

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

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

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Thème

Optimisation de la production de bioéthanol par utilise les plans d'expériences

Préparé par :

Mlle. BENBRAHIM Rekia

Mlle. OMMANI Hanane

Membres de jury d'évaluation

M. HARROUZ Abd el kader	Président	Pr	Univ. Adrar
M. KHELIFI Omar	Encadreur	MCA	Univ. Adrar
M. DAHOU Mohammed el amine	Examineur	MCA	Univ. Adrar

Année Universitaire : 2021-2022

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
People's Democratic Republic of Algeria

Ministry of Higher Education and
Scientific Research
University Ahmed Draia of Adrar
The central library



وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
جامعة أحمد دراية- أدرار
المكتبة المركزية
مصلحة البحث البيولوجرافي

شهادة الترخيص بالإيداع

انا الأستاذ(ة): **خليفة عمر**

المشرف مذكرة الماستر الموسومة بـ : **OPTIMISATION DE LA PRODUCTION DU BIORTHANOL PAR UTILISATION DES PLANS D'EXPERIENCES**

MLLE. BENBRAHIM Rekia

من إنجاز الطالب(ة): **بن براهيم رقية**

و الطالب(ة): **عماني حنان** MLLE. OMMANI Hannane

كلية: العلوم والتكنولوجيا

القسم: المحروقات والطاقات المتجددة

التخصص: هندسة كيميائية

تاريخ تقييم / مناقشة: 08 جوان 2022

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

- امضاء المشرف:

ادرار في : 21 جوان 2022
مساعد رئيس القسم:
و. خليفة عمر
رئيس قسم المحروقات والطاقات المتجددة
بكلية العلوم والتكنولوجيا
أدرار * كلية العلوم والتكنولوجيا

Remerciements

Avant tout, nos remerciements infinis sont adressés à « Dieu le Tout Puissant » pour nous avoir donné la santé et le courage de mener à bien ce travail.

Nous remercions chaleureusement notre encadreur **Mr. KHELIFI Omar**, maître des conférences classe « A » à l'université Ahmed Draïa Adrar, pour avoir accepté de nous encadrer ainsi que pour sa constante disponibilité, son aide précieuse, ses conseils, Pour son soutien et sa grande générosité, toute le long de notre mémoire, qu'il soit assuré de notre profonde gratitude.

Nous sommes très reconnaissants et exprimons notre gratitude à **Mr. HARROUZ Abd el kader**, Professeur à l'université Adrar, pour son honneur en acceptant de présider le jury de notre mémoire, et **Mr. DAHOU Mohammed el amine**, maître des conférences classe « A » à l'université Adrar, pour avoir accepté d'examiner ce mémoire.

Nos remerciements vont également à Monsieur **BOUKHETACHE Ishak**, ingénieur de laboratoire de génie des procédés et à tous les gens qui travaillent dans le laboratoire pédagogique de chimie à l'université Ahmed Draïa Adrar.

Nous sommes très reconnaissants et exprimons notre gratitude à **Mr. RAHMOUNI MOSTAFA** maître assistant classe « A » à l'Université d'Adrar, pour sa contribution à la réalisation de ce travail et pour son aide et son soutien moral.

Nous tenons également à remercier l'Unité de recherche sur les énergies renouvelables en milieu désertique, en particulier **Mr. HADRI Kamel**, **Mr. DJABER Abdel Karim** et **Mr. TIGANI Cherif**, pour leur encadrement, leurs conseils, leur orientation et tout ce qu'ils ont fait pour nous.

Sans oublier, à exprimer nos vifs remerciements à tous les Masters de Génie Chimique « promotion 2022 ».

MERCI...

DÉDICACE

Je dédie cette graduation à celle qui m'a appris à donner, et à celle dont je porte le nom avec fierté. Au plus grand homme de l'univers.

Mon cher père

A mon ange dans la vie. Au sens de l'amour, de la tendresse et du dévouement. Pour qui sa prière était-elle le secret de ma réussite, ma très chère bien-aimée

Mon chère mère

A ceux qui sont plus âgés et je dépends d'eux, et à ceux avec qui j'ai connu le sens de la vie.

Mes frères khaled et Oussama

À l'âme sœur depuis l'éternité.

Ma sœur Inas

Aux camarades de la première étape et de l'avant-dernière étape, à ceux qui, dans les années de vaches maigres, étaient des nuages de pluie, je suis reconnaissant.

Mes amis Salwa, Rania, Saada et Soumaya

A ma famille et à tous les amis universitaires promotion master génie chimique 2022

A tous ceux qui ont cru en mes succès...

HANANE

DÉDICACE

C'est le fruit de ce travail à mon premier professeur dans cette vie, à celui qui m'a élevé et qui a été une lumière pour moi dans l'obscurité de la route, et lui-même est celui dont les paroles ne peuvent remplir son droit et sa valeur tome.

A mon cher père.

A cette chère et au premier nom que nous avons prononcé, dont le cœur était rempli d'amour pour nous, et de ses larmes ses prières éclairaient notre chemin, à tous les dons de Dieu, vous récompenserons-nous jamais de votre droit ?

A ma chère mère.

Aux proches de cœur, compagnons de vie, et le beau souvenir toujours, à mes chers frères.

Ahmed, Zohra, Ibrahim, Youssef et Mohamed Mounir

À tous ceux qui m'ont accompagné dans mon voyage d'étude depuis la première étape jusqu'à ce moment, mes professeurs, collègues et amis, ce fut un beau voyage avec vous, et si j'avais un souhait, mon souhait serait de répéter cette fois avec tout son détails.

A toute ma famille, à tous les élèves de la Master 2022, et à ceux qui m'ont encouragé à continuer,

Je remercie Dieu de t'avoir dans ma vie...

REKJA

ملخص:

في هذا العمل، قمنا بدراسة امكانية استعمال التطبيق التجريبي (المستوى العامليⁿ 2) وهذا من أجل تحسين انتاج الايثانول الحيوي باستخدام كتل حيوية مختلفة. قمنا بتحديد بعض الخصائص الفيزيو-كيميائية للكتل الحيوية المستعملة (ثمار الواشنطنيا، التمر، ومزيج متساوي بين النوعين). كما تم دراسة تأثير العوامل الآتية: تركيز الكتلة: 200غ/ل – 20غ/ل؛ كمية الخميرة: 0.5غ – 2غ؛ زمن التخمر: يومان – 4 أيام؛ درجة الحرارة: 25° – 40° و هذا من أجل تحديد القيم المثلى التي تسمح بالحصول على أحسن إيثانول من حيث الخصائص (الكثافة، قرينة الانكسار، كمية و درجة الكحول). تم تحديد المجموعات الوظيفية الموجودة في مختلف الكتل الحيوية و كذا الإيثانول المتحصل عليه و هذا هذا باستعمال أشعة تحت الحمراء (IRTF)، أظهرت النتائج بأن استعمال التطبيق التجريبي لم يساعد في الدراسة و هذا ما تم تفسيره بفرضية عدم ملائمة النموذج المستعمل (المستوى العامليⁿ 2) وكذا مجال العوامل المدروسة، وبالتالي تم اللجوء إلى استعمال الطريقة الكلاسيكية من أجل تجديد الشروط المثالية.

أظهرت النتائج التجريبية بأن الإيثانول الأحسن تم انتاجه باستعمال التمر في الشروط التالية: تركيز الكتلة (200 غ/ل)، كمية الخميرة (2 غ/100 مل؛ زمن التخمر (يومان)، درجة الحرارة (40 °C) بحيث أن الإيثانول الأحسن له الخصائص التالية: الكثافة (0,8279)، قرينة الإنكسار (1,3656) و درجة الكحول (~93°).

نتائج الدراسة بيّنت بأن مختلف الكتل الحيوية المستعملة يمكن استغلالها كمصدر لإنتاج الإيثانول.

الكلمات المفتاحية: الإيثانول الحيوي، التطبيق التجريبي، الخميرة، التمر، ثمار الواشنطنيا.

Résumé

Dans ce travail, nous étudions la possibilité d'utiliser l'application expérimentale (facteur niveau 2ⁿ) afin d'améliorer la production de bioéthanol à partir de différentes biomasses. Nous avons déterminé certaines caractéristiques physico-chimiques de la biomasse utilisée (fruits de Washington, dattes et mélange égal des deux types). L'effet des facteurs suivants a également été étudié : Concentration massique : 200 g/l - 20 g/l ; Quantité de levure : 0,5 g - 2 g ; Temps de fermentation : 2 jours - 4 jours ; Température : 25° - 40°, ceci afin de déterminer les valeurs optimales permettant d'obtenir le meilleur éthanol en termes de propriétés (densité, indice de réfraction, quantité et degré d'alcool). Les groupes fonctionnels présents dans diverses biomasses, ainsi que l'éthanol obtenu, ont été déterminés à l'aide de rayons infrarouges (IRTF). Les résultats ont montré que l'utilisation de l'application expérimentale n'a pas aidé dans l'étude, et cela a été expliqué par l'hypothèse d'inadéquation du modèle utilisé (niveau factoriel 2ⁿ), ainsi que le domaine des facteurs étudiés, et donc l'utilisation de la méthode classique a été recourue afin de déterminer les conditions idéales.

Les résultats expérimentaux ont montré que le meilleur éthanol était produit en utilisant des dattes dans les conditions suivantes : concentration massique (200 g/l), quantité de levure (2 g/100 ml) ; temps de fermentation (2 jours), température (40°C), pour que le meilleur éthanol ait les caractéristiques suivantes : densité (0,8279), indice de réfraction (1,3656) et degré d'alcool (~93°).

Les résultats de l'étude ont montré que les différentes biomasses utilisées peuvent être exploitées comme source de production d'éthanol.

Mots clés : bioéthanol, application expérimentale, levure, dattes, fruits de Washingtonia.

Abstract

In this work, we study the possibility of using the experimental application (level factor 2ⁿ) to improve the production of bioethanol from different biomasses. We have determined some physic-chemical characteristics of the biomass used (Washington fruits, dattes and equal mixture of both types). The effect of the following factors was also studied: Mass concentration: 200 g/l - 20 g/l; Amount of yeast: 0.5g - 2g; Fermentation time: 2 days - 4 days; Temperature: 25° - 40°, in order to determine the optimum values for obtaining the best ethanol in terms of properties (density, refractive index, quantity and degree of alcohol). The functional groups present in various biomasses, as well as the ethanol obtained, were determined using infrared rays (FTIR). The results showed that the use of the experimental application did not help in the study, and this was explained by the hypothesis of inadequacy of the model used (factorial level 2ⁿ), as well as the domain of the factors studied, and therefore the use of the classical method was resorted to in order to determine the ideal conditions.

The experimental results showed that the best ethanol was produced using dattes under the following conditions: mass concentration (200 g/l), quantity of yeast (2 g/100 ml); fermentation time (2 days), temperature (40°C), so that the best ethanol has the following characteristics: density (0.8279), refractive index (1.3656) and degree of alcohol (~93°).

The results of this study showed that the different biomasses used can be exploited as a source of ethanol production.

Keywords: bioethanol, experimental application, yeast, dattes, Washingtonia fruit.

TABLEAUX DES MATIERE

List des tableaux	
List des figures	
Liste des abréviations	
Introduction générale	1

Chapitre I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction.....	4
I.1 Definition du bioethanol.....	5
I.2 Generalites de l'ethanol.....	5
I.3 Proprietes physiques.....	6
I.4 Proprietes chimiques.....	6
I.5 Génération de bioéthanol.....	7
I.5.1 Bioéthanol de première génération	7
I.5.2 Bioéthanol de deuxième génération.....	7
I.5.3 Bioéthanol troisième génération	8
I.5.4 Bioéthanol quatrième génération	9
I.6 Utilisation de bioéthanol.....	9
I.7 Avantages et inconvénients du bioéthanol.....	9
I.8 Processus de production du bioéthanol.....	10
I.9 Production de bioéthanol à partir de biomasse.....	12
I.9.1 Définition de biomasse.....	12
I.9.2 Ressources de biomasse utilisée pour la production de biocarburants	12
I.9.3 Avantages et inconvénients de la biomasse	13
I.10 Bioéthanol issu de la biomasse agricole.....	14
I.10.1 Les dattes	15
I.10.1.1 Positions systématiques du dattier	15
I.10.1.2 Généralités sur le dattier	15
I.10.2 Fruits de washingtonia	17
I.10.2.1 Généralités	17
I.10.2.1 Plantes du même genre ou espèce.....	17

I.14	Fermentation alcoolique.....	18
I.15	Distillation de bioéthanol.....	19
I.15.1	Principe	19
I.16	Rectification.....	20
I.17	Principaux avantages des plans d'expérience.....,,.....	20
I.18	Vocabulaire de plan d'expérience.....	21
I.18.1	Les facteurs	21
I.18.2	Réponse.....	21
I.18.3	Surface de réponse	21
I.19	Les différents types de facteurs	22
I.20	Plans factoriels complets à 2 niveaux	23
I.21	Conception d'un plan d'expériences.....	23
I.21.1	Objectifs.....	23
I.21.2	Généralités.....	23
I.22	Élaborer un plan d'expérimentation	24
I.23	Conclusion	25

Chpitre II

MATERIELS ET METHODES

II.1	Objectif.....	27
II.2	Matériels utilisés.....	27
II.2.1	Appareillages et verreries.....	27
II-2.2	Produits chimiques.....	28
II.3	Matériel végétal.....	28
II.4	Matériel biologique.....	29
II.5	Méthodes analytiques.....	29
II.5.1	Analyses physico-chimiques de la matière première	29
II.5.1.1	Détermination de la teneur en eau.....	29
II.5.1.2	Détermination de la teneur en cendres.....	31
II.5.1.3	Potentiel d'hydrogène pH.....	33
II.5.1.4	Détermination de acidité.....	34
II.5.2	Dosage de sucres réducteurs (Dubois et al.1956).....	35
II.5.3	Dosage de sucres totaux.....	37
II.5.4	Teneur en saccharose.....	38

II.5.5 Analyse du substrat par IRTF.....	38
II.6 Etapes de production de bioéthanol.....	38
II.6.1 Préparation de moût.....	38
II.6.2 Ajustement de pH.....	40
II.6.3 Réactivation de la levure.....	41
II.7 Procédé de fermentation alcoolique.....	42
II.8 Récupération du bioéthanol par distillation.....	44
II.9 Rectification.....	45
II.10 Optimisation des paramètres de production du bioéthanol par le plan d'expérience factoriels.....	45
1. Choix de la concentration en substrat.....	45
2. Choix du temps de fermentation.....	46
3. Choix de la température de fermentation.....	46
4. Choix de la quantité de levure.....	46
II.11 Application de plans factoriels.....	46
II.12 Analyses du produit fini.....	48
II.12.1 Dosage de degré d'alcool (Boulal, 2017b).....	48
II.12.2 La densité.....	48
II.12.3 L'indice de réfraction.....	49
II.12.4 Analyse spectroscopique d'absorption IRTF.....	50
II.12.5 L'inflammabilité.....	50

Chapitre III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1 Résultats de l'analyse de la matière première.....	52
III.1.1 Résultats de l'analyse physicochimique de la matière première.....	52
A. Ph.....	52
B. Acidité.....	53
C. L'humidité.....	53
D. Cendres.....	54
III.1.2 Les sucres réducteurs.....	54
III.1.3 Les sucres totaux.....	55
III.1.4 Analyse du substrat par IRTF.....	56

III.2	Analyse de pH de moût avant la fermentation (ajustement de PH).....	57
III.3	Caractérisation du bioéthanol produit.....	58
III.3.1	La densité.....	58
III.3.2	L'indice de réfraction.....	59
III.3.3	Degré d'alcool.....	60
III.4	Résultats de l'optimisation.....	61
III.4.1	Influence des les concentrations des substrats.....	61
III.4.2	Influence du temps de fermentation.....	62
III.4.3	Influence de la température.....	63
III.4.4	Influence de la quantité de levure.....	64
III.5	Paramètres optimaux.....	65
III.6	Résultat des analyses physicochimique du bioéthanol produit.....	67
III.7	Résultats de bioéthanol par IRTF.....	67
III.8	Test d'inflammabilité.....	68
	Conclusion générale	71
	Références bibliographiques.....	74
	Annexes.....	82

LISTE DES FIGURES

Chapitre I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Figure I.1 : Structure de la molécule d'éthanol	5
Figure I.2 : Production de bioéthanol de première génération.....	7
Figure I.3 : Production de bioéthanol de deuxième génération.....	8
Figure I.4 : Production de bioéthanol de troisième génération.....	8
Figure I.5 : Production de bioéthanol de quatrième génération.....	9
Figure I.6 : Processus de production du bioéthanol.....	11
Figure I.7 : Ressources de biomasse utilisée pour la production de biocarburants.....	13
Figure I.8 : Morphologie et distribution racinaire du Palmier dattier.....	16
Figure I.9 : Morphologie et anatomie de la datte.	16
Figure I.10 .W. filifera et leurs fruits.	17
Figure I.11 : Schéma du montage de la distillation.....	19
Figure I.12 Domaine de la variation d'un facteur	21
Figure I.13 : Surface de réponse.....	22

Chapitre II

MATERIELS ET METHODES

Figure II.1 :Substrats utilisés.....	28
Figure II.2 :Levure <i>Saccharomyces Cerevisiae</i>	29
Figure II.3 : Etuve utilisée.	30
Figure II.4 : a) : Dattes broyage; b) : Pulpe des fruits de <i>washingtonia</i> ; c) : L'échantillon dans l'étuve; d) : L'échantillon dans un dessiccateur.	30
Figure II.5 : Four à moufle utilisée.....	31
Figure II.6 : a) : Les dattes broyé après la calcination; b) :Broyé après la calcination; c) :L'échantillon dans le four à moufle.	32
Figure II.7 : a) : Mesure le pH des dattes; b) : Mesure le pH des fruits de <i>washingtonia</i>	33
Figure II.8 : a) : Mélange de dattes avant le titrage, b) : Mélange de dattes après le titrage c) : Mélange de fruits de <i>washingtonia</i> avant le titrage.	34
Figure II.9 : Spectrophotomètre UV-VIS.....	35

Figure II.10 : Courbe d'étalonnage de glucose.....	36
Figure II.11: Echantillons pour les analyses du sucre.	37
Figure II.12 : Fruits de washingtonia avant et après lavage.	38
Figure II.13: a): Imbibition des dattes; b): Imbibition des mélange; c): Imbibition des fruits de washingtonia.	39
Figure II.14: a): Dénoyautages des fruits de washingtonia; b): Dénoyautages des dattes.	39
Figure II.15: Broyage des fruits.	40
Figure II.16: Dilution de moût.	40
Figure II.17: Ajustement pH du moût.....	41
Figure II.18: Réactivation de la levure <i>Saccharomyces cerevisiae</i>	41
Figure II.19 : Protocole expérimental de production de bioéthanol par les fruits de Washingtonia et les dattes	43
Figure II.20: Montage de distillation fractionnée.....	44
Figure II.21: a): Montage de rectification; b): Bioéthanol distillée obtenu.	45
Figure II.22: Pycnomètre.	48
Figure II.23: Détermination de l'indice de réfraction à l'aide du réfractomètre.....	49

Chapitre III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Figure III.1 : Hydrolyse du saccharose en milieu acide.	55
Figure III.2 : Spectre d'Infrarouge des substrats utilisés.	56
Figure III.3 : Densité de chaque expérience dans les trois substrats.	58
Figure III.4 : L'indice de réfraction de chaque expérience dans les trois substrats.	59
Figure III.5 : Degré d'alcool de chaque expérience dans les trois substrats.	60
Figure III.6 : Degré d'alcool en fonction de concentration de substrat pour trois substrats.	61
Figure III.7 : Degré d'alcool en fonction de temps de fermentation pour trois substrats.	62
Figure III.8 : Degré d'alcool en fonction de température pour trois substrats.	63
Figure III.9 : Degré d'alcool en fonction de quantité de levure pour trois substrats.....	64
Figure III.10 : Degré et volume d'alcool de l'expérience réussie dans les trois substrats.....	66
Figure III.11 : Spectre d'Infrarouge de bioéthanol produit.	68
Figure III.12 : Test d'inflammabilité de l'éthanol produit.....	68

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau I.1 : Propriétés physico-chimiques de l'éthanol.....	6
Tableau I.2: Avantages et les inconvénients du bioéthanol.....	10
Tableau I.3: Avantages et inconvénients des différentes ressources de biomasse.	14

Chpitre II

MATERIELS ET METHODES

Tableau II.1: Propriétés des produits chimiques utilisés.	28
Tableau II.2: Niveau des paramètres choisis.	47
Tableau II.3: Modèle du plan expérimental.	47

Chapitre III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau III.1 : Résultats moyens des analyses physicochimiques des dattes étudiées.	52
Tableau III.2 : Sucres réducteurs et totaux de dattes et fruits de washingtonia.	54
Tableau III.3 : PH avant et après ajustement pour chaque expérience.	57
Tableau III.4 : Paramètres optimaux pour chaque biomasse.....	65
Tableau III.5 : Caractérisation physicochimique du produit fini.....	67
Tableau III.6: Résultats d'allumage du bioéthanol pour chaque substrat.....	69

LISTE DES ABRÉVIATIONS

%	Pourcentage.
g	Gramme.
jrs	Jours.
h	Heure.
d	Densité.
N	Normalité.
°C	Degré Celsius.
m	Mètre.
D.O	Densité Optique.
CO₂	Dioxyde de carbone.
O₂	Oxygène.
ml	Millilitre.
C	Concentration.
n	Nombre stœchiométrique
pH	Potentiel d'Hydrogène.
UV-VIS	Ultraviolet-Visible.
DOE	Design of experiments
ETBE	Ethyl Tertio Butyl Ether.
IRTF	Infrarouge à Transformé de Fourier.
F.W	Fruits de washingtonia.
S.Cerevisiae	Saccharomyces cerevisiae.
W. filifera	Washingtonia filifera.
W.robusta	Washingtonia robusta.

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

L'énergie produite et consommée est un élément crucial dans le développement d'une nation. Où le recours aux énergies fossiles est très largement prépondérant dans tous les secteurs d'activité, et en particulier dans les transports, Ce qui conduira à l'épuisement des réserves mondiales de brut. Aujourd'hui, la prise de conscience du réchauffement climatique, l'incertitude quant aux réserves de pétrole dans le monde et la fluctuation de son prix sur le marché international, ont conduit au développement des énergies renouvelables. Le bioéthanol fait partie de ces alternatives renouvelables et respectueuses de l'environnement qui peuvent être utilisées dans les moteurs de voiture et autres, en raison de sa capacité de combustion rapide lorsqu'il est mélangé à de l'essence (Hansen, et al, 2005) [1].

La production du bioéthanol dans le monde a fortement augmenté depuis la crise du pétrole en 1970. Son marché a augmenté de moins d'un milliard de litre en 1975 à plus de 39 milliard de litres en 2006 (Licht and Agra, 2007) [2]. La recherche scientifique attire une attention spéciale pour production du bioéthanol à partir d'autres ressources qui ne sont pas utilisées à des fins de consommation humaine ou animale. La valorisation de la biomasse par les procédés biotechnologiques représente une solution de choix dans la mesure où elle contribue à l'élimination de la pollution que subit l'environnement. Et à la lumière de tout cela, une attention particulière doit être accordée à une meilleure gestion des déchets organiques et en particulier les sous-produits provenant des résidus d'agriculture.

L'éthanol peut être produit par la fermentation de plusieurs substrats, tels que la ligno-cellulose, la betterave sucrière, la canne à sucre... etc. (Timilsina and Shrestha, 2011) [3]. Ces substrats sont généralement de faible valeur marchande et proviennent dans la plupart des cas du recyclage, ils représentent donc une matière première en quantité suffisante et abordable, et permet de produire des substances à forte valeur ajoutée en contribuant au développement industriel et agricole du pays.

Parmi ces différents substrats, le palmier dattier est une espèce thermophile de régions tropicales chaudes et humides, il est cultivé dans les régions à forte luminosité et donne des fruits appelés dattes (Munier, 1973) [4]. En plus d'un autre type, le fruit de washingtonia, et elle est un genre de la famille des Arécacées (Palmiers). Il a été nommé

ainsi du président américain George Washington (1732–1799). Où ces substrats seront étudiés et leur énergie évaluée, donc grâce à l'utilisation de plans expérimentaux, nous avons inclus les différents facteurs qui ont été étudiés et modifiés (dose, temps, levure, température), avec l'objectif de démontrer le succès du programme dans la détermination du mélange optimal et l'enregistrement du meilleur résultat dans le processus de production de bioéthanol.

Le travail est présenté selon le plan suivant qui comprend le premier chapitre relatif à l'étude bibliographique et la généralisation des biocarburants et de la biomasse.

Ce chapitre est divisé en quatre parties :

- La première partie présente les différents types de bioénergie, les modes de production et une comparaison entre les quatre générations.
- La deuxième partie représente les concepts généraux du bioéthanol et de sa production, puis nous passons à lister les étapes du processus de fermentation alcoolique qui transforme les sucres simples en bioéthanol, en plus de l'étape de distillation qui fait également partie de ce processus.
- La troisième partie est consacrée aux descriptions morphologiques et physicochimiques des substrats étudiés (dattes, fruits de Washingtonia).
- La quatrième partie traite de l'étude des plans expérimentaux, mettant en évidence les principaux avantages et le vocabulaire liés à cette étude, mettant en évidence le programme utilisé (Design-Expert7.0) et mettant en évidence ses éléments distinctifs les plus importants.

Le deuxième chapitre présente les méthodes expérimentales et les matériaux utilisés dans ce travail, avec une explication des techniques analytiques, des matériaux et des outils expérimentaux, et les méthodes utilisées dans ce travail.

Le troisième et dernier chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus, mettant en évidence les courbes et tableaux des résultats finaux accompagnés d'explications et de discussions.

Dans la conclusion générale, les principaux résultats de l'étude sur laquelle cette thèse est basée sont mis en évidence.

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction

Avec le développement continu de l'industrie et des transports, la demande d'énergie augmente de jour en jour, car le pétrole est l'une des sources d'énergie les plus consommées, sinon tous les types de combustibles fossiles également (charbon, gaz naturel et pétrole), mais ces ressources ne sont pas renouvelables et leur utilisation continue entraîne l'épuisement du stock de réserve. Outre les nombreux inconvénients liés à l'utilisation des énergies fossiles, ces inconvénients ont poussé le monde à trouver des alternatives renouvelables, durables et économiquement viables : le bioéthanol, ce dernier issu de la biomasse.

L'éthanol ou l'alcool éthylique que nous pouvons produire soit par des moyens biologiques, soit par des moyens chimiques ; S'il est produit par la méthode biologique, nous l'appelons bioéthanol. Le bioéthanol est un type de biocarburant. Il est également utile comme additif pour l'essence.

La biomasse est souvent décrite comme « l'ensemble des matières premières renouvelables non consommables d'origine végétale ou animale ». La biomasse est un carburant polyvalent. Au sens large, il comprend « tous les êtres vivants, animaux ou végétaux, ainsi que leurs produits, sous-produits ou déchets (excréments, etc.) ».

Dans le cadre de l'application du procédé de production de bioéthanol, la démarche d'assurance qualité appelle à la prévention et au progrès continu dans les domaines de la réglementation qualité, de la performance des produits et de la maîtrise des procédés associés aux procédés industriels.

Les plans expérimentaux permettent de mieux organiser les études industrielles et les essais accompagnant la recherche scientifique [1]. Et Cela peut nous aider à résoudre des problèmes d'optimisation complexes lors de la production et de la conception du produit. Il s'intègre donc parfaitement dans la démarche qualité.

Un plan d'expériences peut être défini comme une suite d'essais organisés à l'avance, de manière à déterminer, au moyen d'un nombre réduit d'essais et avec un maximum de précision, l'influence de multiples paramètres (facteurs) sur une (ou plusieurs) propriété (s) étudiée(s) (réponses) [2].

I.1 Définition du bioéthanol

Le Bioéthanol est un alcool très pur présent dans les boissons alcoolisées et qui est utilisé dans l'industrie comme solvant ou désinfectant. Il est obtenu par la fermentation des matières agricoles riches en sucres provenant des plantes saccharifères (betterave, canne à sucre,...etc.), amylacées ou lignocellulosiques [3]. L'éthanol devient du bioéthanol ou du biocarburant lorsqu'il est mélangé avec l'essence ou avec diesel pour la consommation des moteurs. L'éthanol est un « Agro-carburant » car il est produit à partir de matières premières agricoles.

La fermentation alcoolique est un processus biochimique qui se produit par la conversion de sucres simples. Au cours de laquelle les sucres (glucose) sont transformés en éthanol.

En ce qui concerne les cultures énergétiques, et des matières premières pour les biocarburants, pour l'Algérie, des cultures agricoles à bas prix ou des cultures de second degré non destinées à la consommation humaine peuvent être utilisées.

I.2 Généralités sur l'éthanol

Le bioéthanol, l'éthanol ou encore l'alcool éthylique sont toutes les trois des appellations qui désignent la même molécule. C'est une molécule de formule chimique C_2H_5OH comporte deux atomes de carbone liés (C), l'un portant trois atomes d'hydrogène (H), l'autre deux atomes d'hydrogène et une fonction hydroxyle (OH) [4]. Sa formule développée est :

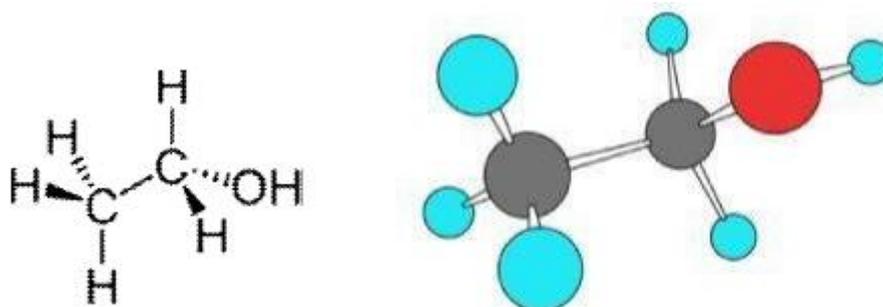


Figure I.1 : Structure de la molécule d'éthanol [5]

I.3 Propriétés physiques

Un composé polaire qui a la propriété de former des liaisons hydrogène entre ses molécules, car il contient un groupe hydroxyle qui augmente la cohésion des liaisons, et un liquide incolore et volatil. Il brûle avec une flamme bleue sans fumée, qui n'est pas toujours visible à la lumière naturelle.

Tableau I.1 : Propriétés physico-chimiques de l'éthanol (source : INRS) [6]

Paramètres	Détails
Formule chimique	C₂H₅OH
Etat physique	Liquide
Masse moléculaire	46.069 g.mol⁻¹
Point de fusion	-114 °C
Point d'ébullition	78 – 78.5 °C
Densité	0.79 Kg. Litre⁻¹
Point d'éclair	12.8 °C
Pression de vapeur	15 – 17 KPa
Solubilité dans l'eau	100 % en volume
Indice d'octane (RON)	102 – 103
Indice d'octane (MON)	89 – 96
Indice de réfraction	1.36 (25°C)

I.4 Propriétés chimiques

Dans les conditions normales, l'éthanol est un produit stable. Il possède les propriétés générales des alcools primaires (réactions d'oxydation, déshydrogénation, déshydratation et estérification).

Il peut réagir vivement avec les oxydants puissants : acide nitrique, acide perchlorique, perchlorates, peroxydes, permanganates, trioxyde de chrome.

La réaction avec les métaux alcalins conduit à la formation d'éthylate et à un dégagement d'hydrogène ; elle peut être brutale sauf si elle est réalisée en l'absence d'air pour éviter la formation des mélanges explosifs air-hydrogène.

Le magnésium et l'aluminium peuvent également former des éthylates, la plupart des autres métaux usuels étant insensibles à l'éthanol [7].

I.5 Génération de bioéthanol

L'industrie des biocarburants a connu de grands développements au cours du siècle dernier, et les sources de sa production ont également évolué, et trois générations de ce carburant peuvent être identifiées, à savoir :

I.5.1 Bioéthanol de première génération

Le bioéthanol de première génération (ou agro-carburants), Quand on parle de bioéthanol de première génération, on parle d'éthanol issu par fermentation alcoolique des sucres des plantes sucrières (canne à sucre, betterave) et féculentes (blé, maïs, sorgho).

Le principal inconvénient de la première génération de bioéthanol est que sa production se fait au détriment du panier alimentaire mondial, et l'a amenée à convertir de nombreuses terres agricoles consacrées à la production alimentaire en cultures de biocarburants au détriment des moyens de subsistance des populations pauvres du monde. Cela a provoqué une augmentation significative des prix des céréales et des huiles végétales. la figure I.2 suivant expliqué la production de bioéthanol de première génération.



Figure I.2 : Production de bioéthanol de première génération

I.5.2 Bioéthanol de deuxième génération

Le bioéthanol de deuxième génération, également appelé « biocarburant avancé », est produit par des matières premières lignocellulosiques et des résidus de forêts agricoles. Les avantages de ces matières premières sont la facilité de disponibilité [8].

La structure de base de la biomasse lignocellulosique se compose de trois polymères cellulose. Hémicelluloses et lignine [9]. Dans ce complexe. Seules les lignines sont souvent très résistantes à la conversion par les systèmes microbiens et des nombreux

agents chimiques [10]. Les étapes de la production de bioéthanol à partir de la biomasse lignocellulosique comportent quatre opérations unitaires majeures [11]: prétraitement, hydrolyse, fermentation et séparation du produit par distillation.



Figure I.3 : Production de bioéthanol de deuxième génération

I.5.3 Bioéthanol troisième génération

La troisième génération de bioéthanol est produite à partir de microalgues. Parce qu'il contient un bon pourcentage d'huiles, jusqu'à 60% de son poids. L'intérêt mondial pour les algues s'est accru car elles ne concurrencent pas les huiles végétales et les cultures agricoles destinées à la consommation humaine.

Les algues n'ajoutent pas non plus de dioxyde de carbone dans l'air. De plus, la culture des algues ne se fera pas au détriment des terres agricoles et n'affectera pas non plus les sources d'eau douce, car elle peut être cultivée à partir d'eau de mer ou d'eaux usées traitées.



Figure I.4 : Production de bioéthanol de troisième génération

I.5.4 Bioéthanol quatrième génération

Les biocarburants de quatrième génération sont issus du secteur le plus récent de la technologie des biocarburants, dans lequel les scientifiques essaient de trouver une source de bioénergie qui servirait à la fois de méthode pour capturer le dioxyde de carbone et pour le stocker. Ces biocarburants sont généralement produits à l'aide de techniques biochimiques de pointe ou de procédés d'hydrotraitement semblables à ceux utilisés pour le pétrole. [12]



Figure I.5 : Production de bioéthanol de quatrième génération

I.6 Utilisation de bioéthanol

- ✓ Le bioéthanol peut être aussi utilisé sous forme d'ETBE (Ethyl Tertio Butyl Ether) qui est formé par l'éthérisation catalytique de l'isobutane avec de l'éthanol. Il contient 45% en masse d'éthanol combiné sous forme chimique. L'ETBE possède les mêmes avantages que l'éthanol en termes d'accroissement d'indice d'octane [13].
- ✓ Le bioéthanol peut être utilisé, sous certaines conditions, comme carburant dans les moteurs à essence, soit de 5 à 20% dans les moteurs à essence sans modification et/ou de 85 à 100% dans des moteurs à essence spécifiquement adaptés [14].
- ✓ Il est utilisé comme antiseptique topique.
- ✓ Il est utilisé comme solvant dans l'industrie pharmaceutique pour préparer des extraits alcooliques et des teintures alcooliques.

I.7 Avantages et inconvénients du bioéthanol

L'éthanol réduit les émissions de particules, en particulier les particules fines qui constituent une menace pour la santé. Il est également utilisé à la place du benzène (produit

toxique et cancérigène, extrait du benzène). L'éthanol est non toxique, soluble dans l'eau et rapidement biodégradable. Les différents avantages et inconvénients des biocarburants se résument dans le tableau ci-dessous.

Tableau I.2: Avantages et les inconvénients du bioéthanol [15]

Avantages	Inconvénients
Moins d'émissions de dioxyde de carbone CO ₂ fossile que les carburants	Emissions très élevées d'hydrocarbures par évaporation environ 15% pour E10
Haut indice d'octane	Son indice de cétane étant moins élevé que celui du diesel
Moins d'émissions de particule	La pression de vapeur étant basse et la chaleur latente d'évaporation de l'éthanol élevée
Risque moins élevé de formation d'ozone que l'essence et le diesel	Sa combustion entraîne une formation accrue d'acétaldéhyde
Pas de teneur en soufre	Sa capacité lubrifiante peu élevée peut provoquer une corrosion du moteur
Biodégradable	La combustion de l'éthanol pur produit une flamme invisible qui peut provoquer des problèmes de sécurité
Moins toxique que le méthanol ou le Bioéthanol	Lorsque l'éthanol non brûlé réagit sur la surface du catalyseur, il peut s'échapper une odeur de vinaigre
Rendement à indice d'octane élevé pour un coût relativement réduit	Emissions non réglementées plus élevées (éthylène et acétaldéhyde)

I.8 Processus de production du bioéthanol

Le procédé de production d'éthanol d'une source végétale en tant que matière première, passe par trois étapes essentielles: conversion de la biomasse en sucres, la production d'éthanol par fermentation du glucose en milieu anaérobique et récupération de l'éthanol par distillation.

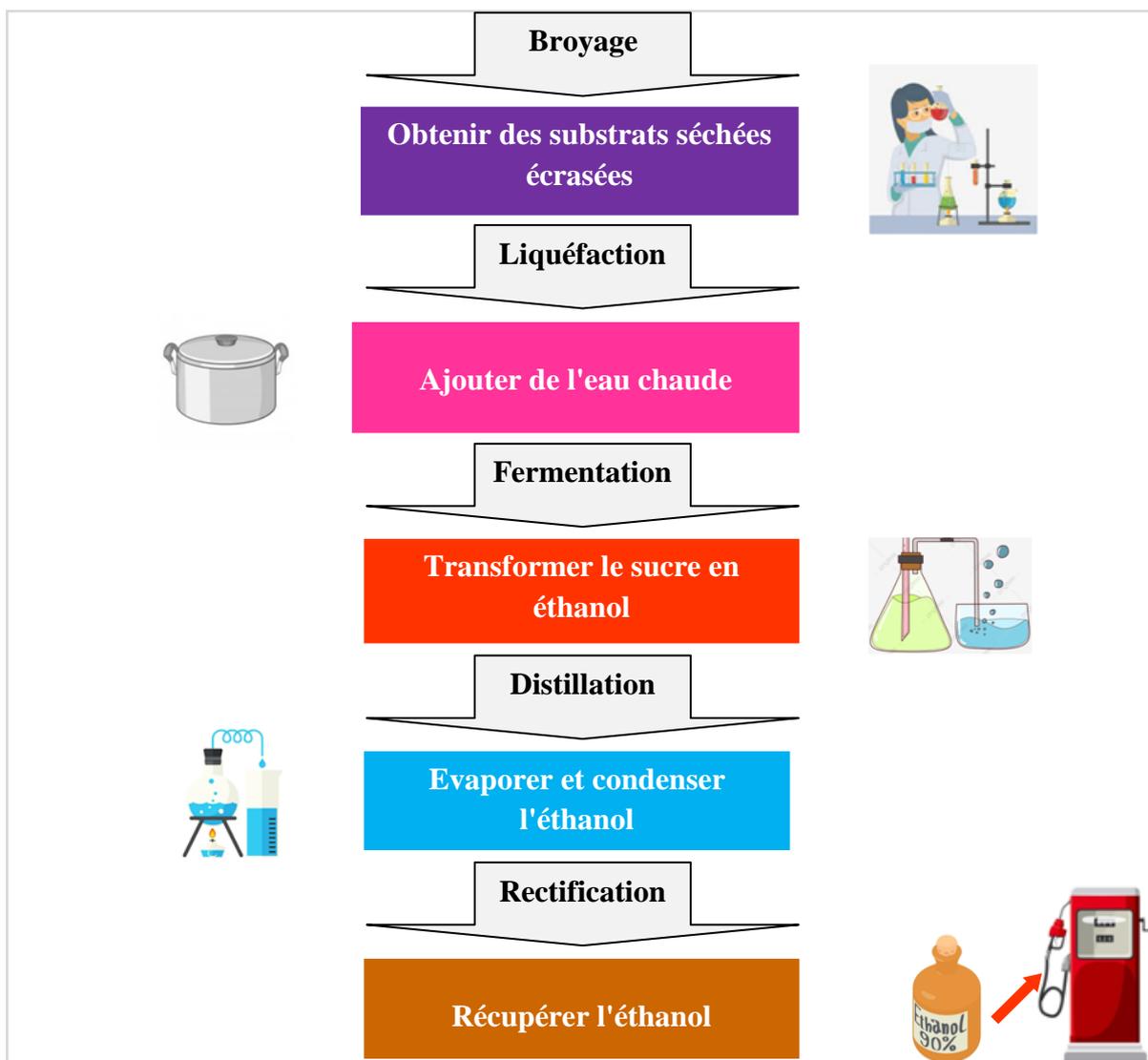


Figure I.6 : Processus de production du bioéthanol

Tous les sucres simples ou fermentescibles (comme le glucose, le saccharose...etc.) sont transformés en éthanol par fermentation. Ces sucres végétaux se retrouvent dans de nombreux produits agricoles tels que la betterave à sucre, la canne à sucre, les dattes, le blé, le maïs, la pomme de terre, mais aussi l'herbe et même le bois, et les matières lignocellulosiques, qui sont la ressource renouvelable la plus abondante sur Terre. Avant l'étape de fermentation, le substrat est d'abord préparé (broyage, vapocraquage, hydrolyse chimique ou enzymatique) afin de libérer du jus fermentable par des microorganismes [16].

La fermentation alcoolique est une réaction exploitée depuis des siècles. Elle se fait grâce à l'espèce de levures *Saccharomyces cerevisiae*. D'autres levures ou bactéries peuvent également être utilisées.

I.9 Production de bioéthanol à partir de biomasse

Constituant différents types d'écosystèmes sur la planète et contribuant à leur équilibre naturel, la biomasse est l'une des énergies renouvelables les plus utilisées au monde, avec l'énergie éolienne, l'hydroélectrique et l'énergie solaire.

I.9.1 Définition de biomasse

Définir la biomasse au niveau énergétique n'est pas complètement différent de la définir au niveau écologique.

Dans le secteur de l'écologie, la biomasse est la quantité totale de matière de toutes les espèces vivantes regroupées dans un ensemble naturel.

La biomasse comprend toutes les matières organiques vivantes qui peuvent être converties en chaleur, en biocarburants ou même en électricité. Il peut être sous forme liquide, solide ou gazeuse [17]. Ces substances organiques peuvent être d'origine végétale (plante, bois), animale ou fongique (champignon). Ils peuvent devenir des sources d'énergie par combustion (ex : poêles), ou après de nouvelles transformations chimiques (ex : biocarburants).

I.9.2 Ressources de biomasse utilisée pour la production de biocarburants

Le terme biocarburant indique que ce carburant est obtenu à partir de matière organique (biomasse), plutôt qu'un carburant dérivé de ressources fossiles.

La diversité, l'abondance, l'ubiquité et la facilité de stockage et de transport des ressources renouvelables de biomasse en font une source intéressante de production d'énergie, dont la quasi-totalité peut être convertie en bioéthanol. La majeure partie de la biomasse est constituée de matières végétales (déchets agricoles) qui sont utilisées comme biocarburants, en plus des résidus animaux, des déchets industriels, des eaux usées et des déchets solides urbains.

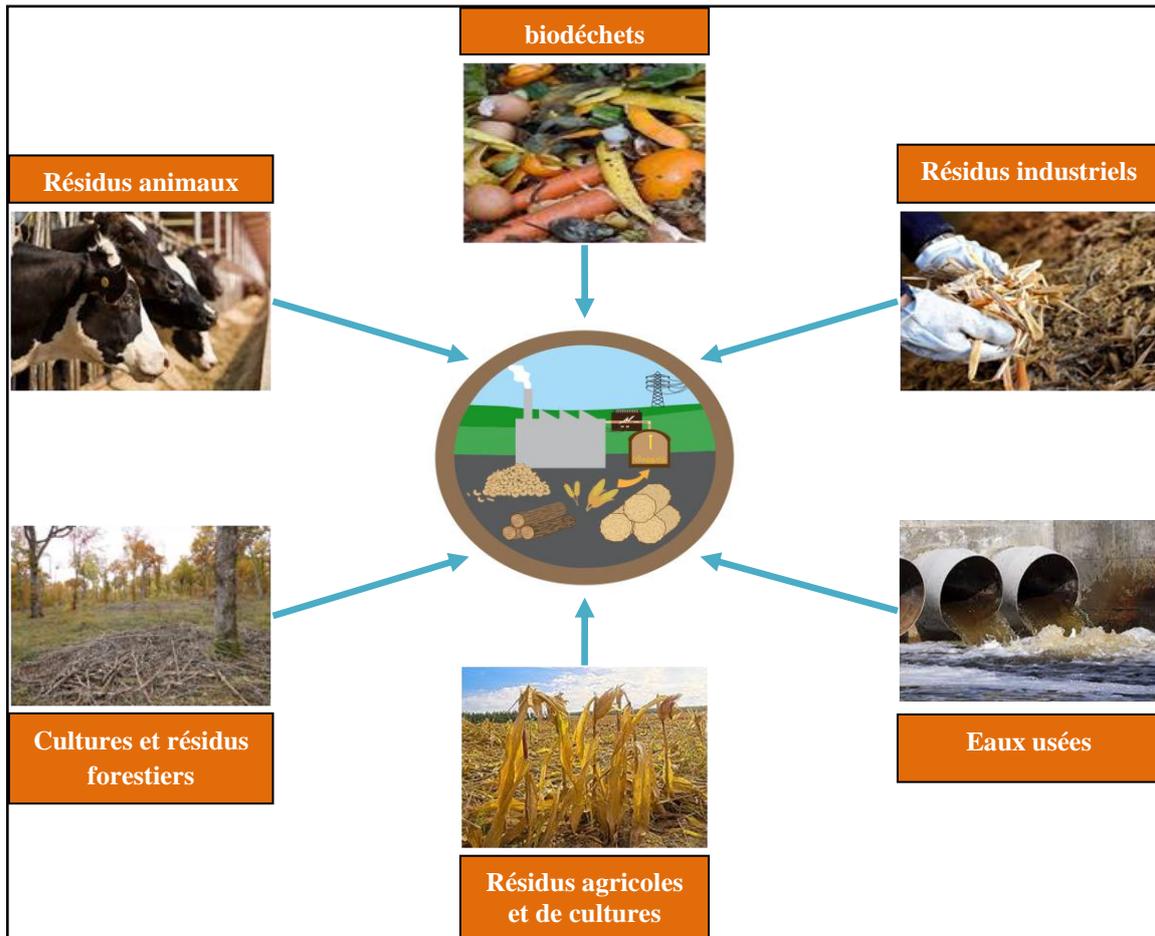


Figure I.7: Ressources de biomasse utilisée pour la production de biocarburants.

I.9.3 Avantages et inconvénients de la biomasse

La biomasse, de par sa grande diversité animale et végétale est renouvelable et durable. Elle est donc une ressource d'énergie renouvelable, propre et respectueuse de l'environnement. Elle est transformée selon différentes voies en vue de produire de la bioénergie et des produits d'intérêt. Par conséquent cela elle plusieurs avantages mais possède également des inconvénients ces derniers sont résumés sur le Table au-dessous.

Tableau I.3: Avantages et inconvénients des différentes ressources de biomasse [18].

Avantages	Inconvénients
La préservation des ressources de matière premières comme le pétrole brut	L'extension de l'utilisation de la biomasse à des terres naturelles inutilisées peut détruire les écosystèmes. La déforestation a un effet négatif substantiel sur l'empreinte carbone.
La possibilité de la production d'énergie neutre en carbone	L'apparition de monocultures (culture du maïs). La concurrence pour l'utilisation des terres restera ou jours un facteur important pour la biomasse et la bioénergie.
La production de bioénergie peut améliorer la situation économique des zones rurales et freiner l'exode vers les villes	Des terres de grande valeur écologique pourraient être menacées par la promotion de la culture de plantes agricoles.
La bioénergie provenant de la sylviculture et de l'agriculture joue un rôle clé dans la lutte contre le changement climatique et elle accroît la sécurité de l'approvisionnement en énergie.	La combustion de la biomasse solide (comme le bois) cause des émissions de polluants (monoxyde de carbone, particules,..) plus importantes que la combustion de pétrole ou de gaz, à moins que des mesures supplémentaires ne soient prises.

I.10 Bioéthanol issu de la biomasse agricole

Ce type de bioéthanol est obtenu à partir d'une source végétale par fermentation alcoolique des sucres présents dans la plante. Les deux principales plantes qui sont exploitées dans cette étude pour obtenir des sucres fermentescibles (glucose) sont les dattes (déchet de dattes) et fruits de washingtonia, tous deux disponibles en abondance dans la ville d'Adrar et impropres à la consommation humaine. Le rendement en éthanol varie d'une plante à l'autre.

I.10.1 Les dattes

I.10.1.1 Positions systématiques du dattier

Ci-dessous, une carte d'identification du palmier dattier et sa place dans le règne végétal [19]:

- **Groupe:** Spadiciflores;
- **Ordre:** Palmale;
- **Famille:** Palmacées;
- **Sous famille:** Coryphoidées;
- **Tribu:** Phoenicées;
- **Genre:** Phoenix;
- **Espèce:** Dactylifera L.

I.10.1.2 Généralités sur le dattier

Le palmier dattier a été nommé Phoenix dactylifera par LINNE en 1734. Phoenix est dérivé de Phoinix, le nom du palmier dattier chez les Grecs, et Dactylifera vient du mot latin dactylus, qui signifie doigt, en raison de la forme du fruit [20].

Le palmier dattier ou Phoenix dactylifera est une plante dioïque atteignant 15-25 m de haut avec une tige cylindrique, portant une couronne de feuilles de palmier finement divisées et de 4-7 m de long. Il a un pied mâle (Dakar) et un pied femelle (palmier) [21].

Le palmier est l'arbre des régions arides et semi-arides où l'humidité oscille entre 40 et 50 %. Il a de larges possibilités d'adaptation. Son activité végétative commence à 10 °C. Le palmier est une espèce relativement tolérante au sel qui n'a aucun effet sur la croissance à une salinité d'environ 60 m mol/L. [22] (Figure I.8)

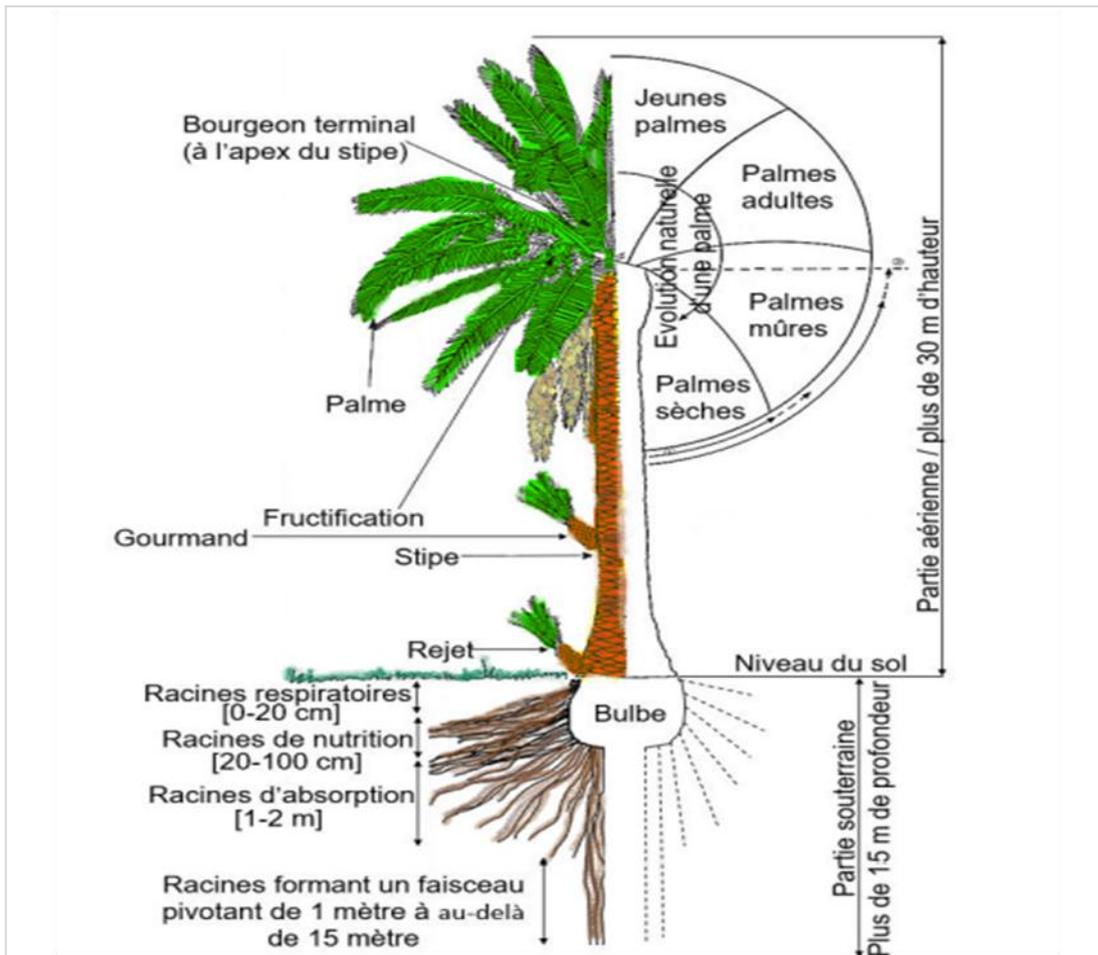


Figure I.8: Morphologie et distribution racinaire du Palmier dattier

I.11.3 Description générale de dattes

Le fruit du palmier, la datté, est une baie à une seule graine, appelée noyau. La datté est constituée d'une fine coque de cellulose, la coque ou peau, et d'un mésocarpe, toute la coque étant mésocarpe et endocarpe étant confondus sous le nom de viande ou pulpe.

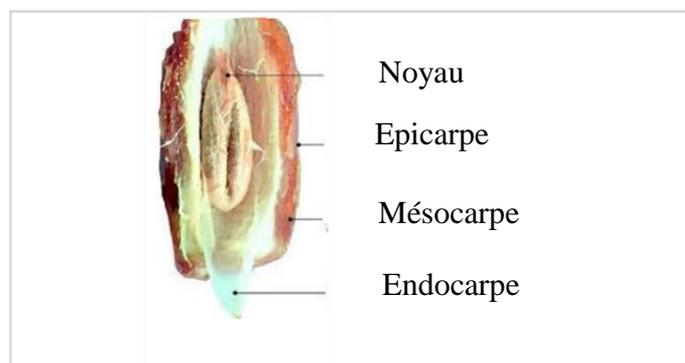


Figure I.9: Morphologie et anatomie de la datté. [23]

I.10.2 Fruits de washingtonia

I.10.2.1 Généralités

Originaire des arbres de Washington, situés en Arizona et en Californie, le nom doit son origine en l'honneur du premier président américain, George Washington (1732 – 1799). Et dans le passé, les feuilles de *Washingtonia Robusta* étaient utilisées dans le tissage et les toits de chaume.

Comme description générale de la structure de ces arbres, les feuilles de ce palmier mesurent jusqu'à 4 mètres de large et ses fleurs produisent de petits fruits ronds, noirs et brillants, dont les graines sont brun foncé, lisses et brillantes. Ce genre ne comprend que deux espèces : *W. vilifera* et *W. robusta*. Ces espèces sont mono-logements. [24]



Figure I.10. *W. filifera* et leurs fruits.

I.10.2.1 Plantes du même genre ou espèce

- *Eucalyptus robusta*;
- *Grevellarobusta*;
- *Metrosidrasrobusta*;
- *Robusta* de Washington.

I.12.3 Description

- **Stipe** : le stipe peut atteindre plus de vingt mètres de hauteur.
- **Feuilles** : les feuilles sont palmées, avec un pétiole prolongé par une palme arrondie composée de nombreuses folioles
- **Inflorescence** : les fleurs sont hermaphrodites. Elles sont imbriquées dans une inflorescence très dense.
- **Fruits** : les fruits sont des drupes. Parvenus à maturité, ils prennent une couleur marron-noir. Ils mesurent de 6 à 10 mm de diamètre. Ils sont composés d'une graine unique recouverte d'une fine couche de chair.

I.14 Fermentation alcoolique

Le terme de fermentation est apparu au 16^{ème} siècle il vient du latin « Ferver =bouillir» (dégagement des bulles de CO₂ dans un mout de vinification) [25].

La fermentation alcoolique est un processus biochimique au cours duquel le sucre est transformé en alcool sous l'influence de la levure et en l'absence d'oxygène. Il est utilisé notamment pour la production de boissons alcoolisées (vin, bière, etc.), pour faire lever la pâte en boulangerie (par dégagement de gaz carbonique) ou encore pour la fabrication industrielle d'éthanol (par exemple pour les biocarburants).

En milieu anaérobie, la levure convertit le glucose en éthanol et en dioxyde de carbone selon l'équation :



Dans cette équation, la levure n'intervient pas directement mais joue un rôle de catalyseur. La fermentation alcoolique est un processus exothermique qui produit de la chaleur. L'excès d'éthanol est toxique pour la levure et la fermentation alcoolique ne peut pas être utilisée pour fabriquer des alcools de qualité supérieure (supérieure à 14% à 16%). Il est donc produit par distillation. [26].

En beaucoup de procédés de fermentation, les réactions impliquées oxyde un sucre simple dans des conditions anaérobies impliquent deux phases: oxydation de glucose et métabolisme de pyruvate. [27].

I.15 Distillation de bioéthanol

La distillation est l'une des étapes de la production de l'alcool. Il se produit après la fermentation du moût, processus consistant en la transformation du sucre en alcool sous l'influence de la levure. Ensuite, il se compose de diverses substances dont l'eau et divers alcools. Le processus de distillation consiste à séparer l'alcool de l'eau en chauffant le mélange avec un appareil de distillation.

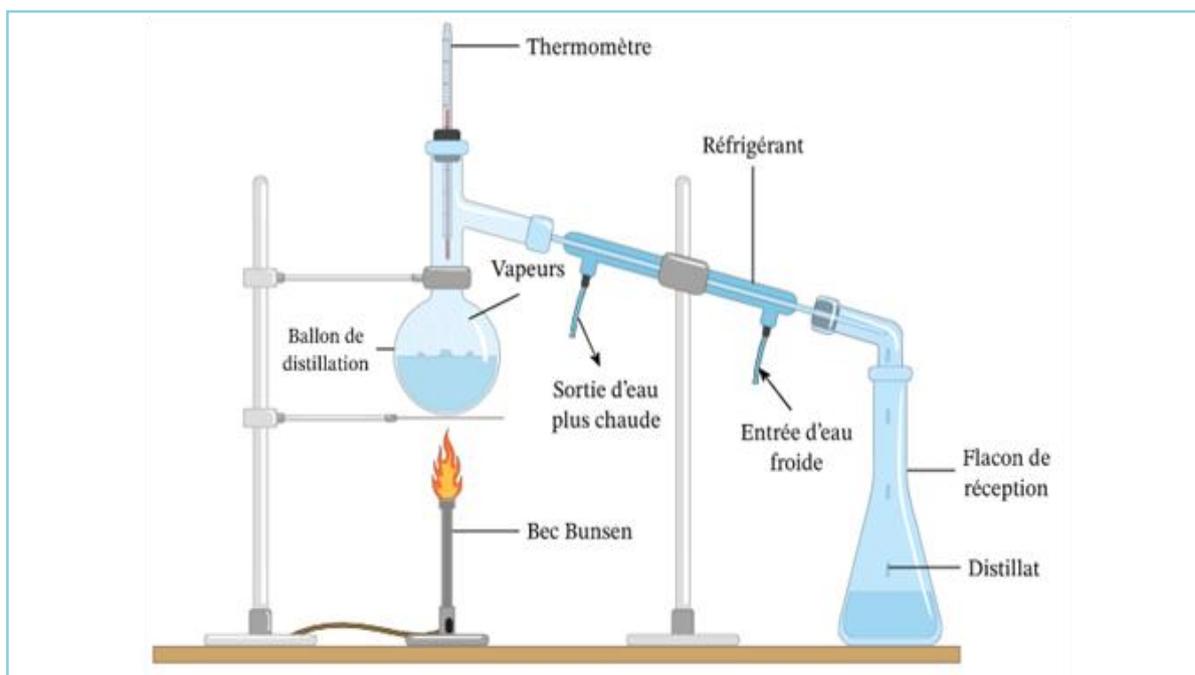


Figure I.11: Schéma du montage de la distillation

I.15.1 Principe

Le principe de la distillation est de récupérer des vapeurs plus riches en constituants les plus volatils du mélange (produit le plus volatil qui a le point d'ébullition le plus bas et qui distille en premier), sans porter le mélange à ébullition et à recueillir, après une succession de vaporisations et de condensations. Le mélange n'est pas un binaire eau-éthanol, mais un mélange complexe où viennent s'ajouter des produits secondaires issus eux aussi de la fermentation comme des aldéhydes, des esters.

Une fraction dite légère appelée le distillat, et dans le ballon, il reste la fraction dite lourde appelée le résidu.

La différence entre les compositions du distillat (vapeur émise) et du liquide en ébullition est le principe exploité pendant la distillation. Le principe des différentes techniques de distillation fait appel aux lois qui régissent l'équilibre liquide - vapeur des corps purs et des mélanges [28].

I.16 Rectification

Pour obtenir de l'éthanol pur, dit absolu, deux étapes sont nécessaires après la distillation qui est la rectification et la déshydratation. La première étape a pour but de purifier l'alcool en éliminant les impuretés. Ce procédé consiste en une succession de distillations à des températures allant de 78°C à 85°C [29].

L'alcool ainsi produit peut alors directement servir de carburant. Mais si celui-ci doit être mélangé à l'essence, il est nécessaire d'ajouter une étape de déshydratation pour obtenir l'alcool anhydre [30].

I.17 Principaux avantages des plans d'expérience

Les principaux avantages de cette méthode sont :

- Diminution du nombre d'essais
- La méthode des plans d'expériences
- Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs
- Détection des interactions entre facteurs
- Modélisation des réponses étudiées
- Une précision optimum des résultats

La méthode des plans d'expériences permet une interprétation rapide et sans équivoque en fournissant un modèle expérimental précis du système étudié.

Il existe différents types de plans d'expérience, qui peuvent être cependant regroupés en grandes familles: les plans factoriels complets ou fractionnaires à deux niveaux , les plans factoriels à plus de deux niveaux , les plans en bloc complet ou incomplet, les plans de surface de réponse, les plans de mélange et les plans optimaux[30] .

Cette diversification permet de résoudre certains problèmes particuliers et permet également à l'expérimentateur de choisir le modèle le plus adapté à son étude. Ainsi, selon les besoins du chercheur, deux grandes catégories de plans peuvent être distinguées :

- Les plans pour d'étude de l'effet des paramètres.
- Des plans pour modifier les paramètres pour réaliser l'optimisation.

I.18 Vocabulaire de plan d'expérience

I.18.1 Les facteurs

Les facteurs sont les variables que l'on désire étudier et qui sont supposées avoir une influence sur le système. Ils peuvent être quantitatifs ou qualitatifs, continues ou discrets, contrôlables ou non contrôlables. Généralement, on prend en compte les facteurs caractérisés par une seule variable naturelle qualitative ou quantitative que l'on contrôle. Les facteurs sont limités par deux bornes, inférieure (bas) et supérieure (haut). On désigne le niveau bas par le signe (-1) et le niveau haut par le signe (+1) [31].

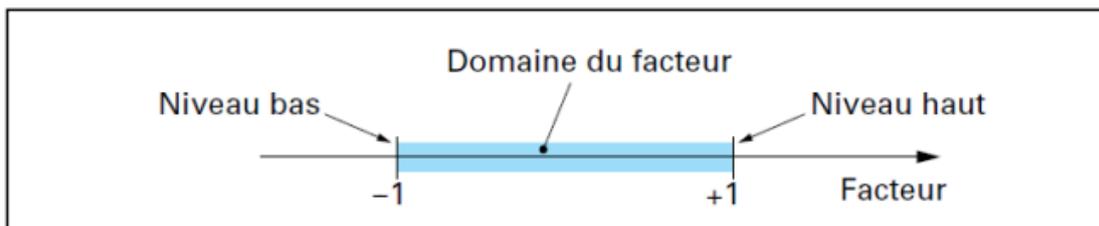


Figure I.12 Domaine de la variation d'un facteur [32].

I.18.2 Réponse

Réponses Une réponse expérimentale est une manifestation mesurable que l'on observe lorsque l'on fait varier les paramètres étudiés. Un phénomène peut être éventuellement décrit par plusieurs réponses expérimentales [33].

I.18.3 Surface de réponse

En l'absence de toute information sur la fonction qui lie la réponse aux facteurs, on se donne une loi d'évolution, c'est le modèle mathématique à priori où le modèle postulé. A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les

points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui définissent une surface appelée la surface de réponse (Figure I.13) [32].

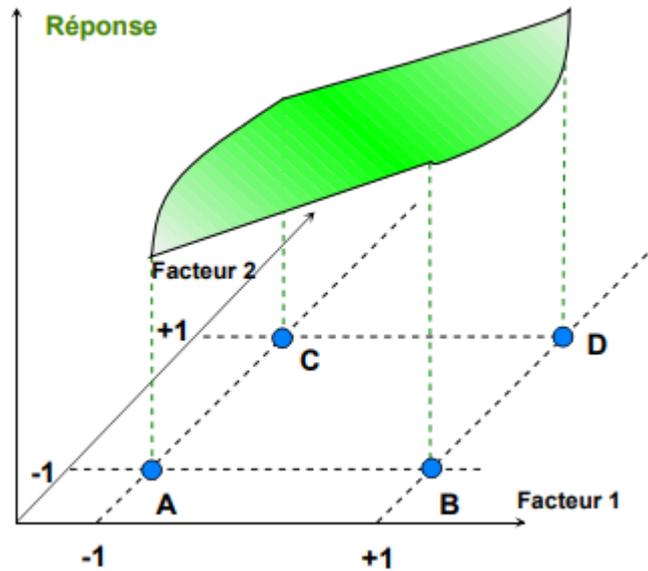


Figure I.13: Surface de réponse [34].

I.19 Les différents types de facteurs :

La construction des plans et l'interprétation des résultats dépendent en grande partie des types de facteurs rencontrés dans l'étude. On distingue plusieurs types de facteurs. Nous retiendrons les types de facteurs suivants : les facteurs continus, les facteurs discrets, les facteurs ordonnables, les facteurs booléens.

- **Facteurs continus:**

La température est un exemple de facteur continu. Dans un intervalle de température donné, on peut choisir toutes les valeurs possibles. Il en est de même d'une longueur, d'une concentration ou d'une pression. Les valeurs prises par les facteurs continus sont donc représentées par des nombres continus.

- **Facteurs discrets:**

Au contraire, les facteurs discrets ne peuvent prendre que des valeurs particulières. Ces valeurs ne sont pas forcément numériques : on peut représenter un facteur discret par un nom, une lettre, une propriété ou même par un nombre qui n'a alors en soi aucune valeur

numérique mais qu'une signification de repère. Par exemple, on peut s'intéresser aux couleurs d'un produit : bleu, rouge et jaune sont des facteurs discrets.

- **Facteurs ordonnables :**

Il s'agit des facteurs distincts qui peuvent être placés dans un ordre et une séquence logiques, par exemple : le premier, le deuxième, le troisième ou long, moyen, court.

- **Facteurs booléens:**

Ce sont des facteurs distincts qui ne peuvent prendre que deux valeurs : vrai ou faux, profit ou perte, haut ou bas, etc.

I.20 Plans factoriels complets à 2 niveaux :

La dénomination 2^k a la signification suivante : le chiffre **2** représente les deux niveaux haut et bas des facteurs, et **k** indique le nombre de facteur.

Les plans factoriels complets en tant que plans d'expériences sont issus des travaux de R.A.Fischer. Chaque facteur a 2 niveaux. On aura donc essais au total. Un plan factoriel permet d'estimer, non seulement les effets des facteurs (A, B, C...), mais également toutes leurs interactions deux à deux, trois à trois,..., jusqu'à A.B.C.D.E..., qui fait intervenir les **k** facteurs de l'étude [35].

I.21 Conception d'un plan d'expériences

I.21.1 Objectifs

- Explorez les expériences de conception dans Design-Expert7.0.0.
- Crée une conception complète.
- Affiche un plan et entre les données dans une feuille de calcul.
- Analyse le plan et interpréter les résultats.
- Génère des cartes factorielles et prédit la réponse à l'aide d'un modèle stocké.

I.21.2 Généralités

Les plans d'expériences (DOE) vous permettent d'analyser simultanément les effets de variables d'entrée (facteurs) sur une variable de sortie (réponse). Ces plans d'expériences consistent en une série d'essais (ou tests) au cours desquels les variables d'entrée sont intentionnellement modifiées. Des données sont collectées à chaque essai.

Les plans d'expériences permettent d'identifier les conditions des procédés et les composants des produits qui influent sur la qualité, et de déterminer ainsi les paramètres de facteurs offrant des résultats optimaux.

Design-Expert7.0 propose cinq types de plans :

- Conceptions de criblage,
- Conceptions multifactorielles,
- Conceptions de surface réactives,
- Mélanger les dessins,
- Taguchi Designs (également connu sous le nom de Taguchi Designs).

Les étapes de création, d'analyse et d'affichage des expériences de conception dans Design-Expert7.0.0 sont les mêmes pour tous les types de conception. Après avoir mené l'expérience et saisi les résultats, Design-Expert 7.0 dispose de plusieurs outils analytiques et graphiques pour aider à mieux comprendre ces résultats. Ce chapitre décrit un ensemble typique d'étapes à suivre lors de la création et de l'analyse d'une conception globale. Ces étapes peuvent être appliquées à tous les plans pouvant être créés dans Design-Expert 7.0.

Les commandes Plan d'expériences (DOE) de Design-Expert 7.0 ont les fonctions suivantes :

- Concevoir des catalogues d'expériences pour aider à créer un design.
- Création et stockage automatique du plan une fois ses propriétés définies.
- Affichez et stockez les statistiques de diagnostic pour vous aider à interpréter les résultats.
- Graphiques pour aider à interpréter et présenter les résultats

I.22 Élaborer un plan d'expérimentation :

Pour saisir et analyser des données Plan d'expériences (DOE) dans Design-Expert7.0, vous devez d'abord créer une feuille de calcul Plan d'expériences. Ce programme propose de nombreuses conceptions.

1) Filtrage :

Comprend une patte Burman et des motifs à carreaux finis.

2) Factoriel:

Comprend des plans complets à deux niveaux, des plans partiels à deux niveaux, des plans de parcelles divisées et des plans de forgeron birman.

3) surface de réponse:

Il s'agit notamment de l'avion composé et de l'avion Box-Behnken.

4) Mélange:

Il comprend des niveaux de mélange centraux, des niveaux capillaires et des niveaux contraints.

5) Taguchi:

Il comprend des plans avec les niveaux 2, 3, 4 et 5, ainsi que des plans avec différents niveaux [36].

I.23 Conclusion :

L'efficacité de l'extraction de l'alcool à partir de matériaux naturels a été prouvée à la fois académiquement et pratiquement, ce qui ouvre la voie à un avenir d'énergie renouvelable propre et respectueuse de l'environnement.

Afin de progresser et d'améliorer ce procédé, nous avons utilisé des plans expérimentaux.

L'approche par les plans d'expériences, consiste à organiser la démarche expérimentale et l'analyse décisionnelle en appliquant plusieurs outils et tests statistiques. L'utilisation et l'intérêt des plans d'expériences conduit à établir un plan comportant le maximum de précision dans les résultats avec un minimum d'expériences.

CHAPITRE II
MATERIELS ET METHODES

Ce chapitre représente la partie expérimentale de notre travail et description des différents appareillages et produits chimiques qui ont été utilisés au niveau du laboratoire de chimie de la faculté des sciences et technologie de l'Université Ahmed Draïa Adrar (Algérie).

II.1 Objectif

Les objectifs tracés dans ce travail sont les suivants :

1. Optimisation de la production de bioéthanol à l'aide de plans d'expérience.
2. Production du bioéthanol à partir de matières premières différentes (déchets organiques agricoles).
3. Déduire lequel de ces expériences va donner un plus grand degré d'alcool pour chaque déchet dans les mêmes conditions de fermentation (quantité de levure et température, ...etc.) et de distillation pour chaque substrat.
4. Connaître les conditions optimales de fermentation pour chaque substrat.
5. A la fin en mesure la densité et le degré de bioéthanol dans chaque expérience.

II.2 Matériels utilisés

II.2.1 Appareillages et verreries

- Agitateur magnétique;
- Balance de précision;
- Bain marie;
- Etuve de marque (MEMMERT UE-400);
- Four à moufle;
- Alcoomètre (gradué de 0 à 100°);
- PH-mètre;
- Pycnomètre;
- Réfractomètre;
- Plaque chauffante ;
- Spectrophotomètre UV-VIS;
- Spectrophotomètre IRTF;
- Montage de distillation;
- Thermomètre;
- Dessiccateur;
- Bécher (200 _ 800) ml;
- Cristalliseur;
- Flacon de (100 _ 1000) ml;
- Eprouvette graduée de (100_500) ml;
- Fiole conique;
- Tube à essais;
- Entonnoir;
- Mortier;
- Pissette;
- Burette;
- Pipette.

II-2.2 Produits chimiques

Tableau II.1: Propriétés des produits chimiques utilisés.

N°	Désignation	Formule chimique	Etat physique
01	Acide sulfurique (98%)	H ₂ SO ₄	Liquide
02	Hydroxyde de sodium (1 N)	NaOH	Liquide
03	Bicarbonate de calcium	CaCO ₃	Solide
04	Acétate de plomb	Pb(CH ₃ COO) ₂	Solide
05	Oxalate de potassium	k ₂ C ₂ O ₄ .H ₂ O	Solide
06	Phénol (5%)	C ₆ H ₆ O	Liquide
07	Acide chlorhydrique (2 N)	HCl	Liquide
08	Phénolphtaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	Liquide
09	Glucose	C ₆ H ₁₂ O ₆	Solide
10	Ethanol	C ₂ H ₅ OH	Liquide

II.3 matériel végétal

Le choix du substrat

Nous avons choisi pour cette étude les fruits de washingtonia et déchets des dattes (fruits avec défaut de texture, fruits altérés par les microorganismes et les insectes ...), le choix de cette substrat se justifie par son abondance à l'échelle national (dans la région d'Adrar), et ne sont pas beaucoup appréciées par les consommateurs.

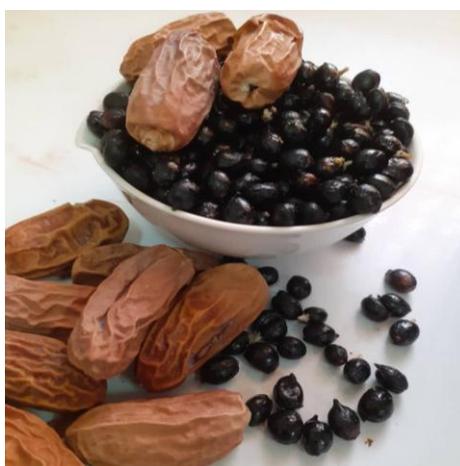


Figure II.1: Substrats utilisés

II.4 Matériel biologique

La levure utilisée au cours des expériences réalisées et présentées dans ce chapitre est la levure *Saccharomyces Cerevisiae* souche, qui est conservée dans un endroit frais et sec, elle est utilisée pour la production d'éthanol.



Figure II.2: Levure *Saccharomyces Cerevisiae*.

II.5 Méthodes analytiques

II.5.1 Analyses physico-chimiques de la matière première

II.5.1.1 Détermination de la teneur en eau

Principe

La détermination de la teneur en eau est effectuée par une dessiccation dans une étuve maintenue de 105 °C jusqu'à une masse pratiquement constante, pour éviter toute reprise d'humidité, il convient placées les capsules dans un dessiccateur.



Figure II.3: Etuve utilisée.

Mode opératoire

- ✓ La teneur en eau est définie comme étant la perte de poids subie lors de la dessiccation. Pour cela, une quantité de 3 g de matière première (les fruits de washingtonia et les dattes) a été pesée dans une capsule.
- ✓ L'échantillon a été placé pendant 24 heures dans une étuve à 105 °C.
- ✓ Après refroidissement dans un dessiccateur, l'ensemble a été pesé à nouveau à la balance.
- ✓ L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant.



Figure II.4: a): Dattes broyage; b): Pulpe des fruits de washingtonia; c): L'échantillon dans l'étuve; d): L'échantillon dans un dessiccateur.

Expression de calcul

La teneur en eau s'obtient selon la relation suivante :

$$H (\%) = \frac{M1 - M2}{P} \times 100$$

Avec:

M₁: Poids du capsule + échantillon avant dessiccation (g).

M₂: Poids du capsule + échantillon après dessiccation (g).

P: poids de la prise d'essai (g).

La matière sèche (MS) est obtenue comme suit :

$$MS (\%) = 100 - H (\%)$$

Avec:

MS : matière sèche.

H : teneur en eau.

II.5.1.2 Détermination de la teneur en cendres

Lorsque l'échantillon, préalablement sèche, est soumis à une incinération à 550 °C, la matière organique se consume et la matière résiduelle constitue la matière minérale (A.O.A.C, 1990) [1].



Figure II.5: Four à moufle utilisée

Mode opératoire

- ✓ Les échantillons secs sont préalablement entrés dans un four à moufle réglé à 550 °C pendant 4 heures jusqu'à ce que le contenu en substances a pris une couleur blanche grisâtre qui blanchisse après refroidissement dans un dessiccateur.
- ✓ Ensuite, une dernière pesée des creusets est effectuée (M3).



Figure II.6 : a): Les dattes broyé après la calcination; b):Broyé après la calcination; c):L'échantillon dans le four à moufle.

Expression des résultats

Le pourcentage de la matière organique est donné par la formule suivante :

$$\text{MO (\%)} = \frac{M2 - M3}{P} \times 100$$

M2: Poids de creuset + l'échantillon avant incinération (g).

M3: Poids de creuset + l'échantillon après incinération (g).

P: Poids de la prise d'essai (g).

La teneur en cendres est égale à :

$$\text{Cd}(\%) = 100 - \text{MO}$$

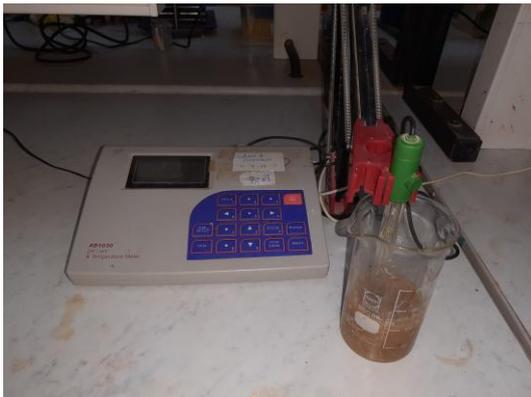
Avec:

Cd : cendres.

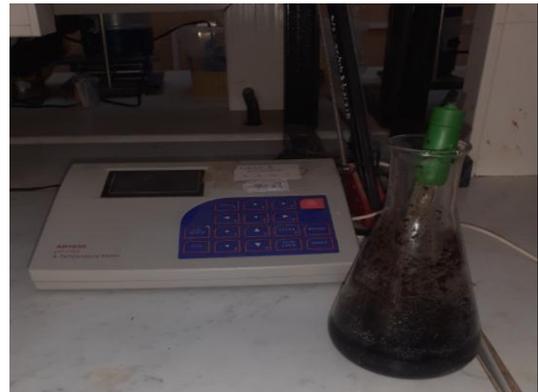
MO : matière organique.

II.5.1.3 Potentiel d'hydrogène pH

La détermination de pH est essentielle pour le contrôle du milieu, avant et au cours de la fermentation. Sa variation montre l'activité métabolique de la levure au cours de la transformation des sucres en alcool.



a



b

Figure II.7 : a): Mesure le pH des dattes; **b):** Mesure le pH des fruits de washingtonia.

Mode opératoire

- ✓ Couper en petits morceaux une partie de l'échantillon, éliminer les noyaux;
- ✓ Placer le produit dans un bécher et y ajouter trois fois son volume d'eau distillée;
- ✓ Chauffer au bain-marie pendant 30 min en remuant de temps en temps avec une spatule;

- ✓ Broyer le mélange obtenu, ensuite détermine le pH s'effectue par une lecture directe à l'aide de pH-mètre.

II.5.1.4 Détermination de acidité

Le principe consiste en un titrage de l'acidité de l'extrait des dattes avec une solution d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphaléine comme indicateur [2].

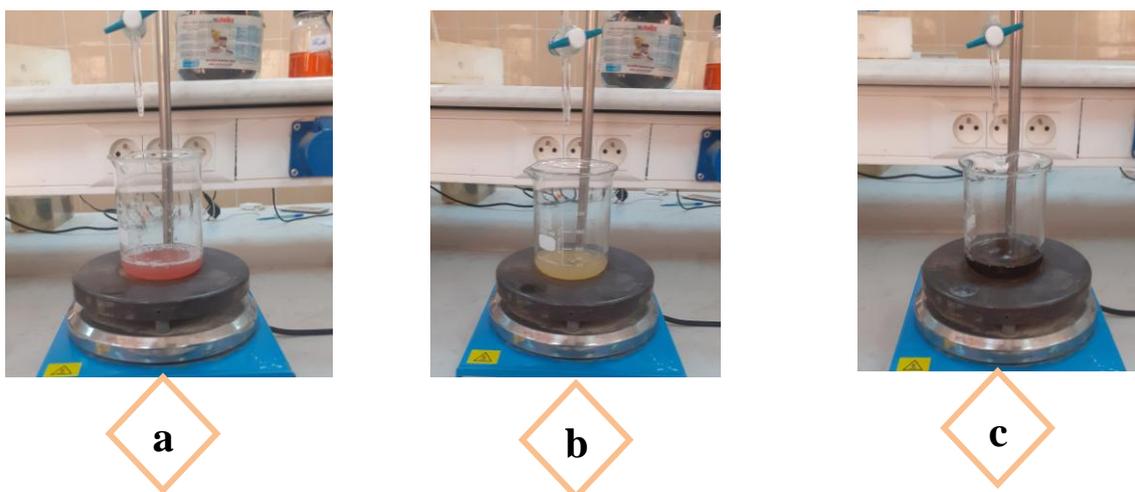


Figure II.8 : a): Mélange de dattes avant le titrage, b): Mélange de dattes après le titrage c): Mélange de fruits de washingtonia avant le titrage.

Mode opératoire

- ✓ Peser 25 g de dattes broyées;
- ✓ Placer l'échantillon dans une bêche avec 50 ml d'eau distillée, puis mélanger jusqu'à l'obtention d'un liquide homogène;
- ✓ Adapter un réfrigérant à reflux à la bêche puis chauffer le contenu au bain pendant 30min;
- ✓ Refroidir, transvaser quantitativement le contenu de la bêche dans une éprouvette graduée de 250 ml et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée, bien mélanger puis filtrer;
- ✓ Prélever à la pipette 25 ml du filtrat et les verser dans un bêche;
- ✓ Ajouter 3 gouttes de phénolphaléine et tout en agitant, titrer avec de la solution d'hydroxyde de sodium 1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant 30 secondes.

Expression de calcul

L'acidité titrable est exprimée en gramme d'acide acétique pour 100 g de produits (dattes, fruits washingtonia, mélange) :

$$A\% = \frac{250 \times V1 \times 100}{m \times V \times 10} \times 0.07$$

Avec :

m : masse de la prise d'essai (g).

V : volume de filtrat pris pour le titrage (mL).

V1 : volume de la solution d'hydroxyde de sodium 1 N (mL).

0.07 : le facteur de conversion de l'acidité titrable en équivalent d'acide acétique.

II.5.2 Dosage de sucres réducteurs (Dubois et al.1956)

Principe

La méthode de Dubois permet de mesurer le taux de sucre en utilisant le phénol et l'acide sulfurique concentré. En présence des réactifs, les sucres donnent une couleur jaune crème, dont l'intensité est proportionnelle à la concentration des sucres totaux [3].



Figure II.9 : Spectrophotomètre UV-VIS

Mode opératoire

- ✓ On mélange 1g de la datte avec 300ml d'eau distillée et 3g de bicarbonate de calcium (CaCO_3);
- ✓ On chauffe le mélange pendant 30 minute jusqu'à l'ébullition sous agitation;
- ✓ Après refroidissement du mélange, on l'ajoute l'eau distillé jusqu'à un litre de solution de notre produit et une quantité d'acétate de plomb;
- ✓ On filtre le mélange (1^{er} filtration) pour éliminer les protéines par l'acétate du plomb après cette opération, on a ajouté une petite quantité d'oxalate de potassium;
- ✓ On filtre le mélange (2^{ème} filtration) pour éliminer le plomb précipité par l'oxalate de potassium;
- ✓ Dans du tube à essai, on met 1ml du mélange avec l'ajoute 1ml de phénol (5%) et 5ml d'acide sulfurique H_2SO_4 (98%) avec le maintient d'agitation, puis on a lu la D.O du témoin et de l'échantillon;
- ✓ Les tubes sont maintenus dans laissés dans l'obscurité pendant 30 minutes;
- ✓ Enfin, à l'aide d'un spectrophotomètre UV Visible, on lit la densité optique à une longueur d'onde de 490nm.

A partir des densités optiques de la courbe d'étalonnage (Figure II.10 : $\text{DO} = f(C)$), on peut obtenir la teneur en sucres d'échantillon à analyser droite. La teneur des sucres est exprimée en g/ml de α D (+) glucose.

D.O de glucose à 490 nm	0.1	0.4	0.85	1.35
Concentration de glucose (g/ml)	0.01	0.02	0.05	0.1

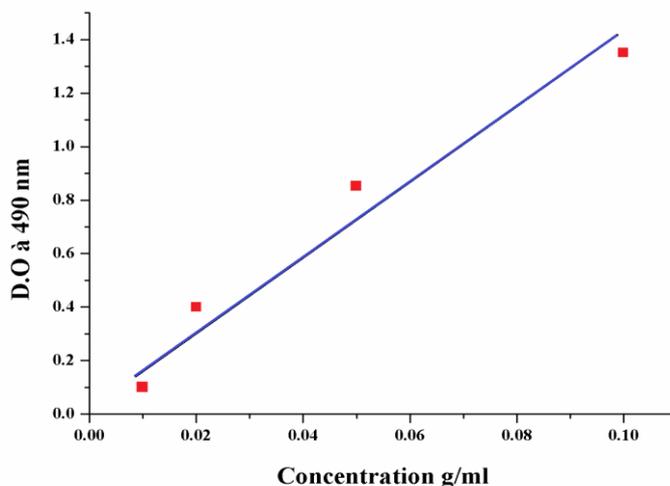


Figure II.10 : Courbe d'étalonnage de glucose

Remarque

Le témoin est composé de 1 ml d'eau distillée, 1 ml de phénol (5%) et 5 ml de H_2SO_4 concentré.

II.5.3 Dosage de sucres totaux**Principe**

Un milieu acide permet l'hydrolyse du saccharose en sucres réducteurs. Dont l'analyse est plus facile, cet hydrolyse est activée par l'utilisation du chauffage. Leur apparition est suivie en mesurant l'augmentation de la densité optique à 490 nm [4].

Mode opératoire

- ✓ Au 5 ml de notre produit, on ajoute 5 ml de l'acide chlorhydrique (HCl, 2 N);
- ✓ On le mélange à 100 °C dans un bain marie pendant 30 minutes;
- ✓ Après refroidissement, on prend 1 ml du mélange;
- ✓ Pour le dosage des sucres totaux, on procède comme pour les sucres réducteurs.

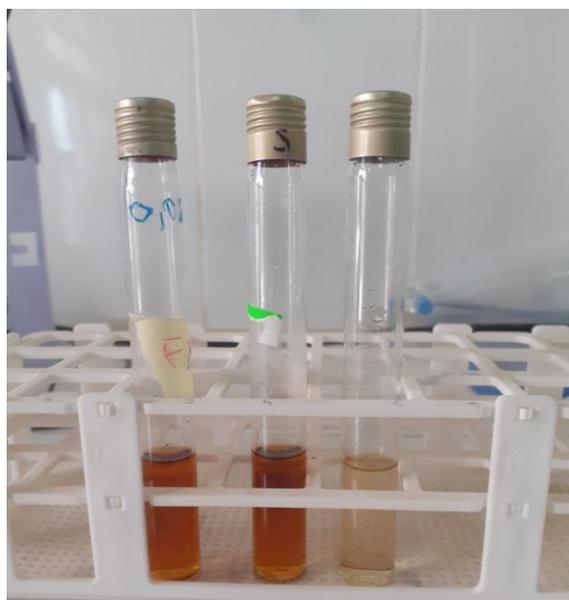


Figure II.11: Echantillons pour les analyses du sucre.

II.5.4 Teneur en saccharose

La teneur en saccharose est obtenue par la différence entre la teneur en sucres totaux et les sucres réducteurs présents dans l'échantillon.

$$\text{Saccharose} = (\text{sucres totaux} - \text{sucres réducteurs})$$

II.5.5 Analyse du substrat par IR

La spectroscopie infrarouge (parfois désignée comme spectroscopie IR) est une classe de spectroscopie qui traite de la région infrarouge du spectre électromagnétique. Elle recouvre une large gamme de techniques, la plus commune étant un type de spectroscopie d'absorption. Comme pour toutes les techniques de spectroscopie, elle peut être employée pour l'identification de composés ou pour déterminer la composition d'un échantillon.

II.6 Etapes de production de bioéthanol

II.6.1 Préparation de moût

Les fruits sont lavés pour les débarrasser des poussières et diminuer leurs charges microbiennes.



Figure II.12 : Fruits de washingtonia avant et après lavage.

L'imbibition

Mettre les fruits dans un cristalliseur et immergée dans de l'eau chaude (80 à 90 °C) avec un volume connu pendant 30 minutes.



Figure II.13: a): Imbibition des dattes; b): Imbibition des mélange; c): Imbibition des fruits de washingtonia.

Dénoyautage

La séparation pulpe- noyau est réalisée manuellement.



Figure II.14: a): Dénoyautages des fruits de washingtonia; b): Dénoyautages des dattes.

Le broyage de la pulpe

Broyer les fruits trempés dans l'eau à l'aide d'un mixeur, la solution préparée est appelée moût de fruits.



Figure II.15: Broyage des fruits.

Dilution:

Ajouter une quantité d'eau du robinet à la quantité d'eau chaude ajoutée dans l'étape de trempage, de sorte que le volume total d'eau devienne 800 ml.



Figure II.16: Dilution de moût.

II.6.2 Ajustement de pH

Avant l'inoculum de la levure réactivée nous ajustons le pH de ce moût préparé entre 4.3 et 4.7 par l'ajout d'acide sulfurique (H_2SO_4 , 2N). Ce pH acide préjudiciable au développement des bactéries s'avère propice à la prolifération de levures [5].



Figure II.17: Ajustement pH du moût

II.6.3 Réactivation de la levure

L'activation de la levure sèche est une étape très importante pour faciliter la glycolyse pendant la fermentation et réduire le temps d'adaptation.

Dans un erlenmeyer on réactive (0.5g, 2 g) de la levure sèche avec (2g, 6 g) du sucre respectivement dissoudre dans 100 ml de l'eau distillée, on le met sur un plaque chauffante à 30 °C avec agitation pendant 30 min.

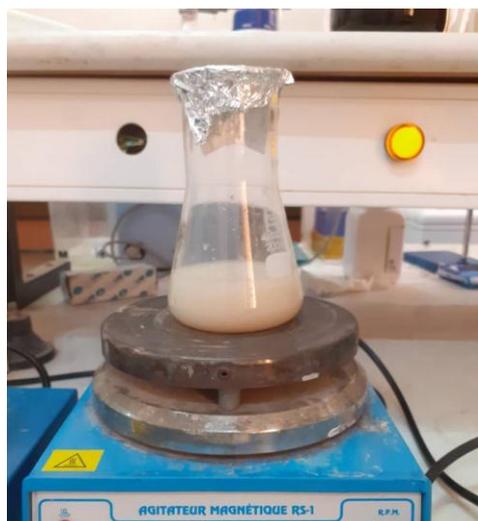


Figure II.18: Réactivation de la levure *Saccharomyces cerevisiae*.

II.7 Procédé de fermentation alcoolique

Le processus de fermentation alcoolique se déroule dans un milieu anaérobie riche en sucres pendant une certaine période de temps et de température. Les processus de fermentation alcoolique réalisés étaient 48 processus de fermentation avec différentes biomasses et conditions de fermentation. Le matériel nécessaire a été obtenu après broyage des dattes et des fruits de washingtonia et préparation du moût. Le pH du milieu a été ajusté pour être adapté à la prolifération des levures.

Le moût a été préparé à partir de différents concentration (20g, 200 g) et la quantité nécessaire de levure (0.5g, 2 g) a été ajoutée, après ensemencement de chaque flacon avec de la levure boulangère réactivée (*Saccharomyces cerevisiae*) le flacon est plongé dans un bain-marie où la température est maintenue à (25°C, 40 °C) pendant une durée (48h, 96 h) selon aux exigences de chaque expérience. La fermentation a lieu dans des conditions anaérobies, où il faut prendre soin de bien, sceller les flacons et d'immerger le tube destiné à dégagement CO₂ à l'intérieur d'un bassin d'eau pour s'assurer que entrée O₂ n'y pénètre.

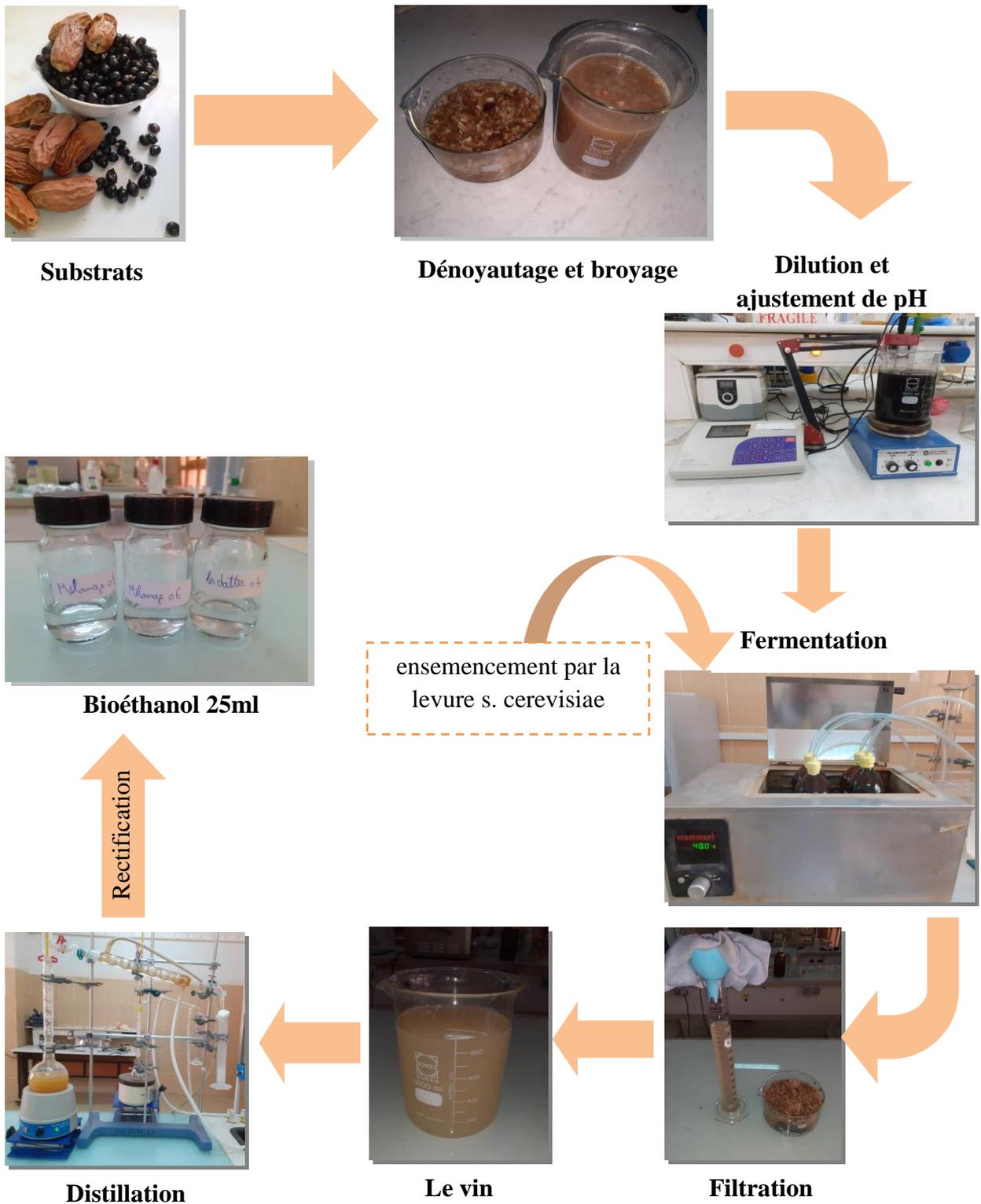


Figure II.19 : Protocole expérimental de production de bioéthanol par les fruits de Washingtonia et les dattes

II.8 Récupération du bioéthanol par distillation

La distillation est un processus d'évaporation et de condensation simultanée d'un mélange de liquides visant à les purifier, tout en se basant par la différence de leur volatilité. Le mout fermenté est un mélange eau-éthanol.

A la fin de fermentation, le vin obtenu des chaque expérience qu'il faut le filtrer par un tissu pour séparer les fibres et la levure. La récupération d'éthanol a été effectuée par la technique d'hydro-distillation. Le mout fermenté a été introduit dans le ballon, placé dans le dispositif distillation. Après chauffage, les vapeurs d'éthanol commencent à monter dans la colonne vigreux, et passent dans le réfrigérant à eau. Les gouttes ont été par la suite récupérées dans l'éprouvette. Nous avons fixé le volume de distillat à 100 ml pour toutes les expériences (le volume de distillé ne doit pas dépasser 100 ml). La durée moyenne de cette étape de trente minutes. Nous avons opté pour une deuxième distillation afin d'obtenir un alcool plus pur.



Figure II.20: Montage de distillation fractionnée.

II.9 Rectification

Pour obtenir du bioéthanol plus pur, on fait une deuxième distillation. Même principe que la première distillation, avec le volume d'éthanol distillé fixé à 25 ml pour toutes les expériences, pour pouvoir comparer le degré d'alcool de chaque expérience dans les mêmes conditions.

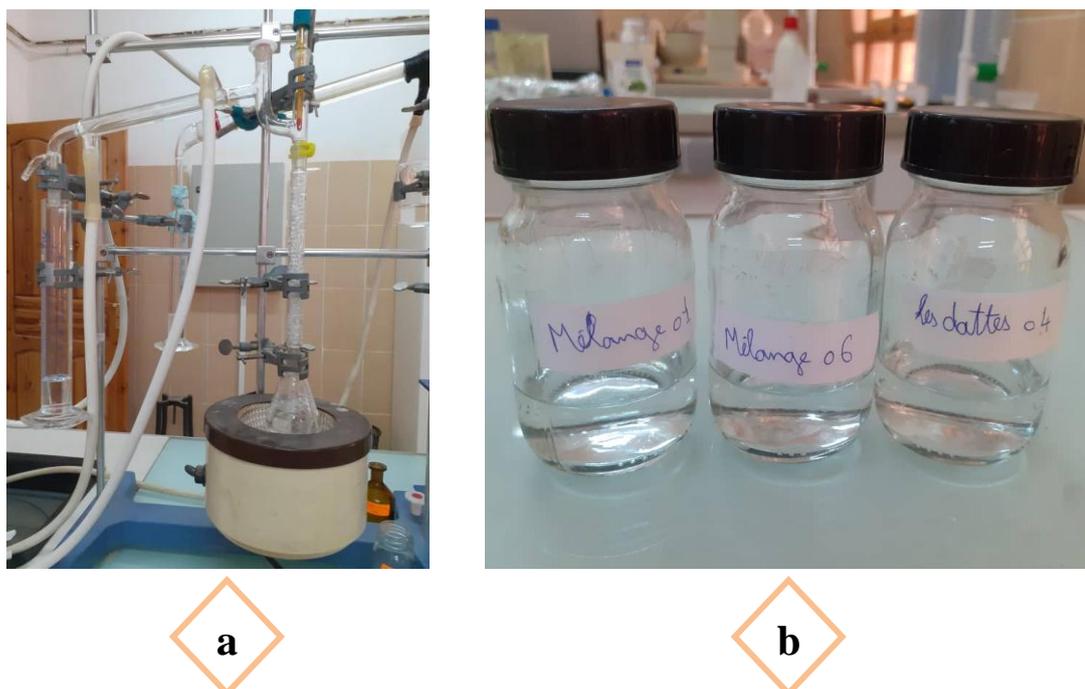


Figure II.21: a): Montage de rectification; **b):** Bioéthanol distillée obtenue.

II.10 Optimisation des paramètres de production du bioéthanol par le plan d'expérience factoriels

Les facteurs examinés lors de cette étude sont:

1. Choix de la concentration en substrat

La production d'éthanol peut être affectée par la concentration du substrat, comme l'ont démontré les travaux de (Lensari F, Edjekouane M, 2020) [6], afin d'étudier l'effet de la quantité de biomasse utilisée pour produire du bioéthanol, nous avons choisi dans notre étude la masse de 20 g comme valeur minimale et la masse de 200 g comme valeur maximale.

2. Choix du temps de fermentation

Il est intéressant de connaître la durée optimale de la fermentation alcoolique, c'est pourquoi nous avons défini une plage de temps pour déterminer le temps nécessaire pour enregistrer la production optimale de bioéthanol. Nous avons choisi la valeur la plus basse 2 jrs et la valeur la plus élevée 4 jrs.

3. Choix de la température de fermentation

La production de bioéthanol à partir des sucres par les levures *Saccharomyces cerevisiae* est fortement dépendante de la température du milieu de fermentation. La température est donc un facteur important. Pour confirmer l'importance de l'effet de ce facteur sur la conversion des sucres, nous avons effectué les réactions à 25 et 40 °C.

4. Choix de la quantité de levure

La levure est utilisée depuis des siècles pour convertir le sucre en alcool et est un élément essentiel dans le processus de fermentation alcoolique, nous avons donc décidé d'étudier ce facteur pour connaître la quantité de levure optimale utilisée pour améliorer la production de bioéthanol, nous avons choisi la valeur inférieure 0,5 g et la valeur supérieure 2 g, correspondant à la valeur du sucre respectivement 2 g et 6 g.

II.11 Application de plans factoriels

Après choix des paramètres de production du bioéthanol, une étude de l'optimisation des conditions de fermentation est impérative, afin de définir les meilleures conditions de fermentation et de production de l'éthanol à partir de déchets des dattes ; fruits *washingtonia* et mélanges entre les deux substrats.

Pour ce faire nous avons utilisé la méthode de plan factoriel. Nous avons opté pour un modèle mathématique binôme, dont le type de modèle choisi est le plan factoriel.

Pour optimiser la production du bioéthanol sont appliqués quatre facteurs (X1, X2, X3 et X4) à deux niveaux (-1 et +1), Les quatre facteurs se réfèrent respectivement aux variables suivantes : la concentration du substrat, le temps de fermentation, la température du milieu de fermentation et la quantité de levure.

Tableau II.2: Niveau des paramètres choisis.

Niveau	X1 concentration de substrat (g)	X2 temps de fermentation (j)	X3 température (°C)	X4 quantité de levure (g)
Bas (- 1)	20	2	25	0.5
Haut (+ 1)	200	4	40	2

Notre plan factoriels comprend 16 essais que le logiciel design expert 7.0.0 nous a proposé, Ce qui a été répété à chaque fois selon le substrat choisis pour la production du bioéthanol : résidus de dattes, fruits washingtonia et mélanges (50 dattes : 50 fruits washingtonia). Notre modèle expérimental est représenté dans le tableau II.3, la réponse choisis pour l'évaluation est la densité et le degré d'alcool.

Tableau II.3: Modèle du plan expérimental.

Run	Block	Factor 1 A:Dose g/L	Factor 2 B:Temps jrs	Factor 3 C:Température °C	Factor 4 D:Levure g/100ml
1	Block 1	200.00	4.00	25.00	0.50
2	Block 1	20.00	4.00	25.00	2.00
3	Block 1	20.00	2.00	25.00	0.50
4	Block 1	200.00	2.00	25.00	2.00
5	Block 1	20.00	2.00	25.00	2.00
6	Block 1	200.00	4.00	25.00	2.00
7	Block 1	20.00	4.00	40.00	0.50
8	Block 1	200.00	4.00	40.00	2.00
9	Block 1	200.00	2.00	40.00	2.00
10	Block 1	200.00	2.00	25.00	0.50
11	Block 1	20.00	4.00	25.00	0.50
12	Block 1	20.00	4.00	40.00	2.00
13	Block 1	20.00	2.00	40.00	0.50
14	Block 1	20.00	2.00	40.00	2.00
15	Block 1	200.00	4.00	40.00	0.50
16	Block 1	200.00	2.00	40.00	0.50

II.12 Analyses du produit fini

Pour le bioéthanol obtenu on détermine:

II.12.1 Dosage de degré d'alcool (Boulal, 2017b)

Le dosage de l'alcool à la cour de la fermentation est effectué par aérométrie. En général, la méthode consiste à distiller le jus alcoolisé puis à mesurer le degré du distillat à l'aide d'un alcoomètre (gradué de 0 à 100) à la température ambiante mai dans ce travail nous avons mesuré le degré d'alcool par la méthode de courbe d'étalonnage :

$$F(^{\circ}) = D, F(^{\circ}) = n^{20}.$$

- 1) Préparer les solutions différents du degré d'alcool par la relation $C_1V_1 = C_2V_2$.

Concentration de l'éthanol (%)	0	20	40	60	80	100
Degré d'alcool (°)	0	23	43	62	80	100

- 2) Messer la densité des solutions par le pycnomètre et messer l'indice de réfraction par la réfractomètre.
- 3) Trace la courbe d'étalonnage $F(^{\circ}) = D, F(^{\circ}) = n^{20}$.

II.12.2 La densité

La mesuré de la densité d'éthanol obtenue par le moyen pycnomètre, Il est composé d'une fiole à Cole rodé d'une capacité de 10 ml et d'un bouchon percé d'un tube très fin (capillaire).

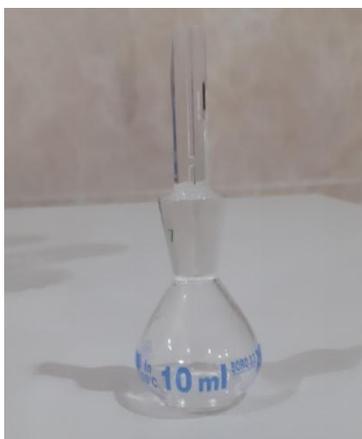


Figure II.22: Pycnomètre.

Mode opératoire

- ✓ On pèse un pycnomètre vide dans une balance de précision, puis remplir avec de l'eau distillé et pèse.
- ✓ On va le remplir avec de bioéthanol et lorsque l'on ajuste le bouchon sur la fiole, le trop-plein de liquide s'échappe par l'extrémité supérieure du tube, le volume de liquide est déterminé avec une grande précision.
- ✓ on va le pesé à nouveau le pycnomètre plain de bioéthanol à la température ambiante.

La densité est calculée selon la formule suivent :

$$d = \frac{M_0 - M_1}{M_0 - M_2}$$

Sachant que:

d : la densité.

M₀ : mase de pycnomètre vide.

M₁: masse de pycnomètre remplir avec l'échantillon de bioéthanol.

M₂ : masse de pycnomètre remplir avec l'eau distillé.

II.12.3 L'indice de réfraction

L'indice de réfraction de mélange est le rapport de la vitesse de la lumière du vide sur la vitesse de la lumière dans le milieu étudié.



Figure II.23: Détermination de l'indice de réfraction à l'aide du réfractomètre

Mode opératoire

- ✓ Après réglage par l'eau distillée, on place une goutte de bioéthanol distillé sur la surface du prisme fixe et refermer le prisme mobile;
- ✓ Regarder dans l'oculaire et mesurer en utilisant les boutons de réglage;
- ✓ L'indice de réfraction a pour but d'amener les zones sombres et éclairées au centre du réticule;
- ✓ noter la valeur de l'indice et la température de mesure, pour la correction de température en 20 °C on applique la formule suivante:

$$n^{20} = n^T + 0.00045 (T - 20)$$

Avec:

n^{20} : l'indice de réfraction à 20 °C

n^T : l'indice de réfraction à température d'analyse

T : la température de l'échantillon pendant l'analyse

0.00045: la variation de l'indice de réfraction des triglycérides par au voisinage de 20 °C

II.12.4 Analyse spectroscopique d'absorption IR**Principe**

La spectroscopie IR est une analyse spectrale qui permettra la détermination de type de liaison dans un échantillon donnée, Cette analyse est basée sur l'absorption d'énergie dans le domaine spectral infrarouge qui s'étend de 4000 à 400 cm⁻¹ [7].

II.12.5 L'inflammabilité

On teste l'inflammabilité du bioéthanol obtenu, on fait rapprocher la flamme à une quantité de bioéthanol.

CHAPITRE III
RESULTATS ET DISCISSIONS

Ce chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des résultats obtenus. Dans un premier temps nous aborderons les propriétés physico-chimiques des matières premières pour chacune des dattes et les fruits de Washingtonia, ensuite il s'agira de discuter du degré d'alcool du bioéthanol obtenu, et en troisième nous aborderons l'effet de différents facteurs sur le degré d'alcool de bioéthanol produit à partir de différents substrats en utilisant des plans expérimentaux, puis en déduisant les facteurs optimaux de la fermentation pour chaque substrat, enfin Caractéristiques du bioéthanol obtenu.

III.1 Résultats de l'analyse de la matière première

III.1.1 Résultats de l'analyse physicochimique de la matière première

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau III.1 : Résultats moyens des analyses physicochimiques des dattes étudiées.

Composition	Dattes	Fruits des washingtonia
pH	5.50	6.15
Acidité (%)	0.28	0.22
Humidité (%)	5.27	1.1
Matière sèche (%)	94.71	98.9
Cendres (%)	5.73	5.4
Matière organique (%)	94.27	94.6

A. PH

Le pH moyen des deux substrats (dattes et fruits de washingtonia) est de 5.5 et 6.15, respectivement, et ce pH est favorise la multiplication des levures et moisissures et parallèlement freine le développement des bactéries. Le pH de l'extrait de datte est légèrement inférieur à celle donnée par (Soltani, 2007) [1], avec des valeurs de 5,56. Les résultats montrent que le pH que nous avons obtenu est différent des résultats obtenus par (Lensari et Edjekouane, 2020) [2], le pH est égal à 6.23.

B. Acidité

Les acides organiques sont, en général des intermédiaires des processus métaboliques. Ils influencent la croissance des microorganismes et affectent la qualité de conservation des produits. Ils sont directement impliqués dans la croissance, la maturation et la sénescence de la datte [3]. Ces acides influent aussi sur les propriétés sensorielles des fruits [4].

Les dattes étudiées présente une acidité de 0.28 % qui équivaut à la valeur que vous obtenez (Noui, Y, 2007) [5] dans la matière sèche, Il est très proche de la valeur que vous obtenez (Chniti, S, 2015) [6] qui est 0.27 ± 0.01 %. Cette valeur est légèrement supérieure à celle donnée par (Khalil et al, 2002) [7] qui est de 0.18 % et 0.22 % du poids sec respectivement pour les deux variétés égyptiennes. Alors que le fruit de *Washingtonia* a une faible acidité titrable 0.22 %.

La présence et la composition en acides organiques peuvent être affectées par divers facteurs comme le substrat, les conditions de croissances, la maturité, la saison, l'origine géographique, la fertilisation, le type de sol, les conditions de stockages, le taux d'exposition au soleil et la période de récolte [3,8,9].

C. L'humidité

La teneur en eau est un paramètre fondamental pour la détermination et la conduite rationnelle des opérations de récolte, de stockage ou de conservation [10]. Les teneurs élevées en eau rendent les substrats qui ont un caractère mou susceptibles à la colonisation microbienne, dont celle de la flore fongique.

Le substrat de datte sèche étudiée à un taux d'humidité de 5,27 %, Les travaux de (Ahmed et al, 1995) [11] ont montré que le taux d'humidité varie entre 9,20 % à 32,10 %. Et l'étude faite par (Al-Shahib et Marshall, 2003) [12] sur des dattes sèches a montré que leur taux d'humidité moyenne au voisinage de 12.7 %. Ces valeurs sont très éloignées de valeur que nous avons obtenue.

Le fruit de *Washingtonia* a une teneur en humidité de 20.92 ± 1.15 % et un pourcentage de matière sèche de 74.38 % [13]. Nous avons enregistré une valeur d'humidité dans notre échantillon égale à 1.1 %, cette valeur était proche de la valeur

1.6 % obtenue avec un échantillon sec [14], cette valeur est faible vue que la récolte de ces dattes est effectué après qu'elles deviennent sèches sous l'influence du climat sec de la région d'Adrar.

D. Cendres

Le taux de cendres représente la quantité totale en sels minéraux présents dans un échantillon. La valeur trouvée pour les dattes est égale à 5.73 %, elle est nettement supérieure à la valeur de dattes données par (Chibi, S., & El-Hadi, D, 2018) [15]. Qui correspond à une valeur de $2.74 \pm 0.15\%$ (Hmaira) et $2.18 \pm 0.17 \%$ (degla - Beida). Ces valeurs élevées expliquent la richesse de ces dattes en éléments minéraux.

Pour les fruits de Washingtonia, les taux de cendres étaient égaux à 5.4 %, ce qui est supérieur à la valeur des fruits frais de Washingtonia présentée par (Yasser et al, 2019) [16], qui correspond à la valeur de 5.14 %. Mais le pourcentage de cendres dans les fruits secs qui est égal à 5.5 % [14], était très proche de nos résultats.

III.1.2 Les sucres réducteurs

Tableau III.2 : Sucres réducteurs et totaux de dattes et fruits de washingtonia.

Paramètre	Dattes	F.W
Sucres réducteurs (g/ml)	23.800	23.640
Sucres totaux (g/ml)	4.064	14.490

Pendant la période de maturation des dattes, le saccharose est converti en sucres réducteurs sous l'action de l'invertase, et la quantité de saccharose décroît au fur et à mesure de la maturation [17] Cette inversion se poursuit même au cours du stockage des dattes. La vitesse de ce phénomène dépend de la teneur en eau.

Les sucres sont les constituants les plus abondants et les plus importants dans la datte, la teneur de deux substrats (dattes et fruits de washingtonia) en sucres réducteurs est respectivement 23.80 % et 23.64 % du poids sec, Les deux valeurs sont presque égales. Ces valeurs sont plus élevées que celle déterminée par (Belguedj, 2002) [18], (Benflis,

2006) [19] et (Soltani, 2007) [1], avec des valeurs de 16,64 % à 20,92 %, à base des variétés (Mech- Deglet).

III.1.3 Les sucres totaux

Les sucres existent sous deux formes : saccharose et sucres réducteurs. Les sucres réducteurs principaux sont le fructose et le glucose mais les dattes contiennent d'autres sucres tels que l'arabinose, le galactose et autres [20].

Les teneurs en sucre total obtenues dans les deux cultivars de dattes et fruits de Washingtonia sont sur 4.064 % et 14.49 %, ces résultats ne correspondent à aucun autre résultat d'études antérieures, il a été constaté (Boutouata et Amroune, 2016) [21], que La teneur en sucre totaux des dattes Hchef et Mech-Degla est égal respectivement à $48,49 \pm 1,78$ % et $52,34 \pm 1,90$ % de la matière sèche.

La réduction significative de nos résultats était due au fait que tous les sucres complexes (amidons, saccharose) n'étaient pas convertis en glucose, en utilisant l'acide chlorhydrique comme catalyseur pour l'hydrolyse des sucres complexes.

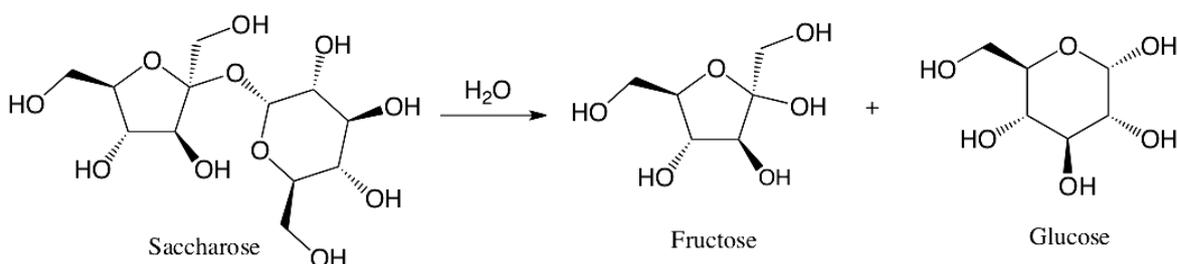


Figure III.1 : Hydrolyse du saccharose en milieu acide.

La transformation de l'amidon en sucre fait par voie chimique, utilisant l'acide chlorhydrique comme catalyseur pour l'hydrolyse de l'amidon. On distingue ; un amidon à digestion rapide, amidon à digestion lente et un amidon résistant. Ces fractions d'amidon sont différentes d'une céréale à l'autre, tout dépend de chaque espèce, du processus de mouture des grains et bien les conditions pédoclimatiques.



III.1.4 Analyse du substrat par IRTF

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTf) des échantillons a été effectuée au niveau de laboratoire pédagogique de chimie et génie des matériaux de la faculté des sciences et de la technologie de l'université Ahmed Draia Adrar, à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier de type Cary 660.

La figure après représente les signatures vibratoires des bandes obtenues par spectrophotométrie infrarouge de substrats (dattes, fruits de washingtonia et mélanges). Les différentes vibrations des bandes existantes dans les spectres sont illustrées dans un tableau (Annexe).

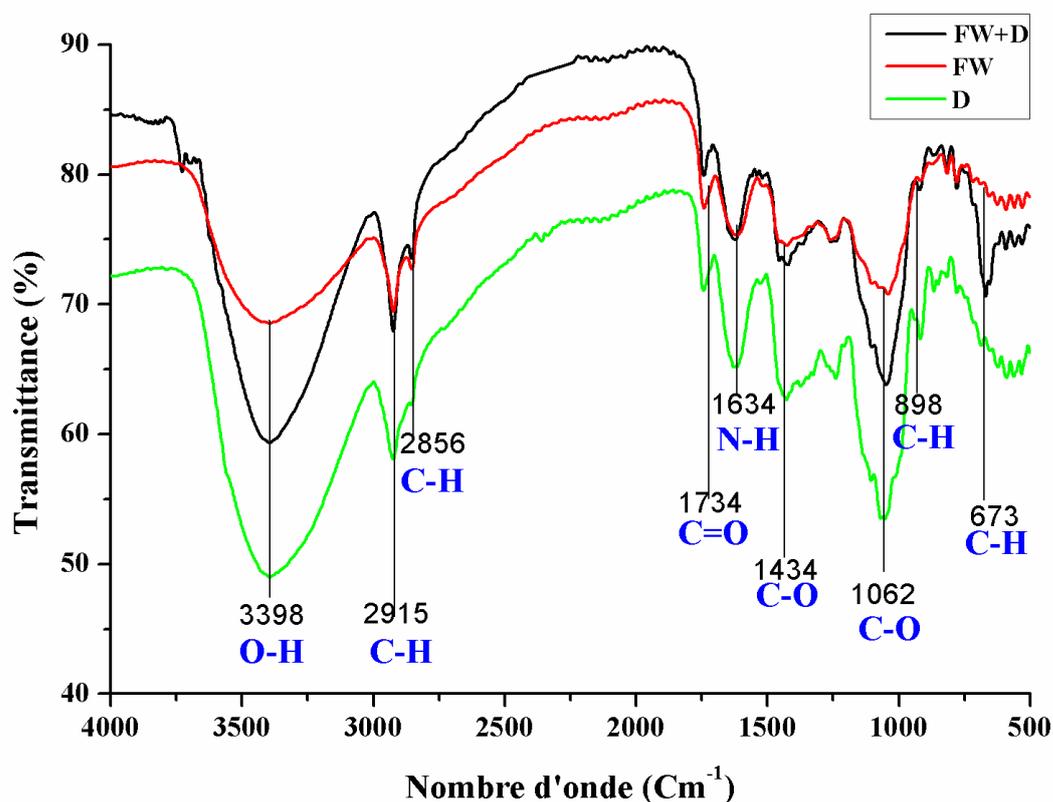


Figure III.2 : Spectre d'Infrarouge des substrats utilisés.

D'après la figure III.2, On remarque les vibrations des bandes suivantes :

- 3398 cm^{-1} : Vibration de valence correspondante au groupement -OH d'un alcool ;
- 1634 cm^{-1} : Vibration de valence correspondante N-H spécifique des amines ;
- 1062 cm^{-1} : Vibration de valence correspondante au groupement C-O d'un ester.

On constate qu'il n'y a pas de différence significative entre les résultats des trois substrats.

III.2 Analyse de pH de moût avant la fermentation (ajustement de pH)

Le pH est l'un des principaux obstacles à l'activité de croissance des levures dans le milieu de fermentation alcoolique, ce qui entraîne une diminution de la quantité de sucre consommée au profit du métabolisme des levures, et donc la production d'éthanol dans le milieu diminue.

Tableau III.3 : PH avant et après ajustement pour chaque expérience.

N°	Dattes		Mélanges		Fruits de washingtonia	
	pH avant	pH après	pH avant	pH après	pH avant	pH après
1	5.30	4.57	5.62	4.57	6.14	4.60
2	6.90	4.58	6.85	4.54	7.07	4.37
3	6.82	4.42	6.84	4.56	6.99	4.51
4	5.30	4.56	5.57	4.59	6.10	4.56
5	6.79	4.43	6.50	4.58	7.07	4.56
6	5.17	4.58	5.58	4.56	6.24	4.56
7	6.90	4.55	6.41	4.59	7.04	4.43
8	5.27	4.58	5.07	4.63	6.05	4.57
9	5.17	4.58	5.18	4.58	6.49	4.64
10	5.40	4.57	5.47	4.56	6.04	4.56
11	6.51	4.58	6.85	4.56	6.94	4.57
12	6.95	4.52	6.41	4.57	7.04	4.41
13	6.51	4.54	6.65	4.53	7.05	4.57
14	6.51	4.50	6.57	4.50	7.00	4.45
15	5.24	4.56	5.08	4.58	6.16	4.56
16	5.20	4.58	5.32	4.58	6.22	4.52

Le pH des dattes varie suivant les stades de développement de la datte [22]. Les valeurs du pH de moût de la datte est légèrement acide, il varie entre 5 et 6, et le pH de

moût de fruits de washingtonia varie entre 6 et 7 (tableau III.3). Ces valeurs sont légèrement supérieures à celles trouvées dans d'autres études. Ce pH est préjudiciable aux bactéries mais approprié au développement des levures et moisissures [3]. Par conséquent, nous avons ajusté le pH de moût dans chaque expérience entre 4.3 et 4.7 par de l'acide sulfurique.

III.3 Caractérisation du bioéthanol produit

III.3.1 La densité

Les mesures de densité pour nos expériences ont été effectuées à température ambiante à l'aide d'un pycnomètre (figure III.3).

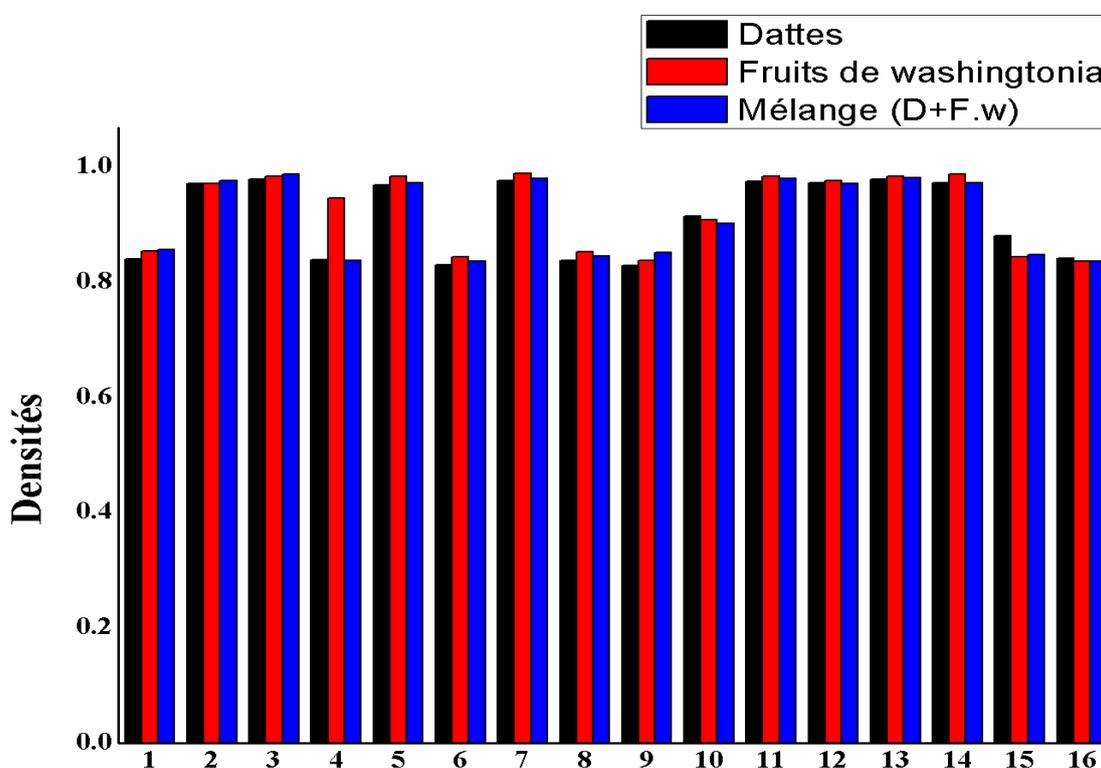


Figure III.3 : Densité de chaque expérience pour les trois substrats.

Sur la figure III.3 nous remarquons qu'il existe des différences significatives entre la densité de l'éthanol produit à partir de biomasse différente dans chaque expérience. Parmi toutes les expériences la densité la plus élevée était dans le substrat fruits de Washingtonia

dans l'expérience 7 avec une valeur à égal 0.9886 qui était proche de la densité de l'eau, la densité la plus faible a été enregistrée dans le dattes dans l'expérience 9 est égal 0.8374 , et nous remarquons que le bioéthanol montre une valeurs de densité la plus élevée dans les trois substrats entre 0.9754 et 0.9886, alors qu'il était moins densité dans les trois substrats entre 0.8279 et 0.8355, ce qui était proche de la densité de l'éthanol pur (commercial).

III.3.2 L'indice de réfraction

Les mesures de l'indice de réfraction pour nos expériences ont été effectuées à température 20 °C à l'aide d'un réfractomètre (Figure III.4).

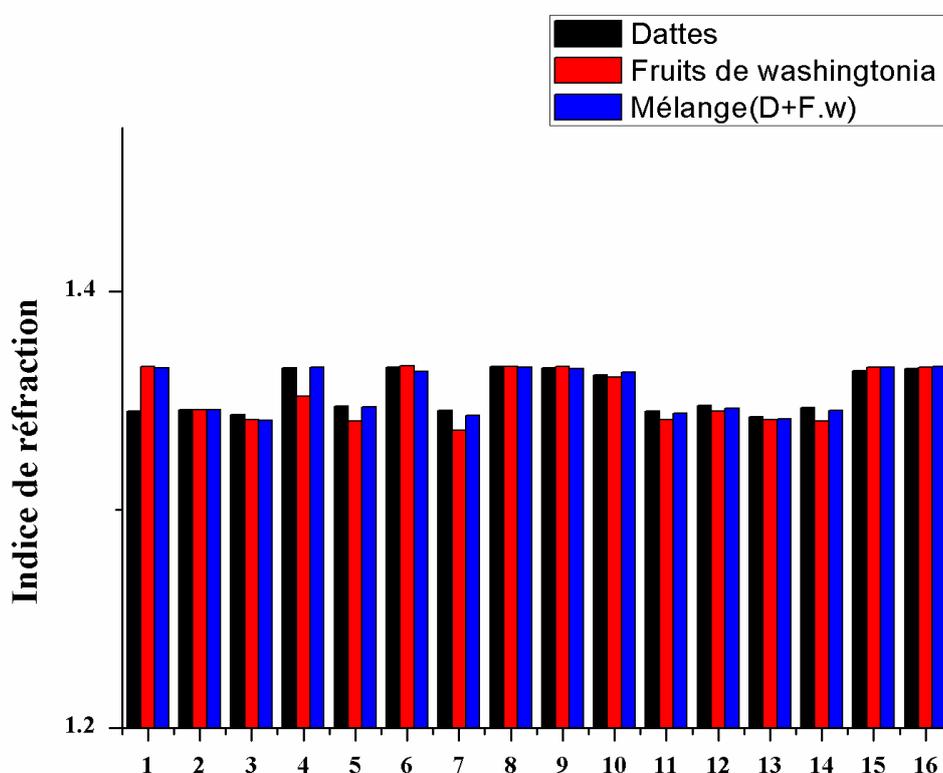


Figure III.4 : L'indice de réfraction de chaque expérience dans les trois substrats.

La figure III.3 montre la valeur de l'indice de réfraction du bioéthanol obtenue à partir les quarante-huit (48) expériences. Les valeurs d'indice de réfraction des expériences réussies dans chaque substrat ont été confinées entre 1.3656 et 1.3659, et la valeur la plus basse de l'indice de réfraction dans chaque variété se situait entre 1.3364 et 1.3428 ce qui était très proche de l'indice de réfraction de l'eau. La valeur la plus élevée de l'indice de

réfraction a été enregistrée dans le substrat de fruits Washington 1.3659 dans l'expérience 6, et la valeur de l'indice de réfraction dans le substrat datte et mélange 1.3656 était dans l'expérience 8 et 16 respectivement.

III.3.3 Degré d'alcool

La figure III.5 montre le degré d'alcool résultant de la rectification dans chaque expérience (le volume du distillat 25ml), D'après le figure III.3 et le figure III.4, nous remarquons qu'il existe une nette différence entre les résultats de densité et d'indice de réfraction (les expériences qui ont donné les meilleurs résultats ne sont pas les mêmes (Annexe IV)) donc les degrés d'alcool donnés ont été choisis en fonction de densité car ils sont plus précis par rapport à l'indice de réfraction, en raison de la précision de pycnomètre au travail par rapport au réfractomètre.

Suite aux mesures effectuées de densité et par l'utilisation de la courbe d'étalonnage de densité en fonction de degré d'alcool (Annexe III), nous déduisons le degré d'alcool des échantillons étudiés. Les résultats sont représentés dans la figure suivante :

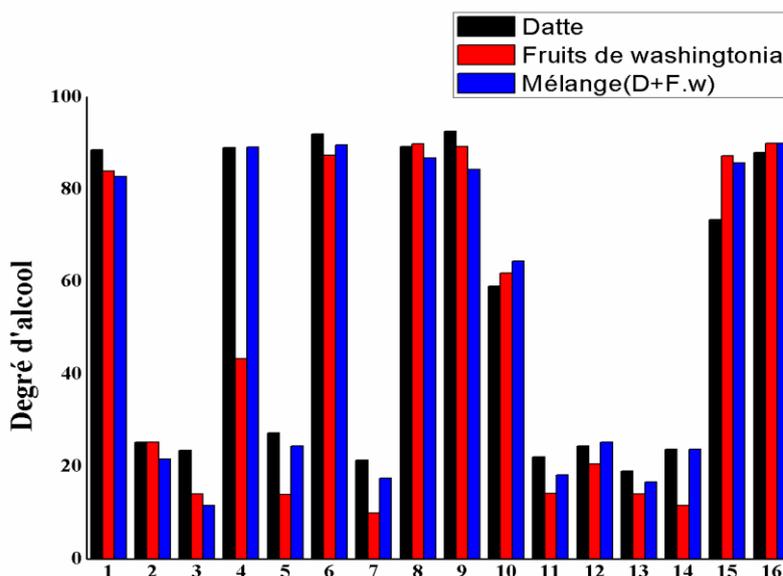


Figure III.5 : Degré d'alcool de chaque expérience dans les trois substrats.

D'après la figure III.5, on remarque que le degré d'éthanol (pourcentage en volume) a été varié selon le type de biomasse (dattes, fruits de Washingtonia, mélanges). Où les expériences réussies dans chaque substrat ont été l'expérience 9 dans le substrat datte avec

un degré d'alcool égal à 92.6446° , suivie du mélange puis fruits de Washingtonia avec un degré d'alcool respectivement 90.0590° et 89.9882° résultant de l'expérience 16 dans les deux substrats.

Nous remarquons une diminution du degré d'alcool et, par conséquent, une diminution de la production d'éthanol chez le cultivar de fruits de Washingtonia dans la plupart des expériences. Contrairement aux substrats de dattes, qui avaient les taux d'alcool les plus élevés dans la majorité des expériences, et l'éthanol dans les dattes donne le plus haut degré d'éthanol 92° .

III.4 Résultats de l'optimisation

III.4.1 Influence des les concentrations des substrats

La présence de sucre est essentielle dans le processus de fermentation alcoolique, il sera donc intéressant d'étudier la relation entre la concentration en substrat et la production d'éthanol. La figure III.5 montre l'effet de la concentration du substrat sur le degré d'alcool dans chaque biomasse.

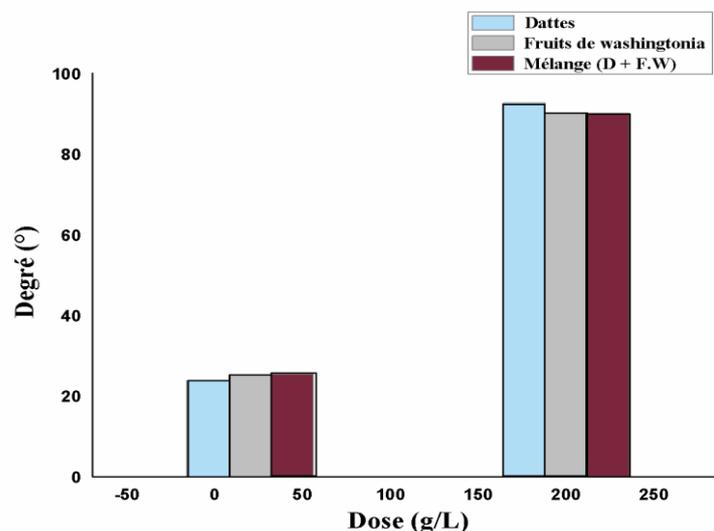


Figure III.6 : Degré d'alcool en fonction de concentration de substrat pour trois substrats.

Lorsque la quantité de concentration 20 g nous remarquons une grand diminution du pourcentage d'éthanol produit dans toutes les substrats, car il n'a atteint la valeur la plus

élevée 27.3318 que dans le cultivar de fruits Washingtonia, l'obtention de tels résultats était attendue en raison du faible pourcentage de glucose dans le milieu.

Lorsque la concentration du substrat passe de 20 à 200 g, la teneur en alcool augmente également [23]. En plus de l'effet de la différence de substrat et de la quantité de glucose qu'il contient, prouvé par (Tafoukt-Boulous, 2016) [24] dans son étude sur la quantité d'éthanol produite à partir de différentes biomasses dans les mêmes conditions. La valeur la plus élevée du degré d'alcool dans toutes les variétés dans nos résultats était dans la classe de dattes.

III.4.2 Influence du temps de fermentation

Après avoir observé la quantité de substrat correspondant au degré d'alcool, L'effet du temps de fermentation sur le degré d'alcool produit de l'éthanol a été examinée.

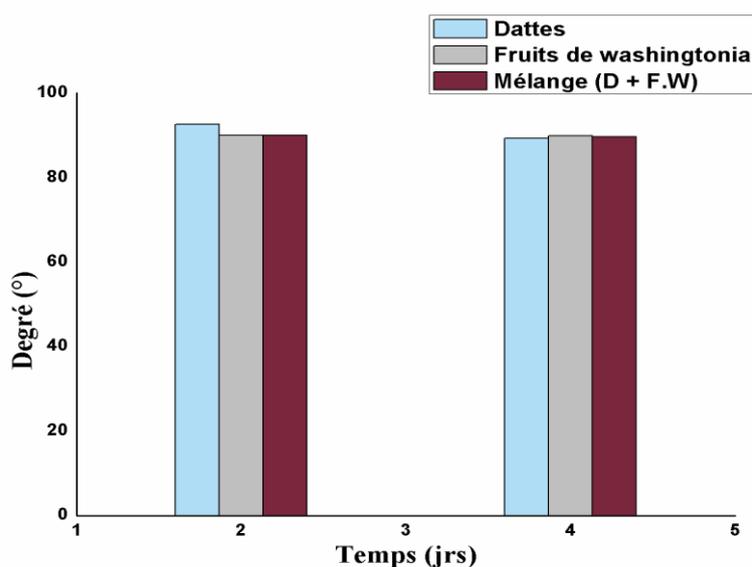


Figure III.7 : Degré d'alcool en fonction de temps de fermentation pour trois substrats.

Le temps qui donne un degré d'alcool maximal correspond à 48 h (2 jours) dans les trois substrats, où le degré le plus élevé a été enregistré dans le substrat datte, ce résultat est cohérent avec celui mentionné par (ELOKAIDI, 1987) [25] qui mentionnait la fermentation entre (36 et 72 heures). Nos résultats sont cohérents avec l'étude présentée par (Nwaga et al, 2009) [26], qui a démontré que La température optimale pour la production d'alcool se situe autour de 30 °C et permet d'obtenir près de 71 g/l d'alcool.

Lorsque la température augmente à 45 °C, la production d'alcool baisse à 42 g/l. L'explication de cette augmentation est la transformation des sucres fermentés en éthanol par l'action de la levure.

Après deux à quatre jours, on remarque une diminution du degré d'alcool dans tous les types, ce qui indique une diminution progressive de la production d'éthanol en raison de la diminution du taux de sucre et de l'accumulation de composés toxiques [27]. Cela peut être dû à l'arrêt de *Saccharomyces cerevisiae* par l'accumulation de substances toxiques [28].

III.4.3 Influence de la température

Pour étudier l'effet de la température sur la production de bioéthanol à partir de trois différents substrats, des expériences ont été menées avec des températures allant de 25 à 40 °C (Figure III.8).

La température a un grand impact sur la vitesse de reproduction et de croissance des levures. À basse température, l'activité et la croissance des levures diminuent, et donc le rendement de conversion des sucres en bioéthanol diminue. Avec l'augmentation de la température, la croissance et la reproduction des levures augmentent bien jusqu'à ce qu'il atteigne la température optimale, puis commence progressivement à contredire.

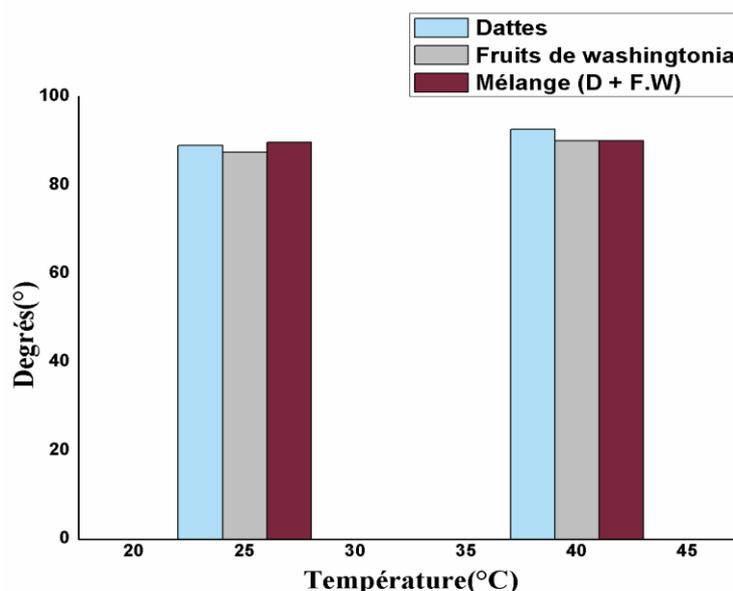


Figure III.8 : Degré d'alcool en fonction de température pour trois substrats.

Il ressort de la figure précédente qu'il existe des différences hautement significatives dans l'effet de la température sur le degré d'alcool. Il est clair que le pourcentage d'alcool le plus élevé atteint 92.64° dans le substrat dattes dans la température 40 °C, suivi du mélange et enfin les fruits de washingtonia.

Les tests ont été effectués par (Torija, 2003) [29] dans deux souches de *Saccharomyces cerevisiae* et une souche de *Saccharomyces bayanus*, montrent que les basses températures limitent la croissance des levures et allongent les fermentations, Certains travaux ont bien montré, chez certaines levures et en particulier chez *S. cerevisiae*, qu'une température supérieure à 30°C accroît la vitesse de production de certains métabolites comme l'éthanol [30] mais augmente la sensibilité et accroît l'effet néfaste des stress (inhibition par l'éthanol) en entraînant une diminution de la viabilité [31].

III.4.4 Influence de la quantité de levure

La présence de levure améliore la réaction de fermentation, mais son utilisation en petite quantité donne un très faible rendement, et l'utilisation de grandes quantités de levure consomme la substance fermentée, ce qui réduit les performances. Afin de mettre en évidence l'effet de ce facteur sur le processus de fermentation et donc sur l'amélioration de la production d'éthanol, la courbe suivante est tracée:

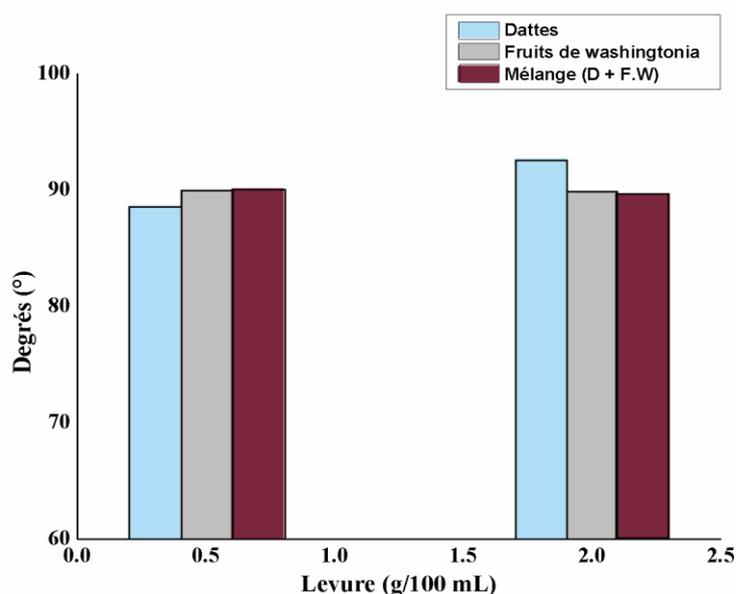


Figure III.9 : Degré d'alcool en fonction de quantité de levure pour trois substrats.

L'augmentation du degré d'alcool (substrat datte) s'accompagne d'une augmentation de la masse de levure, là où le degré alcoolique atteint 92.64°, ce qui est cohérent avec les résultats menés par (Oucif K, 2017) [32], l'augmentation de la masse de levure utilisée dans le substrat des dattes a conduit à une augmentation du volume d'éthanol produit avec un fort degré d'alcool.

Quant au substrat des mélanges (50% : 50%) et fruits de washingtonia, le degré d'alcool le plus élevé a été enregistré à 0.5 g de levure, ce qui est cohérent avec les résultats menés par (Lensari F, Edjekouane M. 2020) [1]. Ce qui implique que la quantité d'alcool produite est proportionnelle au taux de sucre contenu dans les différents substrats

La quantité idéale de levure utilisée dans la variété de datte est 2 g et la quantité idéale utilisée dans la variété de mélange (50% : 50%) et de fruits de washingtonia est 0.5 g.

III.5 Paramètres optimaux

L'objectif de cette étude est de déterminer les conditions expérimentales qui aboutissent à une maximisation de la production du bioéthanol.

Les conditions optimales de production pour chaque biomasse sont présentées dans le tableau suivant:

Tableau III.4 : Paramètres optimaux pour chaque biomasse

Paramètre	Dosage des substrats (g/L)	Temps (jrs)	Température (°C)	quantité de levure (g)
Dattes	200	2	40	2
Mélange	200	2	40	0.5
F.W	200	2	40	0.5

Tableau III.4 montre que les normes optimales qui ont produit du bioéthanol de haute qualité dans chaque biomasse étaient les mêmes pour le temps de fermentation, la température de fermentation et la masse des fruits utilisée, la seule différence était dans la quantité de levure.

A partir de la courbe de titrage du degré d'alcool en fonction de la concentration en éthanol (Annexe I), on en déduit les concentrations des échantillons étudiés qui ont donné le meilleur pourcentage d'alcool (volume distillé 25ml après la rectification) (figure III.10).

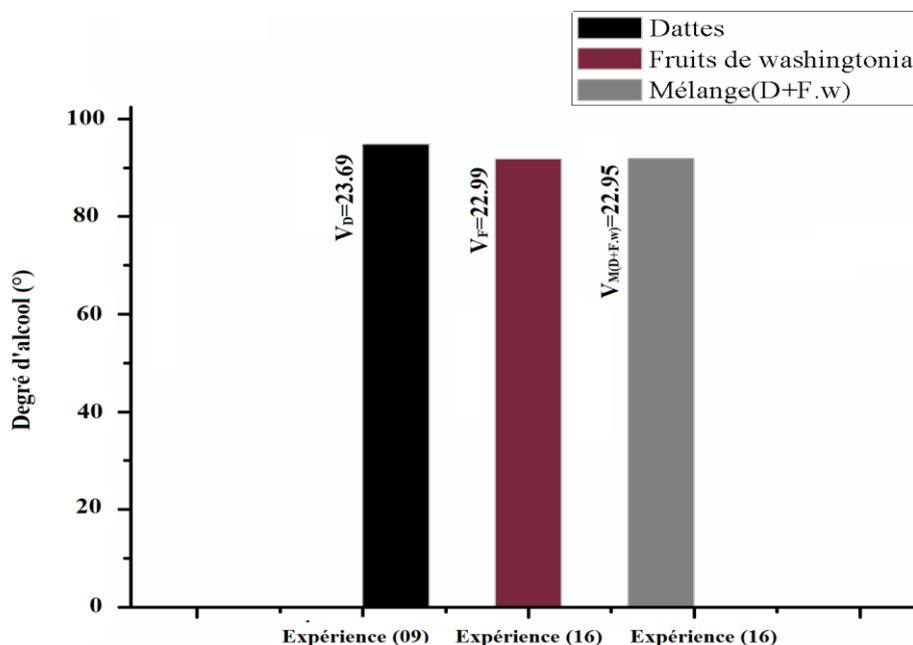


Figure III.10 : Degré et volume d'alcool de l'expérience réussie dans les trois substrats.

La figure III.10 montre le volume d'éthanol produit à partir des trois expériences 9, 16 et 16 à partir de la biomasse des dattes, des mélanges et des fruits de Washingtonia, respectivement.

Les résultats présentés dans la figure III.10 montrent que le volume de bioéthanol pur contenu dans 25 ml que nous avons obtenu à partir de la rectification est le suivant :

Dans le substrat datte, nous avons obtenu un volume de bioéthanol pur à égal 23.69 ml, qui est la valeur la plus élevée parmi les autres substrats. Dans les mélanges et les fruits de Washingtonia, les deux valeurs étaient presque égales, et elles sont 22.99ml et 22.95ml respectivement.

III.6 Résultats des analyses physicochimie du bioéthanol produit

Après avoir terminé les analyses physicochimiques du bioéthanol produit à partir de chaque expérience (48 expériences), le distillat a été recueilli et redistillés à nouveau avec stabilisation de la température à 78 °C, les résultats des analyses de l'éthanol pur produit dans le tableau suivant:

Tableau III.5 : Caractérisation physicochimique du produit fini

Paramètre	Bioéthanol obtenu	Ethanol commercial
La densité	0.8279	0.789
L'indice de réfraction	1.361	1.361
Degré de pureté (°)	93	96

D'après la comparaison présentée dans le tableau III.5, les résultats étaient très acceptables, on peut dire que le bioéthanol produit au niveau du laboratoire universitaire est un carburant très proche de l'éthanol absolu.

III.7 Résultats de bioéthanol par IRTF

L'analyse spectroscopique par infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est basée sur l'absorption d'énergie dans le domaine spectral infrarouge qui s'étend de 400 à 4000 cm^{-1} . Chaque bande d'absorption est associée à un type de groupement fonctionnel (Figure III.11). Les résultats obtenus indiquent que la surface d'éthanol présente de nombreux pics d'absorption correspondant à divers groupements fonctionnels, qui sont souvent responsables des liaisons adsorbant-adsorbat.

D'après la figure III.11, on remarque les vibrations des bandes suivantes :

- 3327 cm^{-1} : Vibration de valence correspondante au groupement -OH d'un alcool ;
- 1385 cm^{-1} : Vibration de valence correspondante C-OH spécifique Alcool primaire;
- 1046 cm^{-1} : Vibration de valence correspondante au groupement C-O d'un ester.

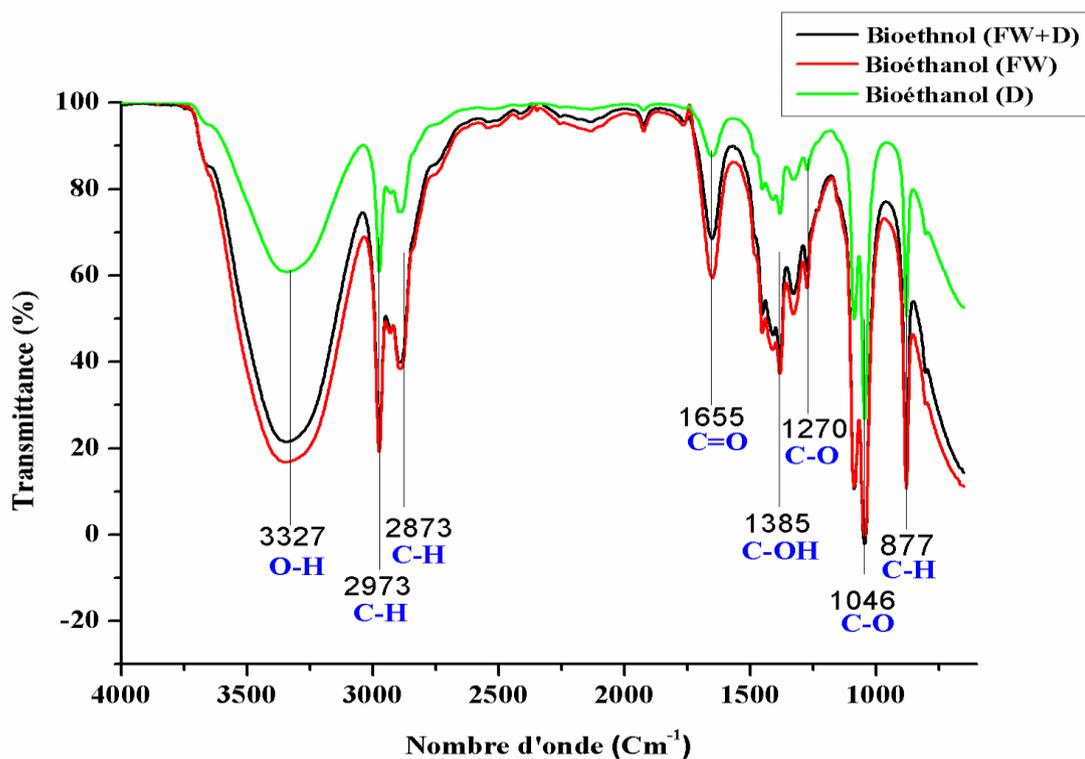


Figure III.11 : Spectre d'Infrarouge de bioéthanol produit.

III.8 Test d'inflammabilité

Nous avons appliqué un test d'inflammabilité, dans laquelle un petit volume de bioéthanol est brûlé avec la formation d'une flamme bleutée (Figure III.12).



Figure III.12 : Test d'inflammabilité de l'éthanol produit

En plus de mesurer la chaleur émise par chaque échantillon et le temps d'allumage maximal, nous avons obtenu les résultats indiqués dans le tableau suivant:

Tableau III.6: Résultats d'allumage du bioéthanol pour chaque substrat.

Substrats	Volume	Durée	Température
Fruits de washingtonia	2 ml	01(min) 22(s)	136 °C
Mélanges	2 ml	01(min) 27(s)	244 °C
dattes	2 ml	01(min) 21(s)	247 °C

Le bioéthanol que nous avons produit au niveau du laboratoire aux caractéristiques suivantes :

- Volatil;
- Inflammable;
- Limpide;
- Possédant une odeur piquante.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Des études visent à valoriser les déchets agricoles et industriels dans le domaine énergétique, en les valorisant dans la production de bioéthanol, ce qui explique l'objectif de la présente étude, qui porte sur l'amélioration de la production de bioéthanol par la bio-fermentation des biomasse, en utilisant des plans expériences en mettant en lumière tous les facteurs affectant l'interaction. Où nous avons utilisé deux types de substrats (dattes, fruits de Washingtonia) en plus d'un mélange entre eux.

Dans cette étude, le programme Design-Expert 7.0 nous a aidés à lier les facteurs pour chaque expérience en incluant le type de piliers et le minimum et le plus grand pour chacun d'eux, l'ordre était le suivant :

- Type de substrats : (dattes, fruits de Washingtonia, mélanges)
- Dose de substrats:(20 g/L---200 g/L)
- Quantité de levure :(0.5 g/100ml --- 2 g/100ml)
- Temps de fermentation :(2 j --- 4 j)
- Température :(25 °C--- 40 °C)

Les résultats du programme nous ont donné 16 expériences pour chaque type de pilier, soit au total 48 expériences.

Sur la base des résultats obtenus, nous avons pu déterminer les conditions optimales pour la production de bioéthanol à partir des substrats suivants (dattes, fruits de Washington et mélanges), avec des degrés d'alcool élevés, où les différentes conditions ont donné les résultats suivants : (fruits de Washington = 89,9882 ° C ; mélange = 90,0590 °C dattes = 92, 6446 °C). Parmi ces trois expériences, les résultats des facteurs ont montré que les conditions optimales pour la production du plus haut grade d'alcool pour le bioéthanol étaient dans le substrat datte, qui a été soumise aux conditions suivantes : (dose = 200 g/L); (temps = 2 jrs) ; (température = 40°C); (Levure = 2g/100ml).

L'utilisation du plan factorielle pour améliorer la production d'éthanol a montré que les conditions optimales sont la température 40°C, la concentration en substrat 200 g, pour une période d'incubation de jours 2 avec la différence de quantité de levure.

Enfin, après la rectification finale du bioéthanol produit à partir de chaque substrat, nous avons obtenu un bioéthanol de bonne qualité (volatil, inflammable, limpide et possédant une odeur piquante) et qui possède les propriétés suivantes : degrés d'alcool de 93° et un indice de réfraction de 1,361. Le test d'inflammabilité et l'analyse par spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier (IRTF) ont confirmé la bonne qualité du bioéthanol produit. L'analyse par spectroscopie infrarouge (IRTF) des trois échantillons de bioéthanol (Dattes, Fruits de washingtonia et Mélanges) a montré la similarité des différents spectres ainsi que l'existence des groupements fonctionnels qui caractérise le bioéthanol :

- Groupement —OH (3327 cm-1) ;
- Groupement C—O (1270-1046cm-1) ;
- Groupement C—H (2973-1) ;

Enfin, résultats ont montré que l'utilisation de l'application expérimentale n'a pas aidé dans l'étude, et cela a été expliqué par l'hypothèse d'inadéquation du modèle utilisé (niveau factoriel 2ⁿ), ainsi que le domaine des facteurs étudiés, et donc l'utilisation de la méthode classique a été recourue afin de déterminer les conditions idéales.

En terme de perspective et dans le but de compléter ce travail dans l'avenir, il serait intéressant de :

- Conduire l'optimisation en utilisant une biomasse facile à utiliser et largement disponible pour faciliter l'étude, En raison des difficultés que nous avons rencontrées pour traiter les fruits de Washingtonia.
- Menant cette étude sur une période plus longue pour pouvoir observer l'évolution des facteurs étudiés pendant et après la fermentation.
- Se concentrant sur la répétition des expériences qui ont donné le meilleur degré d'alcool afin d'étudier le volume de bioéthanol produite dans 1 litre d'eau.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

Introduction générale

- [1] Hansen, J., et al. (2005), Earth's energy imbalance: Confirmation and implications, *Science*, 308, 1431 – 1435, doi:10.1126/science.1110252.
- [2] Licht, F. O., & Agra, C. E. A. S. (2007). *World biodiesel markets: The outlook to 2010*. Agra Informa Ltd, Kent, United Kingdom, 200.
- [3] Timilsina, G. R., & Shrestha, A. (2011). How much hope should we have for biofuels?. *Energy*, 36(4), 2055-2069.
- [4] Munier P., 1973. *Le palmier Dattier*, p. 31-32-141.

CHAPITRE I: Synthèses Et Bibliographiques

- [1] GOUPY Jacques «Introduction aux Plans d'expériences». Dunod. Paris. 303 pages. (2001).
- [2] M. M. Chaabouni, H. F. Ayedi, A. Kamoun, Plans d'expériences et traitements de surface - Étude quantitative des effets et interactions, Paris 2012.
- [3] Jean-Michel B, (2004). *Gestion des déchets*. 3^{éd}. DUNOD, Paris : Pp.448.
- [4] Société Chimique de France (SCF) : <http://www.societechimiquedefrance.fr/ethanol>
- [5] American Chemical Society (ACS) : <https://www.acs.org/content/acs/en/molecule-of-the-week>
- [6] BNDES/CGEE Coord., 2008, *Bioéthanol de canne à sucre .livre énergie pour le développement durable*, Rio de Janeiro, BNDES-CGEE.1^{ere} édition ,316 pages.
- [7] Bounoua F, (2017). *Production de bioéthanol à partir des déchets de l'industrie detransformation de pomme de terre*, Université M'HAMED BOUGARA Boumerdès. Soutenuue: Juillet 2017, Pp, 20-26.
- [8] DjeddouSouhaib ; Fkair Mouhamed Ayoub ; *bioconversion lignocellulosique pour la Production de bioetanol de douxiémé génération à partire des epluchure de l'espécessalanumtubersoum et de punicagranatum*, memoire 2016/2017.
- [9] Demirbas, A., 2005. Estimating of structural composition of wood and non-wood biomass samples. *Energy sources*. 27: 761-7.

- [10] Mohan, D., Pittman. C. U., Steele, P. H., 2006. Pyrolysis of wood/biomass for bio-oil : a critical review. *Energy fuels*. 20: 848 – 89.
- [11] Balat, M., Balat, H., 2008. Progress in bioethanol processing. *Progr. Energy combust. Sci.* 34: 551 –573.
- [12] <https://parlonssciences.ca/ressources-pedagogiques/les-stim-encontexte/biocarburants-des-sources-denergie-de-remplacement>
- [13] P. colonna, la chimie verte .Ed TEC et DOC. Paris : la voisier,2006.532p.
- [14] Touzi A., Azbbès N., 1988. Avant-projet de Réalisation d'Unité de Production de Bioalcool, Rapport Intern, Lab. Biotech, Dans les Wilayas de Biskra, Adrar et Ghardaïa, Algérie. 56pages.
- [15] Oucif K, (2017). Mise en valeur des dérivés de dattes de la région d'Oued Souf pour la production de bioéthanol. Thèse de doctorat. Université KasdiMerbah Ouargla. Soutenuel: 16/05/2017 :1-81p.
- [16] Contribution à l'étude de la microflore des dattes conservées par des méthodes traditionnelles (Btana), et valorisation des dattes de faible valeur marchande soutenue :Thèse de doctorat. Université d'Oran 1 Ahmed Ben Bella. Soutenu le 28 Juin 2017: Pp, 1-106.
- [17] Akbi A, 2016. Le potentiel algérien en bio énergies. *Revue des EnergiesRenouvelables*,no14, 120-122.
- [18] Barchmann H., le potentiel de la biomasse dans les pays méditerranéens.
- [19] Djerbi M., 1994. Précis de phoeniciculture. FAO, 192 p.
- [20] Munier P., 1973. Le palmier Dattier, p. 31-32-141.
- [21] Bousdira K., 2007 : Contribution à la connaissance de la biodiversité du palmier dattier pour une meilleure gestion et une valorisation de la biomasse : caractérisation morphologique et biochimique des dattes des cultivars les plus connus de la qualité.Mémoire de Magistère, Université de Boumerdes, pp. 1-5.
- [22] (Jane et coll., 2013).
- [23] Si Bennasseur A., 2000 : Référentiel pour la conduite technique de palmier dattier (phoenix dactylifera L), p.102.
- [24] Essai d'Incorporation de la Poudre de Datte Obtenue par Séchage dans une Formulation Alimentaire (Madeleine).
- [25] Bourat G., 1992. Propriétés des micro-organismes, traité génie des procédés. *Journal de technique de l'ingénieur*, PARIS .Volume 6.

- [26] <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/chimie-fermentation-alcoolique-19261/>
- [27] Ben Brahim Z, (2012). Production de l'éthanol par bio-fermentation des dérivés des dattes. Pp7.
- [28] <http://www.zysman-colman.com/courses/chm302/Distillation.pdf>.
- [29] Boulal A., (2017a): Contribution à 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.
- [30] Bougherda F. Z, Kebir O.E, (2013). Étude comparative du rendement du bioéthanol de deux variétés de dattes communes de faible valeur commerciale (TeggazaetLebghel) de la région d'Adrar, université Houari Boumediène, pp16.
- [31] Gervais, M.-J., & Chagnon, F. (2010). Modélisation des déterminants et des retombées de l'application des connaissances issues de la recherche psychosociale: Fonds de recherche sur la société et la culture Québec.
- [32] J.J. Rousselle, Thèse de doctorat. Les contours actifs, une méthode de segmentation application à l'imagerie médicale. Université François Robelais, 2003.
- [33] J. Goupy, Plan d'expériences pour surface de réponse, Ed Dunond, Paris, 1999.
- [34] J. J. Dreesbeke, J. Fine, G. Saporta, Plans d'expériences: applications à l'entreprise. Editions TECHNIP, 1997.
- [35] J. Goupy, Etude comparative de divers plans d'expériences, Revue statistiques appliquées. 1990, tome 38, N°4, 5-44. http://www.numdam.org/item?id=RSA_38450
- [36] <https://support.minitab.com/fr-fr/minitab/18/getting-started/designing-an-experiment/>

CHAPITRE II: Matériels Et Méthodes

- [1] A.O.A.C. (1990) Official Methods of Analysis. 15th Edition, Association of Official Analytical Chemist, Washington DC.
- [2] AFNOR., (1974). Norme française homologuée; produits dérivés de fruits et légumes. AFNOR, Tour Europe, Paris Cedex 7.
- [3] Ould El Hadj M.D,(2001). Etude Comparative de la Productivité d'Alcool Brut de Dattes selon les Variétés. Recherche Agronomique, Institut National de la Recherche Agronomique, Algérie(INRAA), Vol 9 : Pp, 91–99.
- [4] Linden G., Lorient D., 1994 : Biochimie agro-industrielle. Ed Masson. Barcelone, Milan, Paris, p.148.

- [5] Boulal A, Kihal M, Khelifi Ch, Benali B, (2017b). Generation of bioethanol from common date byproducts, "Teggaza and Lebghel" in Southern Algeria. African Journal of Biotechnology. Vol. 16(1): Pp, 41-50.
- [6] Lensari F, Edjekouane M. (2020). Production d'un biocarburant par conversion d'une ressource naturelle locale au niveau de l'université d'Adrar, Université Ahmed Draïa Adrar.
- [7] Idire A. (2016). Utilisation des noyaux de dattes pour l'alimentation des ions Fe²⁺ en solution aqueuse. Tizi-Ouzou : Université de Mouloud Mammeri, Pp, 49.

CHAPITRE III: Résultats Et Discussions

- [1] Soltani H., 2007. Etude comparative de la composition biochimique de trois types d'extrait de dattes: Datte molle "Ghars", Demi-molle "Deglet-Nour" et Sèche "MecDegla". Mémoire d'Ingénieur. Département d'Agronomie. Batna, 57 p.
- [2] Lensari F, Edjekouane M. (2020). Production d'un biocarburant par conversion d'une ressource naturelle locale au niveau de l'université d'Adrar, Université Ahmed Draïa Adrar.
- [3] AL-FARSI, M., ALASALVAR, C., MORRIS, A., BARON, M., SHAHIDI, F.,(2005). Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, caroténoids, and phenolics of three native fresh and sundried date (Phoenix dactylifera L.) Varieties grown in Oman. J. Agric. Food Chem. 53: 7592- 7599.
- [4] Djoudi, i. (2013). Contribution à l'identification et à la caractérisation de quelques accessions du palmier dattier (Phoenix Dactylifera.L) dans la région de Biskra, (Doctoral dissertation, Université Mohamed Khider Biskra).
- [5] Noui Y., 2007. Caractérisation physico-chimique comparative des deux principaux tissus constitutifs de la pulpe de datte Mech-Degla. Mémoire de Magister. Option : Technologie Alimentaire, Université de Boumerdes.
- [6] Chniti, S. (2015). Optimisation de la bioproduction d'éthanol par valorisation des refus de l'industrie de conditionnement des dattes (Doctoral dissertation, Université Rennes 1).

- [7] Khalil, K. E., Hafez, N. E., & Ahmed, E. Y. (2002). Production, evaluation and utilization of date syrup concentrate, Dabis. Egyptian Journal of Food Science (Egypt). J . Food Sci, 30, 2, pp 179-203.
- [8] AHMED I.A., AHMED, A.W.K., ROBINSON, R.K., (1995). Chemical composition of date varieties as influenced by the stage of ripening. Food Chemistry, 54: 305-309.
- [9] YOUSSEF, M.K.E., EL-GEDDAWY, M.N. EL-RIFY ET B.R. RAMADAN., (1992). Study of amino acid, organic acid and free sugar composition of new valley dattes and certain date products. Acta Alimentaria, 21, 3: 325-335.
- [10] Meligi M. A., Sourial G. F., 1982. Fruit quality and general evaluation of some Iraqi date palm cultivars grown under conditions of barrage region,” Ed: First symposium on the date palm, Saudi-Arabia, 23-25 March. 212-220.
- [11] AHMED I.A., AHMED, A.W.K., ROBINSON, R.K., (1995). Chemical composition of date varieties as influenced by the stage of ripening. Food Chemistry, 54: 305-309.
- [12] Al-Shahib, W. and Marshall, R.J. (2003) The Fruit of the Date Palm: Its Possible Use as the Best Food for the Future. International Journal of Food Science and Nutrition, 54, 247-259.
- [13] Armenta-Méndez, L., Ortega-Nieblas, M. M., Gallo-Reynoso, J. P., Gardea, A. A., Wilder, B., González-Aguilar, G., & Preciado-Saldaña, A. M. (2019). Proximal chemical analysis and secondary metabolites in *Washingtonia robusta* fruit (Arecaceae): relevance for the feeding of wildlife and human. Botanical Sciences, 97(2), 155-166.
- [14] MILLA, A., DAOUDI-HACINI, S., VOISIN, J. F., & DOUMANDJI, S. (2011). Caractéristiques biochimiques de quelques espèces de fruits charnus communes dans le Sahel algérois recherchées par les oiseaux frugivores. Algerian Journal of Arid Environment “AJAE”, 1(1), 10-10.
- [15] Chibi, S., & El-Hadi, D. (2018). LA BIO-PRODUCTION DE L'ÉTHANOL À PARTIR DE DECHETS DE DATTES: EFFET DE L'INCORPORATION DES CENDRES DU NOYAU DE DEGLET–NOUR SUR LE RENDEMENT. Agrobiologia, 8(1), 685-694.
- [16] Yaser Hassan Dewir (2019), Mohammed Elsayed El-Mahrouk, Mayada Kadry Seliem, Hosakatte Niranjana Murth. « Bioactive Compounds of California Fan Palm *Washingtonia filifera* (Linden ex André) H. Wendl. ex de Bary ».

- [17] BARREVELD, W. H., (1993). Date palm products. Agricultural Services Bulletin. N° 101. FAO, Rome, Italy.
- [18] Belguedj M. 2002. Caractéristiques des cultivars de dattes dans les palmeraies du Sud-Est Algérien. ISSN 1112- 3478 Revue Annuelle N° 01/2002.
- [19] Benflis, S. (2006). Caractéristiques biochimiques de l' extrait de datte variété sèche «Mech-Degla». Mémoire d' ingénieur. Département d' agronomie. Batna, 49.
- [20] HALOUADJI, M. LIMAM, Z. (2016). Caractéristiques physicochimiques et organoleptiques de quelques variétés de dattes consommées dans la région d'Adrar (Sud-ouest d'Algérie), Master Académique, Université Kasdi Merbah Ouargla.
- [21] Boutouata, A. Amroune, O. (2016). Possibilité de fabrication d'un jus naturel diététique à base de sirop de datte et jus de grenade et détermination de sa qualité, Département de Biologie Appliquée, Université de Larbi Tébessi –Tébessa.
- [22] Dawson V H W., 1963. Récolte et conditionnement des dattes. FAO ROME
- [23] Nwaga, D., Omoloko, C., Kouam, E., & Wu, J. (2009). Optimisation de la production d'éthanol par les techniques d'hydrolyse de l'amidon de manioc et la fermentation de la levure de bière (*Saccharomyces cerevisiae*). Journal of the Cameroon Academy of Sciences, 8(1), 3-10.
- [24] Tafoukt-Boulous, D. (2016). Suivi de réactions biochimiques par calorimétrie en vue de la production de biocarburants de 2ème génération (Doctoral dissertation, Aix Marseille).
- [25] H. K. H. Elokaidi, "Dates and confectionery product," FAO. Rome, 1987.
- [26] Nwaga, D., Omoloko, C., Kouam, E., & Wu, J. (2009). Optimisation de la production d'éthanol par les techniques d'hydrolyse de l'amidon de manioc et la fermentation de la levure de bière (*Saccharomyces cerevisiae*). Journal of the Cameroon Academy of Sciences, 8(1), 3-10.
- [27] AMMAR, M., MESSAOUDI, F. Z., BOULAL, A., & HADRI, K. (2020). Contribution à l'étude de la valorisation énergétique des fruits de *Balanites aegyptiaca* dans la région d'Adrar (Doctoral dissertation, universite Ahmed Draia-ADRAR).
- [28] Boulal A, Benali B, Moulai M et Touzi A, (2010). Transformation des déchets de dattes de la région d'Adrar en bioéthanol. Rev. Energ. Ren, CDER. 13(3):455-463.

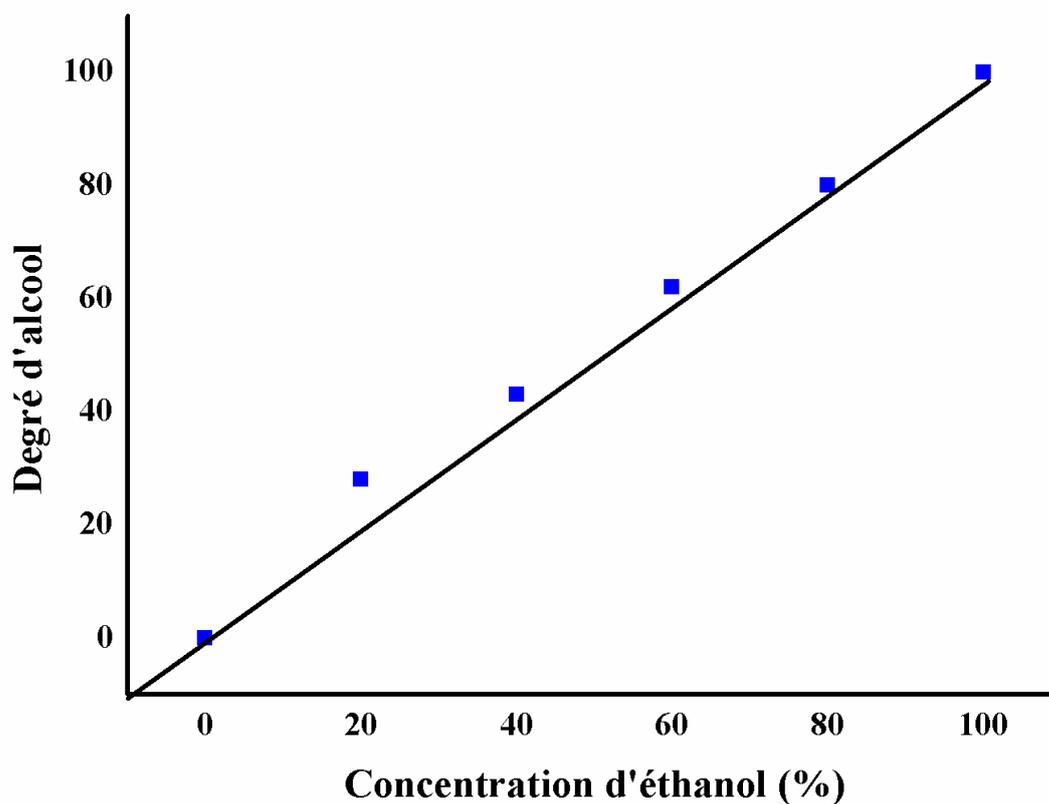
- [29] Torija, M. J., Beltran, G., Novo, M., Poblet, M., Guillamón, J. M., Mas, A., & Rozes, N. (2003). Effects of fermentation temperature and *Saccharomyces* species on the cell fatty acid composition and presence of volatile compounds in wine. *International journal of food microbiology*, 85(1-2), 127-136.
- [30] Aldiguier A. S., Alfenore S., Cameleyre X., Goma G., Uribelarrea J. L., Guillouet S. E. & Molina-Jouve C. (2004). Synergistic temperature and ethanol effect on *Saccharomyces cerevisiae* dynamic behaviour in ethanol bio-fuel production. *Bioprocess Biosyst Eng*, 26: 217-222.
- [31] Beney, L., Marechal, P., Gervais, P. 2001 (b). Coupling effects of osmotic pressure and temperature on the viability of *Saccharomyces cerevisiae*. *Applied Microbiology and Biotechnology*.
- [32] OUCIF, K. 2017. Mise en valeur des dérivés de dattes de la région d'Oued Souf pour la production de bioéthanol (Doctorat en sciences, Université Kasdi Merbah Ouargla).

ANNEXES

Annexe I : Degré d'alcool.

Degré d'alcool correspondre pour chaque teneur volumique en éthanol %.

Concentration d'éthanol %	Degré d'alcool
0%	0
20%	28
40%	43
60%	62
80%	80
100%	100

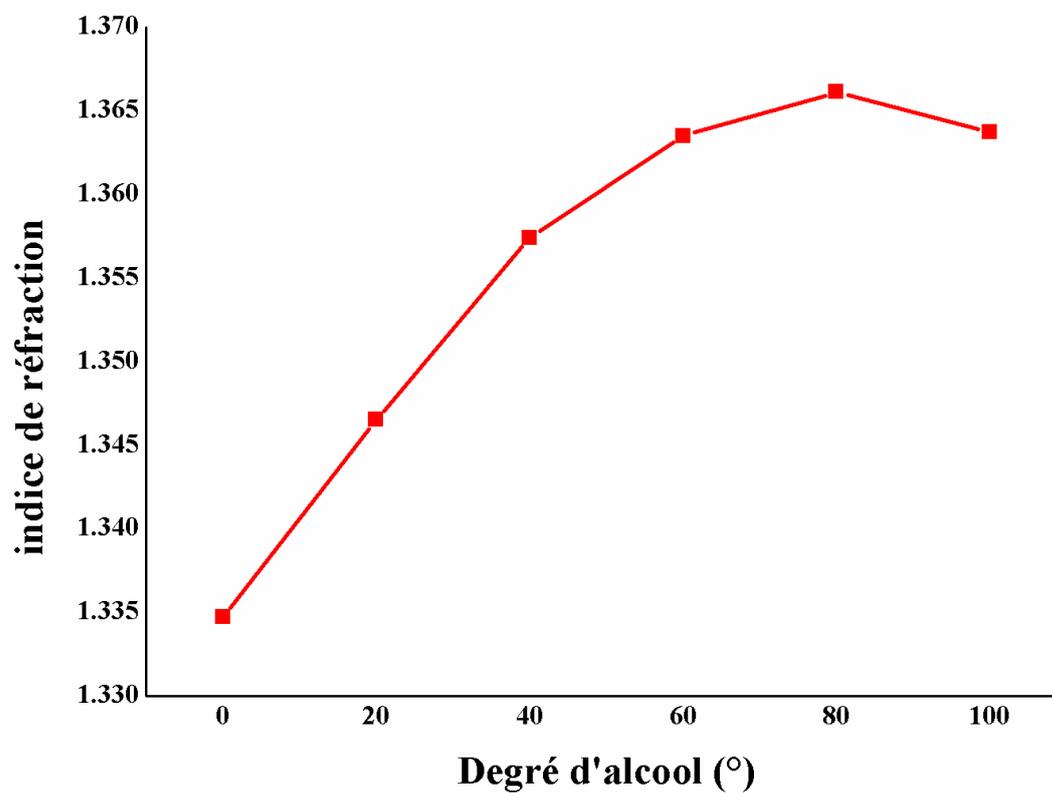


Courbe degré d'alcool en fonction de concentration d'éthanol (% volumique).

Annexe II : Indice de réfraction.

L'indice de réfraction correspond pour chaque teneur volumique en éthanol %.

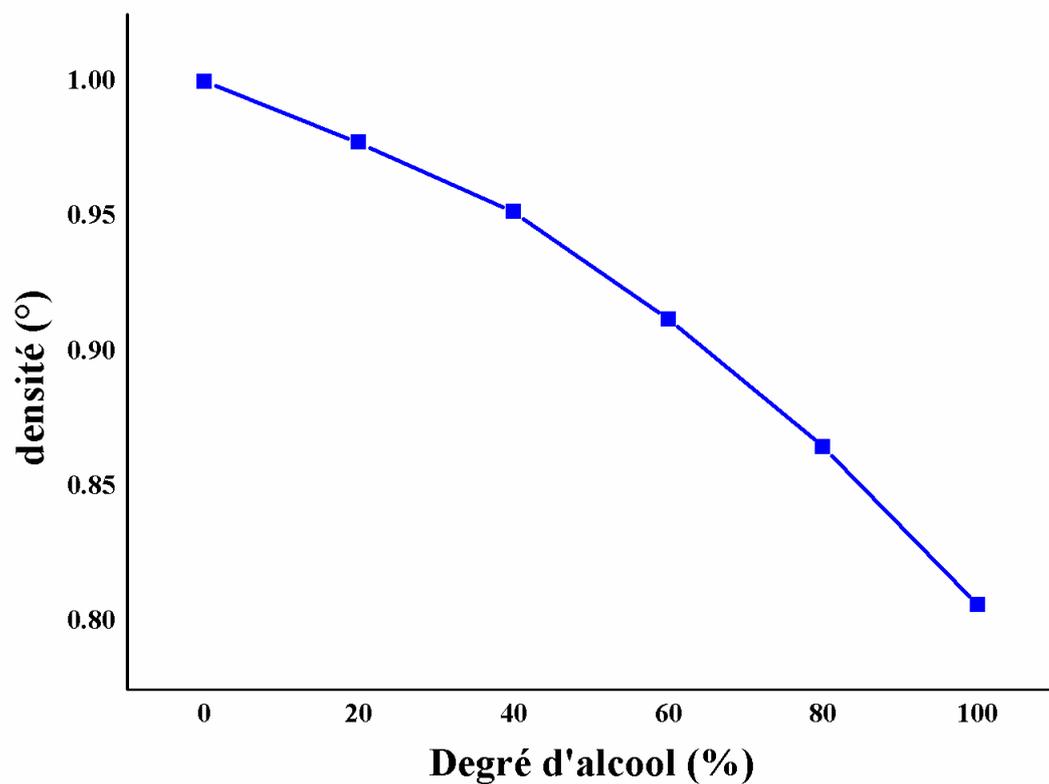
Degré d'alcool	Indice de réfraction
0	1.3347
28	1.34645
43	1.3574
62	1.36345
80	1.3661
100	1.363



Courbe d'indice de réfraction en fonction de degré d'alcool (°).

Annexe III : Dosage alcoolique.

Degré d'alcool	Densité
0	1
28	0.9773
43	0.9517
62	0.9120
80	0.8648
100	0.8062



Courbe de densité en fonction de degré d'alcool (°).

Annexe IV : Densité des expériences.

La densité des 48 expériences en fonction de l'indice de réfraction

Expérience	Dattes	Mélange	F.W
1	18.1582	71.9599	76.9540
2	18.8665	18.8666	19.2562
3	15.2892	10.8264	11.5702
4	71.5702	73.8725	30.3424
5	21.9480	21.4522	10.1889
6	74.7934	59.4215	78.4770
7	18.2999	14.7580	2.9634
8	76.2101	74.6871	75.2810
9	72.3495	70.7556	77.7332
10	54.7462	58.5006	51.5230
11	18.1228	16.4935	11.0390
12	22.5856	19.9292	18.1582
13	13.7308	11.6765	10.9681
14	20.6375	18.4416	10.0118
15	61.6529	74.7580	74.5809
16	69.9410	76.0685	73.8371

Les expériences qui donnés un haut degré d'alcool pour chaque substrat

- Dattes : expérience 8;
- Mélange : expérience 16;
- Fruits de washingtonia : expérience 6.

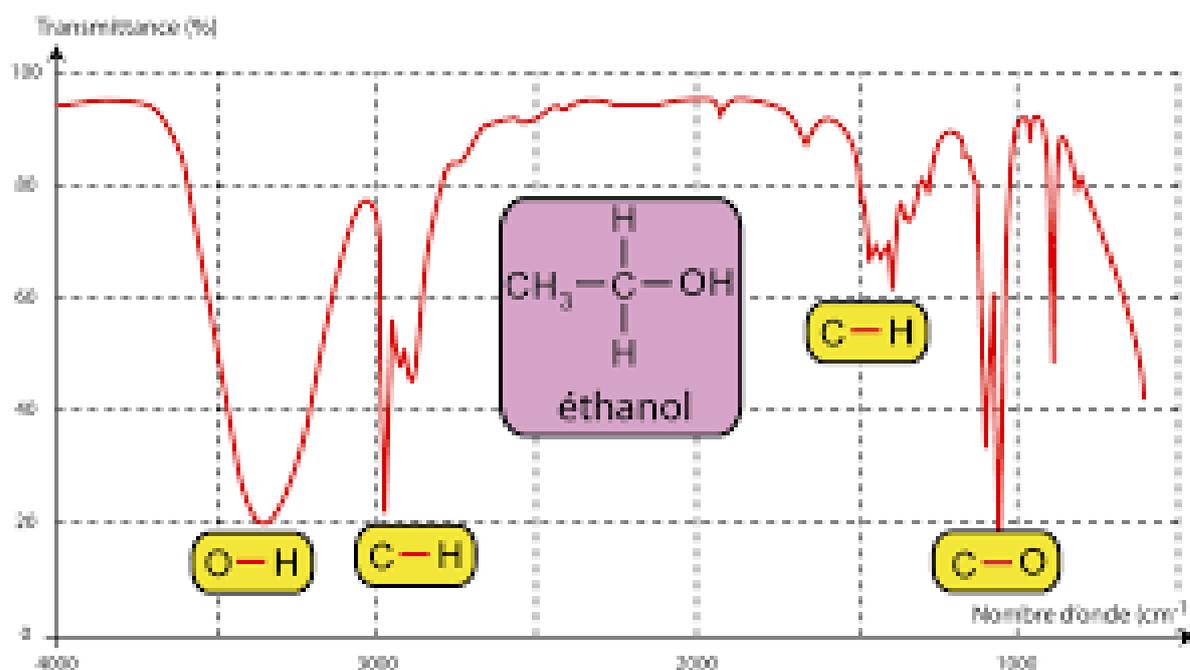
Annexe V : Les conditions optimales

Conditions pour des expériences réussies dans le tableau suivant:

Paramètre	Dosage de substrat (g)	Temps (jrs)	Température (°C)	quantité de levure (g)
Dattes	200	4	40	2
Mélange	200	2	40	0.5
F.W	200	4	25	2

Annexe VI : Spectre d'IRTF d'éthanol

Spectre d'IRTF de l'éthanol commercial



Spectre d'Infra-rouge d'éthanol commercial (<http://prophychi.free.fr/ts/cours/c3.php>).

Annexe VII : Tableau de groupements correspondant à la vibration de valence.

Vibrations des bandes (cm ⁻¹)	Groupement	Composé
3397,90	O-H	Alcool
3367,05	O-H	
2975,57	C-H	Alcane
2917,72	N-H	Amine
2896,51	C-H	Aldéhyde
1648,81	C=C	Alcène
1631,45	N-H	Amine
1421,25	N-O	Composé Nitro
1382,68	C-OH	Alcoolprimaire
1085,79	C-O	
1056,78	C-O	Ester
1045,21	C-O	
779,08	C-H	Alcane
631,66	C-X	Chloroalcanes

Annexe VIII : Présentation de l'interface du programme Design-Expert7.0

		Number of Factors															
		2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Runs	4	2 ²	2 ³⁻¹ _{III}														
	8		2 ³	2 ⁴⁻¹ _{IV}	2 ⁵⁻² _{III}	2 ⁶⁻³ _{III}	2 ⁷⁻⁴ _{III}										
	16			2 ⁴	2 ⁵⁻¹ _V	2 ⁶⁻² _{IV}	2 ⁷⁻³ _{IV}	2 ⁸⁻⁴ _{IV}	2 ⁹⁻⁵ _{III}	2 ¹⁰⁻⁶ _{III}	2 ¹¹⁻⁷ _{III}	2 ¹²⁻⁸ _{III}	2 ¹³⁻⁹ _{III}	2 ¹⁴⁻¹⁰ _{III}	2 ¹⁵⁻¹¹ _{III}		
	32				2 ⁵	2 ⁶⁻¹ _{VI}	2 ⁷⁻² _{IV}	2 ⁸⁻³ _{IV}	2 ⁹⁻⁴ _{IV}	2 ¹⁰⁻⁵ _{IV}	2 ¹¹⁻⁶ _{IV}	2 ¹²⁻⁷ _{IV}	2 ¹³⁻⁸ _{IV}	2 ¹⁴⁻⁹ _{IV}	2 ¹⁵⁻¹⁰ _{IV}	2 ¹⁶⁻¹¹ _{IV}	2 ¹⁷⁻¹² _{III}
	64					2 ⁶	2 ⁷⁻¹ _{VII}	2 ⁸⁻² _V	2 ⁹⁻³ _{IV}	2 ¹⁰⁻⁴ _{IV}	2 ¹¹⁻⁵ _{IV}	2 ¹²⁻⁶ _{IV}	2 ¹³⁻⁷ _{IV}	2 ¹⁴⁻⁸ _{IV}	2 ¹⁵⁻⁹ _{IV}	2 ¹⁶⁻¹⁰ _{IV}	2 ¹⁷⁻¹¹ _{IV}
	128						2 ⁷	2 ⁸⁻¹ _{VIII}	2 ⁹⁻² _{VI}	2 ¹⁰⁻³ _V	2 ¹¹⁻⁴ _V	2 ¹²⁻⁵ _{IV}	2 ¹³⁻⁶ _{IV}	2 ¹⁴⁻⁷ _{IV}	2 ¹⁵⁻⁸ _{IV}	2 ¹⁶⁻⁹ _{IV}	2 ¹⁷⁻¹⁰ _{IV}
	256							2 ⁸	2 ⁹⁻¹ _{IX}	2 ¹⁰⁻² _{VI}	2 ¹¹⁻³ _{VI}	2 ¹²⁻⁴ _{VI}	2 ¹³⁻⁵ _V	2 ¹⁴⁻⁶ _V	2 ¹⁵⁻⁷ _V	2 ¹⁶⁻⁸ _V	2 ¹⁷⁻⁹ _V
	512								2 ⁹	2 ¹⁰⁻¹ _X	2 ¹¹⁻² _{VII}	2 ¹²⁻³ _{VI}	2 ¹³⁻⁴ _{VI}	2 ¹⁴⁻⁵ _{VI}	2 ¹⁵⁻⁶ _{VI}	2 ¹⁶⁻⁷ _{VI}	2 ¹⁷⁻⁸ _{VI}

Replicates: 1 Blocks: 1 Center points per block: 0 Show Generators:

Cancel Continue >>

