . Si le corps est solide, il est broyé une pincée avec du bromure de potassium KBr et comprimé en pastille par une presse. Balayant le domaine de fréquence entre 4000 et 400  $\text{cm}^{-1}$ .



**Figure32:** Goutte de biodiésel

# Chapitre v :

## Résultats et discussions

## Chapitre V : Résultats et Discussion

### V.1 Caractéristiques physico-chimiques de l'huile

L'huile utilisée a été caractérisées par l'indice d'acide, l'indice de saponification, l'indice de réfraction, la densité, la viscosité ainsi que par infrarouge (IR).

#### I.1 Tableau V.1: Regroupe les caractéristiques de l'huile usagée et huile végétale

Caractéristique	Huile usagée	Huile végétales
Indice d'acide	1.40	0.55
Indice de saponification	203.281	113.483
Indice de réfraction 20°C	1.476	1.475
Densité 20°C	0.889	0.883
Densité 40°C	0.876	0.870
Viscosité (mm <sup>2</sup> /s) 40°C	69.693	42.809

Le tableau regroupe les caractéristiques de l'huile usagée et huile végétale utilisées pour la production de biodiesel, Cette huile procède un indice d'acide un peut élever par rapport à l'huile vierge, selon (Jagadale, 2012), plus la valeur de cet indice est élevée plus le rendement en biodiesel diminue (Jagadale, 2012)

L'indice de saponification est en relation avec la longueur des acides gras constituants de l'huile. La valeur de l'indice de saponification trouvée dans cette étude est de l'ordre de 203.281 (mg de KOH /g d'huile usagée) et 113.483 (mg de KOH/g d'huile végétale), L'indice de saponification est donc une mesure indirecte de la masse molaire PM selon la formule suivante : pour une huile acide (IA = indice d'acide). (Hamad; 2009)

$$PM = \frac{1000 * (1 - IA/IS) * 56 * 3}{IS - IA}$$

$$IS - IA$$

Pour une huile neutre. (HAMAD.2009)

$$PM = \frac{1000 * 56 * 3}{IS}$$

$$IS$$



La viscosité des huiles végétales est nettement plus élevée que celle du gasoil à température ambiante, elle est généralement 10 fois plus visqueuse que le carburant diesel conventionnel à 40 °C. De ce fait, il est impératif de réduire la viscosité de l'huile à une valeur proche de celle du gasoil qui est de l'ordre de 6 mm<sup>2</sup>/s à 40 °C (**Hamad, 2009**).

**V.2 Caractéristiques physico-chimiques du biodiesel obtenu**

Le biodiesel produit a été caractérisé par sa viscosité, densité, indice de réfraction ainsi que par Infrarouge (IR).

**Tableau V.2** : les caractéristiques physico-chimiques du biodiesel obtenu

<b>Paramètres</b>	<b>BHU</b>	<b>BHV</b>	<b>BHV B</b>	<b>BHV DB</b>	<b>BHV TG</b>	<b>BHV TA</b>	<b>BHV H</b>	<b>BHU TG</b>
Viscosité 40°C	5.056	3.862	9.674	63.689	9.311	5.041	9.929	5.993
Densité 40°C	0.876	0.870	0.901	0.889	0.892	0.902	0.896	0.885
Densité 20°C	0.889	0.883	0.910	0.901	0.903	0.909	0.906	0.901
Indice de réfraction 20°C	1.456	1.455	1.456	1.481	1.466	1.471	1.469	1.466

Le rendement est une façon de connaître le succès du processus de conversion d'huile en biodiesel.

Dans cette étude, nous avons obtenu les résultats présentés dans le tableau suivant

Tableau V 3 : Étude comparative de plusieurs types de catalyseur

Poids (g)	BHU	BHV	BHV B	BHV DB	BHU TG	BHV TA	BHV H	BHU TG
<b>Huile</b>	100	100	40	48	30	21.33	39	14
<b>Catalyseur</b>	1	1	2.8	3.36	2.1	1.4933	2.73	1.0018
<b>Alcool (CH<sub>2</sub>OH)</b>	20	25	8	9.6	6	4.26	7.832	2.8
<b>Biodiésel</b>	96.3	96.07	36.54	43.66	27.02	19.62	32.345	12.88
<b>Rendement (°/°)</b>	96.3	96.07	91.35	90.96	90.06	91.983	82.936	92

D'après le tableau3, on constate que le catalyseur dérivé des noyaux de datte de variété Tegaza présente le meilleur rendement en biodiesel avec une concentration de 7°/° et cela par rapport aux autres types de catalyseurs, à cette concentration la valeur de la viscosité du biodiesel obtenu est un peu supérieur aux normes internationales, pour cela nous avons augmenté la concentration jusqu'à 9% et c'est ainsi nous avons obtenu du biodiesel qui répons aux mêmes normes internationales.

Caractérisation du biodiesel par IR

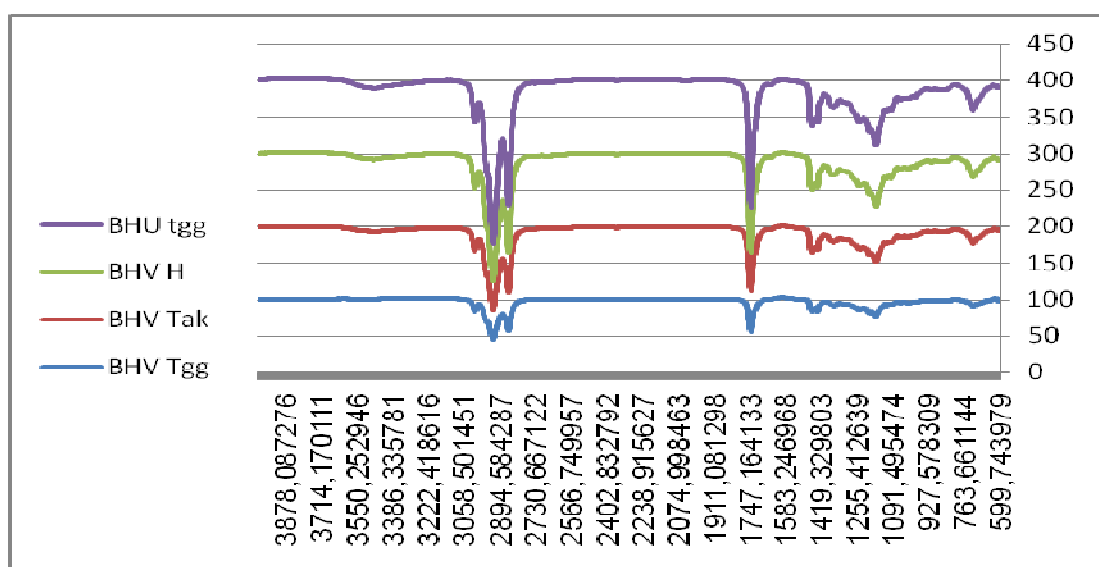


Figure33: Spectre IR des différents biodiesel produits en utilisant différents types de catalyseur

D'après la figure 34, les spectres IR des différents biodiesel présentent les bandes de vibration du groupement C=O à 1747,16 cm<sup>-1</sup> et du groupement CH<sub>2</sub> à 2894,58 cm<sup>-1</sup>, le groupement CH<sub>3</sub>-O- caractérisant les esters apparaît à 1419,32 cm<sup>-1</sup>.

### Caractérisation des différents catalyseurs par IR

La figure 35 représente le spectre infrarouge des différents types de catalyseurs. Le pic caractéristique du K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> est celui situé à 1385 cm<sup>-1</sup>, on voit bien que ce pic existe dans les différents spectres des différents catalyseurs. La bande qui se situe entre 3000 cm<sup>-1</sup> et 3523 cm<sup>-1</sup> indique la présence d'eau dans nos substrats. Il est à noter que c'est le caractère basique du K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> qui lui donne le pouvoir catalytique par rapport à la réaction de transestérification.

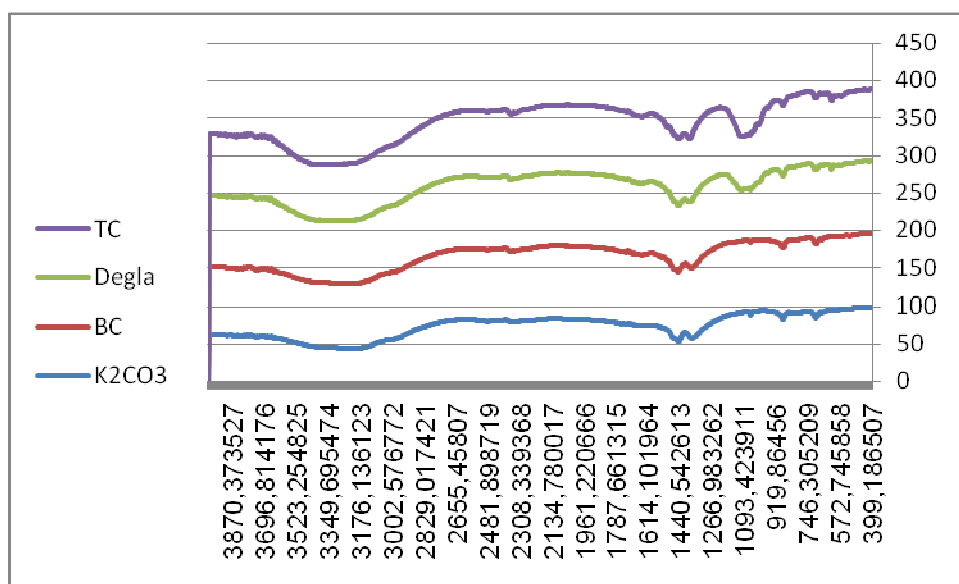


Figure 34: Spectre IR des différents types de catalyseurs

# Conclusion générale et Perspectives

### **Conclusion générale**

Les priorités mondiales ont toujours été l'eau, la nourriture et l'énergie. Actuellement la communauté internationale s'inquiète du réchauffement climatique, des pollutions de toutes sortes. Pour préserver l'environnement, il y a ceux qui ont recherché plusieurs types d'énergies propres et renouvelables tel que solaire, éolienne et bio, cette dernière est obtenues à partir de la biomasse, notamment des biocarburants, qui ont attiré l'attention de nombreux chercheurs et industriels.

Le biodiesel, utilisé dans de nombreux pays, a des propriétés similaires à celles du pétrodiesel et contient moins de polluants. Cependant, ce biocarburant est moins compétitif d'un point de vue économique.

Pour pallier ce problème, la recherche s'oriente vers de nouvelles méthodes de production, notamment la catalyse hétérogène.

Dans cette étude, nous avons mené l'expérience sur cinq types de substrats d'origine végétale, et nous avons obtenu l'un des noyaux qui nous a impressionnés par son résultat. Le noyau de dattes de la variété Teggaza, qui a donné le meilleur rendement en biodiesel par rapport aux substrats utilisés. La concentration optimale du catalyseur variété Teggaza est de 9% et le rendement 96%, le biodiesel obtenu à cette concentration est conforme aux normes internationales ASTM.

Nous avons constaté que le biodiesel obtenu à partir de l'huile vierge est meilleure que celui obtenu à partir de l'huile usagée.

Au final, on peut dire que l'application de cette étude ouvre de larges perspectives pour le sud en général, et pour les producteurs de dattes en particulier, et participe ainsi au développement économique de la région.

### **Perspectives**

Finalement et comme recommandation de cet étude on propose :  
Il existe d'autres solutions et moyens de produire des biodiesel en utilisant d'autres biocatalyseurs dans le sud ;

## *Conclusion générale et Perspectives*

- Mettre en valeur les autres nouvelles biocatalyseur de production de biodiesel ;
- Recherche d'autres technique du production de biodiesel et d'autres matières premières locales non exploitées plus efficient ;
- Compler ce travail par des autres analyses concernant le produit fini pour déterminer sa qualité.

# Références bibliographiques

**Références Bibliographiques**

1. **Abada S. (2017).** Bulletin des énergies renouvelables N°43-2017.
2. **Alaoui SB. (2002).** Les utilisations alternatives des huiles végétales. Premier Symposium National sur le Développement de la Filière des Oléagineux au Maroc. At: Kénitra, Morocco. Pp. 237-245.
3. **Alloune R. (2012).** Le biodiesel une source d'énergie propre et prometteuse. Bulletin des Energies Renouvelables. N° 22. Pp. 18-19.
4. **Akbi A. (2014).** Les implications du développement des biocarburants. Thèse de Doctorat. Université Nice Sophia Antipolis. École Doctorale 513 Droit Et Sciences Politiques, Économiques et de Gestion. Date de soutenance : 02 décembre 2013. Pp 230.
5. **Amrani M. (2007).** Simulation du procédé de fabrication du biodiesel à partir des graisses jaunes. Revue des Energies Renouvelables ICRES-07 Tlemcen (2007) 295 299 295.
6. **Adriana MB.(2015).** Transestérification des acrylates par catalyse basique hétérogène
7. **Bendiaf H. ( 2018 ).** Développement d'un système de production du Biodiesel à partir d'Huile utilisée
8. **Boulal A, (2017).** Contribution a l'étude de la microflore des dattes conservées par des méthodes traditionnelles (btana), et valorisation des dattes de faible valeur marchande. Thèse de Doctorat. Université d'Oran 1 Ahmed ben bella. Pp 128.
9. **Boulal A.; Khelafi M.; Gaffour H.; Bakache Y. (2016).** Synthèse de biodiesel en utilisant des huiles végétales usagées. Revue des énergies renouvelables. Vol 19(3). Pp. 409-413.
10. **Boulal, A., Atabani, A.E., Mohammed, M.N., Khelaf, M., Gediz Uguz, Sutha Shobana, Awais Bokhari, Gopalakrishnan Kumar. (2019).** Integrated valorization of *Moringa oleifera* and waste *Phoenix dactylifera* L. dates as potential feedstocks for biofuels production from Algerian Sahara: An experimental perspective Biocatalysis and Agricultural Biotechnology 20.



## *Références Bibliographiques*

11. **Boulal A., Kalloum S., Bekouche H., Boulahya K. (2020).** Microbiological treatment of domestic wastewater with *Moringa olifera* seeds from the city of Adrar – Algeria. *Analele Universității din Oradea, Fascicula Biologie*. Tom. XXVII, Issue: 2, pp. 209-214. <https://www.bioresearch.ro/2020-2/209-214-AUOFB.27.2.2020-BOULAL.A-Microbiological.treatment.pdf>
12. **Boulal A., Khelafi M., Djaber A. (2021).** Quality Study of biodiesel produced from *Ricinus communis* L. (Kharouaa) in southwest Algeria. *Algerian Journal of Environmental Science and Technology*. En ligne: <http://www.aljest.org/index.php/aljest/article/view/561>
13. **Boyer A. (2010).** Design de nouveaux synthons dérivés de l'acide oléique : application à la synthèse de polyuréthanes. Thèse de Doctorat. L'Université de Bordeaux 1 École Doctorale des Sciences Chimiques. Soutenue le 10 Décembre 2010. Pp. 201.
14. **Casimir T. (2010).** Etude cinétique de l'oxydation de constituants de biocarburants et composés modèles-formation de polluants. Université d'Orléans. Ecole doctorale Sciences et technologies (Orléans). Date de soutenance 27/10/2010.
15. **CAPO. (2014)** guide des déchets agricoles non organiques des à pyrénées-orientales - Chambre d'Agriculture des Pyrénées-Orientales
16. **Corum M. (2012).** Étude des paramètres influençant la réactivité de bases inorganiques faibles. Application à la catalyse hétérogène de transestérification. Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie. Mémoire de maîtrise María del Pilar Rodríguez
17. **Correia LM., Saboya RM., Campelo NS., Cecilia JA., Rodriguez-Castellon E., Cavalcante Jr CL. (2014).** Characterization of calcium oxide catalysts from natural sources and their application in the transesterification of sunflower oil. *Bioresour Technol*, 15. Pp. 13– 207.
18. **MacGrogan A., Giambrone M., Williamson G., Curto, J. (2015).** A Comparative Analysis of Biodiesel and Diesel Emissions. : Worcester Polytechnic Institute. Pp. 128.
19. **Eybert S. (2012).** Les différents procédés d'extraction des principes actifs des plantes.
20. **ERA. (2015).** Energie Renouvelables des Ardennes
21. **FAO. (1999).** Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. Codex alimentaires normes alimentaires internationales, 210-1999

## *Références Bibliographiques*

22. **FNR. (2014).** Ventes d'huiles végétales hydratées non comprises propriétés physico-chimiques de biodiesels produits a partir de diverses matières premières
23. **Jahouach W. (2009).** Etude des propriétés physico-chimiques des huiles d'olive et de grignon d'olive décolorées par des argiles Tunisienne activées aux ondes ultrasonores. Thèse de doctorat. Université de Sfax. Soutenue publiquement le 14 Février 2009. Pp 190.
24. **Jagadale S. (2012)** Various Reaction Parameters and Other Factors Affecting on Production of Chicken Fat Based Biodiesel a review. International Journal of Modern Engineering Research (IJMER), vol 2. Pp 407-411.
25. **Jeacker-voriol A. (2015).** Les biocarburants d'aujourd'hui et de demain en jeux et perspectives. Paris: IFP school- fondation tuk. Conférence CNAM "Biocarburants" 10/03/2015.
26. **Hamad B. (2012).** Thèse présentée devant l'université Claude Bernard – Lyon 1 pour l'obtention du Diplôme de doctorat (arrêté du 7 août 2006) présentée et soutenue publiquement le 9 décembre 2009
27. **Hamad B. (2009).** Transestérification des huiles végétales par l'éthanol en conditions douces par catalyses hétérogènes acide et basique
28. **Hamad B. (1995).** Transestérification des huiles végétales par l'éthanol en conditions douces par catalyses hétérogènes acide et basique. Thèse de doctorat. Université Claude Bernard-Lyon. Présentée et soutenue publiquement le 9 décembre 2009. Pp 216.
29. **Henache Z. (2011)** .Reformage sec du méthane sur des catalyseurs a base de nickel supportes par TiO<sub>2</sub>, CeO<sub>2</sub> et par l'oxyde mixte CeO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>. Mémoire de Magister. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Tizi-Ouzou.
30. **Hamia C. (2007).** Contribution a la composition et a l'étude de l'huile de fruits de l'arganier "argania spinosa". Ouargla: Université Kasdi Merbah.
31. **Hadri K, Khelafi M. (2019).** Etude de la transesterification d'huile végétale par utilisation de catalyseur synthétisé à partir de noyau de Datte variété Elgarss" Conférence international sur les matériaux, le patrimoine et l'environnement en zones arides, université Ahmed Draia - Adrar- 2019.

## *Références Bibliographiques*

32. **Gilles P. (2013)**. Des microalgues pour la production de biocarburants? CEA Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives. CNRS Centre National de la Recherche Scientifique Aix Marseille Université. Pp 1-38
33. **Khtair N., Bousbaa H., Liazid M., Lapuerta M. (2017)**. Caractérisation de la production de biodiesel à partir de déchets gras de sardine
34. **Kawashima A.(2009)**, Matsubara K, Honda K .Acceleration of catalytic activity of calcium oxide for biodiesel production. Bioresour Technol, 100, pp: 696–700.
35. **Katz D. (2012)**.The synthesis of biodiesel from vegetable oil. Récupéré sur chymist: [www.chymist.com](http://www.chymist.com)
36. **Khelafi M. Kalloum S., Boulal A., Mansir N., Bakach Y., Taufiq Y.H. (2018)**. Transtérification of sunflower oil using heterogeneous catalyst derived from the seed of south Algeria. International journal of chemtech research, vol .1 N.01,pp 249-259
37. **Mesbahi D. (2012)**. La transestérification hétérogène de l'huile de tournesol sous alumine : Production du biodiesel EEHV. L'université Abou Bekr Belkaid de Telemcen
38. **Marcusson J., Jouve A. (1929)**. Manuel de Laboratoire pour l'industrie des huiles et graisses. Dans C. Beranger, Manuels de Laboratoires pour les Industries Chimiques et similaires. Paris: Paris et liege librairie polytechnique Ch, Beranger.
39. **Morin O. (2012)**. Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. Dossier fonctionnalisés des huiles, 63-75
40. **Marcus Y. (2009)**. Programme international sur la sécurité des substances chimiques ,2009.
41. **Machado M. (2013)**. Nouvelles approches pour l'évaluation environnementale des biocarburants avancés. paris: ENAM.
42. **Mactar D. (2009)**. Production de Biodiesel à partir de l'huile de jatropha. Mémoire d'ingénieur. Université cheikh anta diop de Dakar, Dakar.
43. **Martin M. (2004)**. Martin Meyer. (2004). Huile végétale le carburant renouvelable pour un marché de niche. Haute École Suisse D'agronomie, 3052 Zollikofen, FORUM 3.04, pp: 06-11.

## *Références Bibliographiques*

44. **Matin J. (2012)** . Comme exigence partielle de la maitrise en chimie
45. **MC. (2012)**. Ministère du Commerce Guide pratique Mesure des huiles de friture, Le ministère du Commerce, Alger
46. **Monnatte-Laussus S. (2017)**. Modes d'extractions d'une huile végétale
47. **Moser B. (2009)**. Biodiesel production, properties, and feedstock's. The society for in vitro biology, 229-266.
48. **Mostapha C. (2013)** optimisation de la production de biodiesel à partir d'huiles de micro algues et d'huiles usées
49. **Pallu E., Pineau PO. (2012)**. Les biocarburants : matières premières, transformation et produits. Groupe de Recherche Interdisciplinaire sur le Développement Durable - HEC Montréal, Canada.
50. **Rup S. (2009)**. Oxydation catalytique de l'acide oleique sous ultrasons par le tetraoxyde de ruthenium : valorisation de l'acide pelargonique pour la precipitation selective de cations metalliques. Lorraine: univesrité paul verlaine – metz
51. **Richard R. (2011)**. Transesterification éthanolique d'huile végétale dans des microréacteurs : transposition du batch au continu
52. **Rinaldi R., Garcia C., Ledo L., Adriana M., Rossi V., Schuchardt U. (2007)**. Síntese de biodiesel: uma proposta contextualizada d'experimento para laboratório de química geral  
Synthesis of biodiesel: a contextualized experiment proposal for the general chemistry laboratory. Educação • Quím. Nova 30 (5).
53. **Rodriguez M. (2014)** production de biodiesel a partir d'une huile modèle de microalgues par voie catalyse enzymatique hétérogène
54. **S.A.R.L. (2019)** S.A.R.L .ACTUenivrement
55. **Soumanou M.(2005)**. Valorisation des huiles végétales d'origine béninoise par alcoolysse enzymatique. Fondamental OCL vol . 12 N° 4 juillet - aout.
56. **Shuxiao W.(2017)** Haoran.Y ;Yazhuo.w ;Rui.S transtirification of vegetable oil on low cost and efficient meat and bone meal brioche catalys

## *Références Bibliographiques*

57. **Touati L. (2013)**. valorisation des grignons d'olive étude de cas : essai de valorisation en biocarburant. Mémoire de Magister. Université M'Hamed Bougara, Boumerdes.
58. **Tchakblo A. (2009)** production de biodiesel par transesterification alcoolique : etude sur reacteur pilote. 2009
59. **Vailingom G. (2015)**. Extraction, conditionnement et utilisation des huiles végétales pures carburant. research gate, 27-29.
60. **Vedrine J.C. (1981)**. Méthodes expérimentales de caractérisation des catalyseurs industriels. Revue de Physique Appliquée, Vol 16 (7). Pp: 373-386
61. **Wilson W. (2014)**. Sheng Hoa, Hoon Kiat Nga, Suyin Ganb, Sang Huey Tana. (2014). 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 88, pp: 1167–1178.
62. **Zovi O. (2009)**. Fonctionnalisation et photopolymérisation de l'huile de lin en vue de l'élaboration de nouveaux matériaux sans émission de composés organiques volatils (COV). Rouen: Ecole doctorale normande de chimie

### **Site internet**

1. source : les biocarburants
2. <https://www.la-seyne.fr>
3. [haupa-sarl.com](http://haupa-sarl.com)
4. [Info.@.Be](mailto:Info@.Be)
5. [WWW.biogaz-energie-renouvelable.INFO/BIOGAZ\\_schema.HTML](http://WWW.biogaz-energie-renouvelable.INFO/BIOGAZ_schema.HTML)
6. <https://urerms.cder.dz>