

UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA

Faculté des Sciences et de la Technologie et Sciences de la matière

Département de Génie des Procédés



MASTER ACADEMIQUE

Domaine Sciences et Technique

Filière Génie des Procédés

Spécialité Analyse et Contrôle de Qualité

Présenté Par :

- IMENE Guesmia
- AMINA Bouzar Essaidi

Thème

**Contrôle de la qualité de biodiesel synthétisé à partir
d'huile d'arachide**

Soutenue publiquement le : 26 /06/2013

Devant le jury composé de :

Mr. SEGNI Ladjel	Pr.	Examineur	UKM Ouargla
Mr. SIBOUKER Hicham	MA(B)	Examineur	UKM Ouargla
M^{elle}. ZIGHMI Souad	MA (A)	Encadreur	UKM Ouargla

Année Universitaire : 2012 /2013

Résumé:

Ce travail de fin d'études consiste à faire un contrôle de qualité des biodiesels. Ces derniers sont synthétisés à partir d'huile d'Arachide. En premier lieu, on a réalisée une extraction d'huile d'arachide par le moyen d'un soxhlet en utilisant le n-hexane comme solvant, les caractéristiques des huiles (pH, indice d'acide,...) ont été déterminées aussi. Dans la seconde étape, une réaction de tranestérification a été faite, cette réaction nous a permet d'obtenir des esters d'huiles, autrement dit, des biodiesels, les caractéristiques de ces derniers ont été aussi déterminées. En fin de ce travail, nous avons faire une comparaison entre nos biodiesels avec les normes.

Mots clés: Biodiesel, Huile d'Arachide, Extraction, Transestérification.

Abstract:

This final work is to study the quality control of biodiesel. These are synthesized from Peanut oil. First, we made a peanut oil extraction by means of a Soxhlet using n-hexane as a solvent, the characteristics of the oils (pH, acid value, ...) were also determined. In the second step, a reaction tranestérification was made, this reaction allows us to obtain ester oils, biodiesels, the characteristics of these were also determined.

Keywords: Biodiesel Oil, Groundnut Extraction, Transesterification

المخلص:

هذا العمل النهائي يتلخص في دراسة مراقبة و جودة الوقود الحيوي. أولاً قمنا باستخراج زيت الفول السوداني باستخدام الهكسان العادي كمذيب، كما تم تحديد خصائص الزيوت (درجة الحموضة، وقيمة حامض، ...). في الخطوة الثانية، تمت عملية الاسترة و هذا التفاعل الاخير يسمح لنا بالحصول على الاستر ومن جهة اخرى نستطيع القول بأن الوقود الحيوي تم تحديد خواصه. و في الاخير هذا العمل يسمح لنا بالمقارنة بين الوقود الحيوي المحضر و بين المواصفات العالمية. **كلمات البحث:** وقود الديزل الحيوي، زيت الفول السوداني، الاستخلاص الأسترة.



Remerciements

*En premier lieu, nous tenons à remercier notre dieu,
qui nous a donné la force pour accomplir ce travail.*

*Nous adressons nos sincères remerciements à notre
promoteur consultant « Mlle: Zighmi » pour nous
avoir dirigé tout au long de ce travail, son aide et ses
conseils qui nous ont été très précieux.*

*Nous présentons nos chaleureux remerciements à
notre enseignant « PR: Segni Laadjel » pour ses
compréhensions leur aides, et orientation durant
notre travail.*

*Nos derniers remerciements et ce ne sont pas les
moindres, vont à tous ceux qui ont participé de près ou
de loin pour l'aboutissement de ce travail*

Imene & Amina



DEDICACE



Ce modeste travail est dédié à:

Mes parents qui ont été les bougies allumant mon chemin vers la réussite; pour leur bonté, leur générosité et encouragement.

Mes sœurs : Asma ; Meriem ; Safia.

Mon frère : Mohamed.

Ma cousine Amira

Mes amis : Karima ; Chahinez ; Sara ; Beida ; Siham ; Soumia ;

Nazim ; Hamza ; Wahid.

Mon binôme : Imene.

Tous mes oncles et tantes, et ma grande famille.

A toutes les personnes qui ont contribuées de près ou de

loin a l'élaboration de ce travail.



Amina

Sommaire

Liste des tableaux.....	III
Liste des figures.....	III
Liste d'abréviation.....	IV
Introduction générale.....	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	
I.1. Introduction.....	3
I.2. L'arachide.....	3
I.2.1. Historique.....	3
I.2.2. Définition et description.....	3
I.2.3. L'huile d'arachide.....	4
I.3. Les biocarburants.....	5
I.3.1. Définition.....	5
I.3.2. Les sources de biocarburants.....	5
I.3.3. Définition de biodiesel.....	6
I.3.4. Les avantages et les inconvénients de biocarburants.....	7
I.3.4.1. Les avantage.....	7
I.3.4.2. Les inconvénients.....	8
I.3.5. Les méthodes de production de biodiesel.....	8
Chapitre II : Méthodologie	
II.1. Historique.....	10
II.2. Définition.....	10
II.3. Mécanisme de la réaction de transestérification.....	10
II.4. But de la réaction de transestérification.....	11
II.5. Principales matières premières utilisées pour la transestérification.....	12
II.6. Principales familles de catalyseurs utilisés pour la transestérification.....	12
II.7. Les facteurs influençant de la réaction de transestérification.....	12
Chapitre III : Partie pratique	
III.1. Introduction.....	15
III.2. Préparation d'échantillon.....	15
III.3. L'extraction par soxhlet.....	16
III.3.1. Matériels utilisés.....	16
III.3.2. Caractéristiques des produits utilisés.....	17
III.3.3. L'extraction huile d'arachide.....	17
III.3.3.1. Mode d'opérateur.....	17
III.4. Résultats d'extraction.....	18
III.5. Analyse de la matière grasse extraite.....	19
III.5.1. La densité.....	20
III.5.1.1. Matériels.....	20
III.5.1.2. Mode d'opérateur.....	21
III.5.2. L'indice de réfraction.....	21
III.5.2.1. Matériels et méthodes.....	21
III.5.2.2. Mode d'opérateur.....	22
III.5.3. Le pH.....	22
III.5.3.1. Mode opératoire.....	23
III.5.4. L'indice d'acide.....	23
III.5.4.1. Matériel.....	23
III.5.4.2. Réactifs chimiques nécessaires.....	24
III.5.4.3. Mode opératoire.....	24
III.6. Analyse et discussion.....	25

III.7. La transestérification.....	26
III.7.1. Protocole de synthèse de biodiesel.....	26
III.7.1.1. Matériels utilisés.....	26
III.7.1.2. Caractéristiques des produits utilisés.....	26
III.7.1.3. Mode d’opérateur.....	26
III.7.2. Calcule le rendement de Biodiesel.....	28
III.8. Analyse par le spectrophotomètre d’infrarouge.....	29
III.8.1. Matériels et méthodes.....	29
III.8.2. Mode d’opérateur.....	30
III.9. Contrôle de qualité.....	32
III.9.1. Le point d’inflammation.....	32
III.9.1.1. Matériels et méthodes.....	32
III.9.1.2. Mode opératoire.....	32
III.10. Comparaison le biodiesel avec le diesel classique.....	33
Conclusion générale.....	35
Annexe I.....	36
Annexe II.....	40
Référence bibliographiques.....	44

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau I.1	La composition d'huile d'arachide.....	4
Tableau I.2	Les propriétés physiques d'huile d'arachide.....	5
Tableau III.1	Les résultats d'extraction.....	15
Tableau III.2	Les caractéristiques physico-chimiques d'huile d'arachide obtenue	22
Tableau III.3	Les rapports et les quantités des produits utilisés.....	25
Tableau III.4	Contrôle de qualité de biodiesel synthétisé.....	34

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Figure I.1	Plante d'arachide.....	4
Figure I.2	Technique d'obtention de biodiesel.....	7
Figure II.1	La réaction de la transestérification.....	10
Figure II.2	Mécanisme de la transestérification d'huile végétale par le méthanol catalysé par une base	11
Figure II.3	Schéma principale de la réaction de la transestérification.....	13
Figure III.1	Les étapes de préparation d'échantillon.....	15
Figure III.2	Montage d'un appareil de soxhlet.....	16
Figure III.3	Formule développée de n- hexane.....	17
Figure III.4	L'étape d'extraction et d'évaporation.....	18
Figure III.5	L'huile extraite obtenue.....	19
Figure III.6	Mesure de la densité.....	20
Figure III.7	Le réfractomètre d'EBBE.....	22
Figure III.8	Mesure de pH.....	23
Figure III.9	Mesure d'indice d'acide.....	24
Figure III.10	Synthèse, décantation, purification de biodiesel.....	27
Figure III.11	Le biodiesel obtenu par les trois voies.....	28
Figure III.12	L'appareil de spectrophotomètre IR-408.....	30
Figure III.13	Analyse par le spectrophomètre IR-408.....	30
Figure III.14	Spectre d'IR par obtenu par la voie externe.....	31
Figure III.15	Spectre d'IR obtenu par la voie interne.....	31
Figure III.16	Dispositif de mesure de point d'auto inflammation.....	34

Liste d'abréviation

PCI	La capacité calorifique inférieure.
d²⁰	La densité à T 20°C.
n²⁰	L'indice de réfraction à T 20 °C.
pH	Le potentiel d'hydrogène.
IA	Indice d'acide.
En 14214	Norme européenne de biodiesel.
ASTM D 6751	Norme américaine de biodiesel.

Introduction générale

Le monde a besoin d'avoir d'avantage accès à des sources d'énergies propres et renouvelables. Sa lourde dépendance envers les carburants fossiles, le bois de chauffe et le charbon de bois limite fortement son potentiel de développement économique et social, et va jusqu'à affecter sa survie.

Alors que les besoins en énergie continuent de croître très rapidement sous la pression des facteurs démographiques et de l'urbanisation, ses ressources sont de plus en plus à la traîne. Cela implique que le monde passe des sources traditionnelles d'énergie à de nouvelles, améliore les économies d'énergies, exploite le potentiel peu exploré des énergies renouvelables et réduise sa dépendance envers les carburants fossiles.

Aujourd'hui les biocarburants sont considérés comme la plus importante et la meilleure source d'énergie renouvelable, et également favorable à l'environnement. Parmi les biocarburants on trouve le biodiesel qu'il devient de plus en plus important comme alternative carburant pour les moteurs diesel. La transestérification est la technique classique de production de biodiesel.

L'objectif principal de cette étude, est faire un contrôle de qualité d'un biodiesel, synthétisé par transestérification à partir d'huile d'arachide.

Dans le but de présenter les travaux réalisés dans le cadre de ce mémoire, ce manuscrit se divise en trois chapitres :

- Dans le premier en présente une étude bibliographique qui met en relation le domaine des biocarburants, l'arachide et la transestérification.
- Le deuxième est consacrée à la présentation de la méthodologie suivi, autrement dit la technique 'Transestérification' qui est utilisée pour la synthèse de biodiesel.
- Une partie pratique où nous avons détaillé les protocoles d'extraction et de transesterification et d'analyse employés, les résultats obtenus ont été comparé à des normes internationales pour en tirer les conclusions et les recommandations nécessaires.

I. Introduction :

Avant d'entamer tout détail pratique concerne cette étude, une synthèse bibliographique est présentée dans ce premier chapitre. Cependant, l'arachide qui est la matière première utilisée dans ce travail, est décrite en premier lieu avec les caractéristiques de leur huile. En second lieu, des généralités sur les biocarburants, spécialement le biodiesel sont décrites.

I.1. L'arachide

I.1.1. Historique

L'arachide (*Arrachis hypogaea*) est originaire du bassin amazonien, probablement du Brésil. Plus de 70 espèces y ont été sélectionnées mais seulement un seul a été durablement domestique. Toutefois il semblerait qu'elle était déjà connue et très appréciée en chine depuis au moins 100 milles ans ce pays en est d'ailleurs le premier producteur mondial. Elle a été ramenée du continent américain par les espagnols et les portugais qui en auraient étendu la culture et la consommation le long des comptoirs commerciaux d'Afrique et aux philippines d'où elle est revenue pour s'installer en Amérique du nord [1].

I.1.2. Définition et description

L'arachide est une plante qui appartient à la famille des légumineuses (Figure. I.1), et non des noix, cultivée dans les régions tropicales. Elle présente la particularité d'enterrer ses fleurs après la pollinisation.

Elle se présente des gousses nervurées de 6 cm de long comme un cylindre auquel on aurait resserré la taille au centre et renfermant des grains oléagineux, de couleur blanc-crème ou jaunâtre recouverts d'une mince peau comestible. Lorsque les gousses sont sèches, elles se cassent facilement par une simple pression du pouce sur l'extrémité recourbée de la gousse. Le terme arachide désigne le fruit et la graine elle-même, également appelés cacahuète [1].

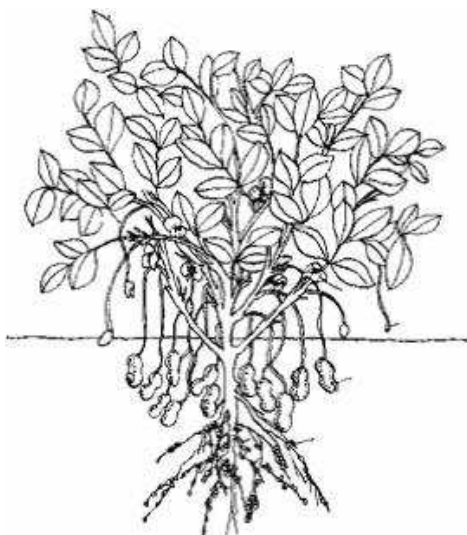


Fig. I. 1 : Plante d'arachide.

I.1.3. L'huile d'arachide

L'huile d'arachide est une huile végétale que l'on obtient par extraction des graines d'arachide par la presse, ou par extraction par solvant. Elle a une couleur variant du jaune au jaune d'or.

L'huile est neutre de goût et d'odeur, riche en acides gras mono-insaturés, et pauvres en acides gras polyinsaturés [2]. Utilisation principalement alimentaire (fritures), mais également comme excipient médicamenteux. Cette huile peut être utilisée comme un carburant à cause de ces propriétés physico-chimiques proches d'un biodiesel. Le tableau ci-dessous présente la composition d'huile d'arachide [4].

Tableau I.1 : la composition d'huile d'arachide.

Les acides gras	Type d'acide	Pourcentage%
Acides gras saturés	C16 palmitique	9
	C18 stéarique	4
Acides gras insaturés	C18:1 oléique	50
	C18:2 linoléique	30

Les propriétés physiques de l'huile d'arachide dépendent de la qualité des graines, des conditions de stockage, de la méthode d'extraction, Le tableau ci-dessous présente certaines propriétés physiques d'arachides [2].

Tableau. I.1 : les propriétés physiques d'huile d'arachide.

<i>Propriété</i>	<i>Valeur</i>
Densité (g/ml)	0.921
Viscosité à 37.8°C (mm ² /s)	41.2
Indice de cétane	41.5
Point trouble (°C)	+ 3
Point éclair (°C)	237
PCI (MJ/kg)	34.1

I.2. Les biocarburants

I.2.1. Définition

Les biocarburants sont des produits énergétiques d'origine végétale ou animale utilisés comme source d'énergie pour les moteurs des véhicules automobiles. L'expression « Biocarburant » (du grec bios, vie, vivant et du latin carbo, charbon, carbone). Le préfixe bio précise simplement que le carburant est d'origine biologique, produit au départ de matière vivante, animale ou végétale. Lorsque ces produits énergétiques sont utilisés pour le chauffage, ils sont considérés comme combustibles [3].

I.2.2. Les sources de biocarburants

On distingue trois générations de biocarburants :

1. 1ère génération

Les biocarburants de la 1ère génération se partagent principalement en deux filières, selon les deux grands types de moteurs à explosion [3 ,4].

A. la filière huile :

Cette filière est principalement basée sur le colza, mais le tournesol, l'huile de coco ou l'huile de palme peuvent également être des matières premières pour cette filière. Hors agriculture, la filière huile a également un grand potentiel par le recyclage des huiles végétales et animales usagées.

L'huile extraite des cultures oléagineuses peut, après filtration, être utilisée directement dans les moteurs diesel (mélangée au diesel ou pure). Certaines adaptations des véhicules sont nécessaires en cas de mélange au de là de 30% d'huile. L'huile peut aussi être transformée en

biodiesel par transestérification. Celui-ci est utilisé dans les moteurs diesel en mélange ou pur, généralement sans adaptations des moteurs [3].

B. la filière sucre :

Utilise principalement la betterave sucrière et le froment comme matières premières, et pourrait également utiliser la pomme de terre. Dans d'autres régions, on produit l'éthanol à partir de soja (USA) ou de canne à sucre (Brésil). Dans cette filière, c'est l'utilisation de la matière cellulosique vieux papiers, bois et déchets de bois (recyclage des palettes, résidus de scieries ...), pailles, cultures énergétiques (taillis à courtes rotations) qui présente le plus gros potentiel de production à coût réduit [3].

2. 2ème génération

Les biocarburants de deuxième génération sont obtenus à partir de biomasse sans concurrence avec l'utilisation alimentaire : paille de céréales, miscanthus, bois et résidus forestiers et cultures dédiées [3].

3. 3ème génération

Il s'agit des agro carburants à partir de micro-algues ou les Algo carburants. Les micros algues peuvent fournir différents types d'énergies renouvelables. Il s'agit notamment du méthane produit par la digestion anaérobie des algues, du biodiesel dérivé de l'huile des micro-algues [3].

I.2.3. Définition de biodiesel

Le biodiesel est un ester méthylique obtenu par réaction chimique avec un alcool léger et des matières grasses végétales ou animales [3].

Le biodiesel est un carburant renouvelable propre, a récemment été considéré en tant que meilleur candidat pour une substitution de gazole parce qu'il peut être employé dans n'importe quel moteur à allumage par compression sans le besoin de modification [4]. (Figure. I.2).

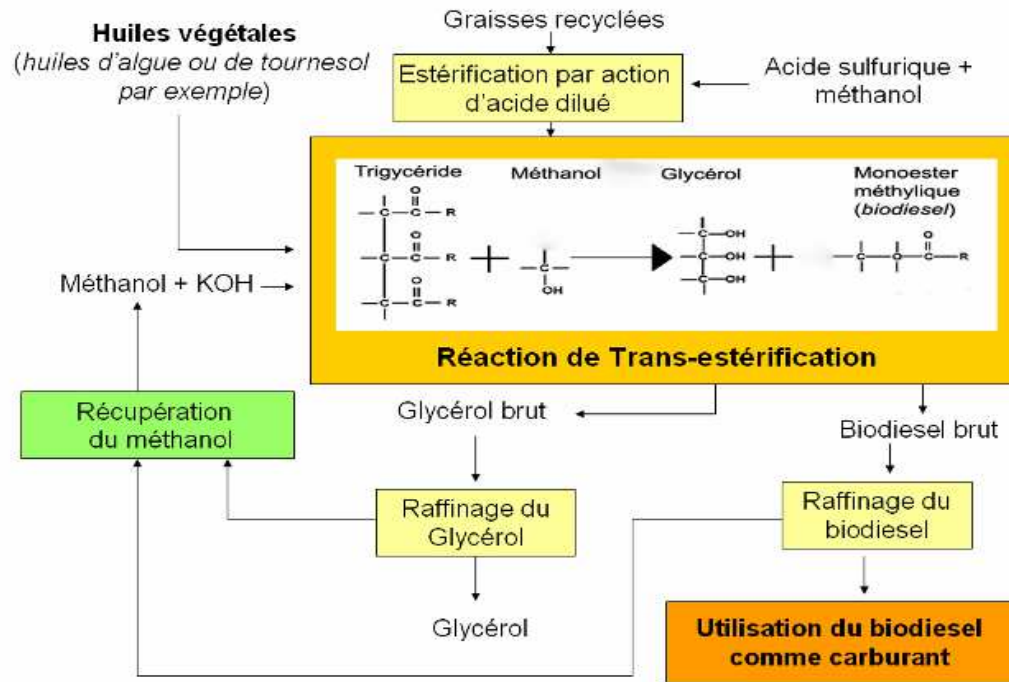


Fig. I.2 : Techniques d'obtention du biodiesel.

I.2.4. Les avantages et les inconvénients de biocarburants

I.2.4. 1. Les avantages

- ❖ **Renouvelables** : il faut des milliers d'années pour produire des combustibles fossiles tandis que la matière première des biocarburants est renouvelable beaucoup plus rapidement.
- ❖ **Sécurité** : en réduisant la dépendance sur les sources d'énergies étrangères, les pays peuvent protéger l'intégrité de leurs ressources énergétiques et se libérer des influences extérieures.
- ❖ **La stimulation économique** : les usines de fabrication de biocarburants peuvent créer de nouveaux emplois dans les zones rurales. La production de biocarburants permettra également d'augmenter la demande de cultures destinées aux biocarburants, d'où une stimulation économique de l'industrie agricole.
- ❖ **Biodégradabilité** : Les biocarburants sont facilement biodégradables et beaucoup moins dangereux à manipuler que les carburants traditionnels.
- ❖ **Faible émission de carbone** : lorsque les biocarburants sont brûlés, ils produisent significativement moins de carbone et beaucoup moins de toxine. C'est une alternative plus sûre pour préserver la qualité atmosphérique [5].

I.2.4.2. Les inconvénients

- ❖ **Production d'énergie** : Les biocarburants ont un rendement énergétique plus faible que les carburants traditionnels et nécessitent donc une plus grande quantité pour produire le même niveau d'énergie.
- ❖ **Coût élevé** : Raffiner les biocarburants pour produire de l'énergie plus efficace et construire des usines de fabrication nécessaires pour augmenter les quantités de biocarburants nécessitera un investissement initial important.
- ❖ **Les prix de l'alimentation** : Certaines cultures vivrières pourraient être utilisées pour l'alimentation et pour les biocarburants (exemple du maïs). La demande augmentant, les prix risquent de s'accroître également.
- ❖ **Disponibilité** : Les biocarburants ne sont pas encore disponibles facilement pour les consommateurs et la plupart des véhicules ne sont pas équipés pour fonctionner avec des biocarburants.
- ❖ **Odeur** : Selon le type de biocarburant, on est parfois confronté lors de la production à des odeurs indésirables [5].

I.2.4. Les méthodes de production de biodiesel

Beaucoup de travaux ont été effectués dans le but de produire des dérivés des huiles végétales ayant des propriétés et performances assez voisines de celles du diesel. On distingue quatre méthodes principales de production de dérivés d'huiles végétales [4].

- ✓ Microémulsion.
- ✓ Pyrolyse.
- ✓ Dilution.
- ✓ La transestérification.

Dans le chapitre suivant nous irons détailler la méthode de transestérification pour la production de biodiesel à partir l'huile d'arachide.

II.1. Historique

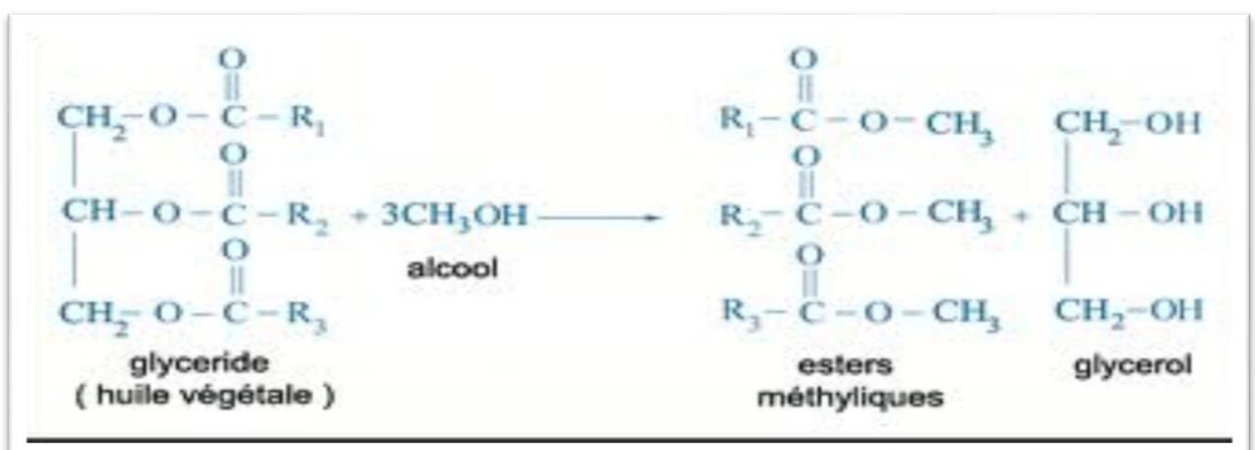
La transestérification des triglycérides n'est pas un processus nouveau. Elle date dès 1853 lorsque Patrick et Duffy ont mené cette réaction beaucoup d'années avant que le premier moteur Diesel soit fonctionnel. Cette réaction a été l'objet de recherches intensives grâce aux utilisations diverses de ces produits comprenant la synthèse des polyesters ou PET dans l'industrie des polymères, la synthèse des intermédiaires pour l'industrie pharmaceutique, le durcissement des résines dans l'industrie de peinture et dans la production du biodiesel en tant que alternatif du diesel [3].

II.2. Définition

La réaction de transestérification (alcoolyse) est une transformation d'un ester en un autre ester. La transestérification est la technique classique de production de biodiesel. Il s'agit d'un procédé dans lequel les huiles végétales, les graisses animales ou les huiles à base de micro-algues sont mélangées avec un alcool (éthanol ou méthanol) en présence d'un catalyseur base (hydroxyde de sodium NaOH ou de potassium KOH) ou d'un catalyseur acide (acide sulfurique H₂SO₄) [3].

La réaction de transestérification est présentée généralement par l'équation suivante : (Figure. II.1)

Fig. II.1: La réaction de la transestérification.



II.3. Mécanisme de la réaction de transestérification

En catalyse basique la réaction est le suivant :

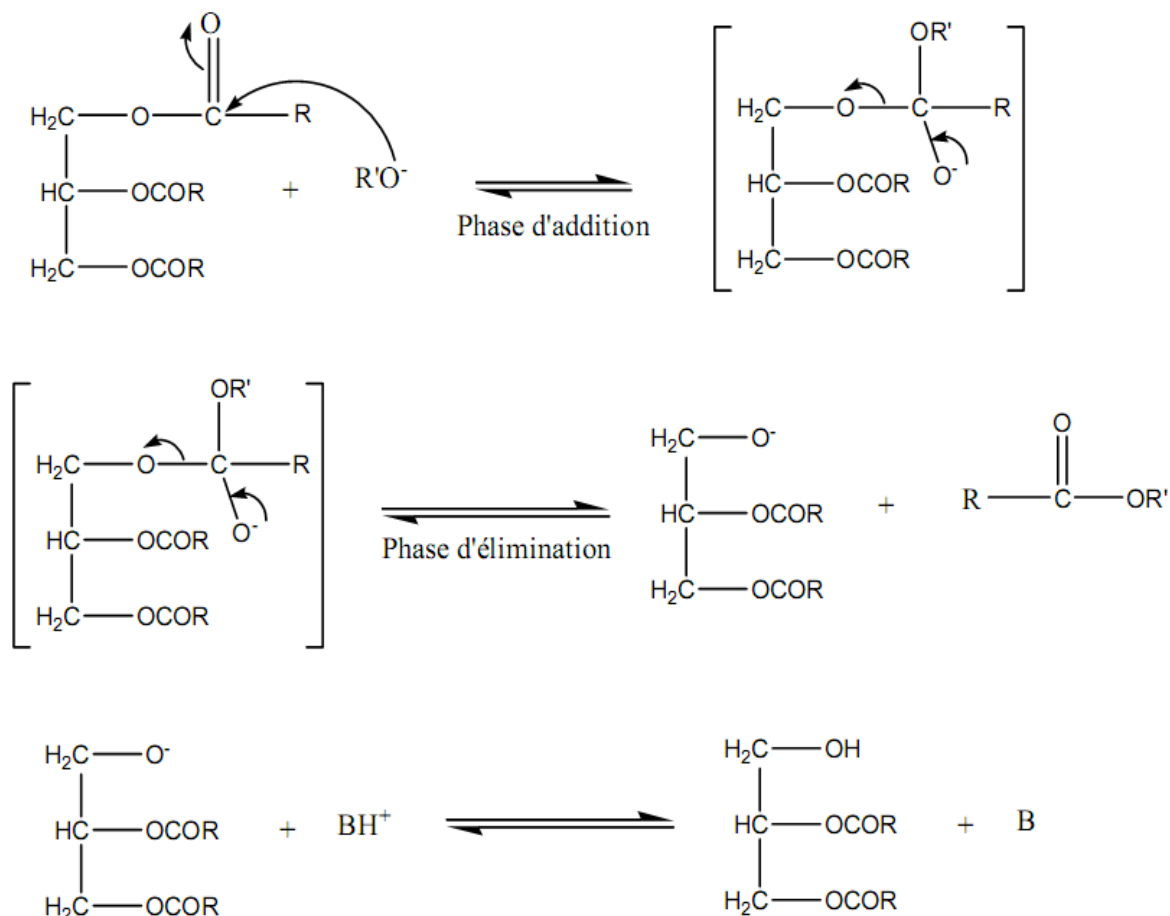


Fig. II.2 : Mécanisme de la réaction de transestérification d'huile végétale par le méthanol catalysée par une base.

Il consiste d'abord en une attaque nucléophile du carbonyle (du triglycéride) par l'anion alcoolate pour former un carbanion intermédiaire (phase d'addition). Puis, départ nucléofuge lors du rabattement du doublet de l'oxygène (phase d'élimination). L'alcoolate est régénéré dès l'apparition d'une fonction alcoolate du glycérol. Avec le NaOH , le KOH , le K_2CO_3 ou d'autres catalyseurs similaires, l'alcoxyde formé est souvent identifié comme l'espèce catalytique.

La troisième réaction (mono donne l'ester) semble être l'étape déterminante de la réaction car les mono glycérides sont des intermédiaires plus stables que les di glycérides [3].

II.4. But de la réaction de transestérification

La décomposition thermique d'une huile, qui est un ester de glycérine, en l'absence d'oxygène conduit à la formation de glycérol et d'un mélange d'esters. L'objectif d'une telle étude est l'utilisation des esters obtenus comme carburant diesel [6] ; l'étude conduit en même temps à :

- 1) l'élimination totale de la glycérine,
- 2) la diminution du point d'ébullition d'huile,
- 3) la diminution du point éclair de l'huile,
- 4) l'utilisation de la glycérine dans l'industrie chimique,
- 5) l'utilisation des sous produits dans l'industrie du savon et des détergents.

II.5. Principales matières premières utilisées pour la transestérification

Généralement, le méthanol et l'éthanol sont les deux alcools les plus utilisés pour la transestérification. Pourtant, l'ester le plus employé est l'ester méthylique car le prix de méthanol est moins coûteux que les autres alcools sauf dans quelques pays. Les esters de l'huile végétale et de graisse animale ayant une masse moléculaire basse sont étudiés pour la production potentielle de biodiesel [4].

II.6. Principales familles de catalyseurs utilisés pour la transestérification

Les catalyseurs utilisés dans la réaction de transestérification sont généralement les bases (NaOH, KOH, etc.) Ou les acides (H_2SO_4). En général, dans la transestérification avec bases catalyseurs, la vitesse de réaction est plus rapide qu'avec l'acide catalyseur. Le rendement d'esters méthyliques obtenu par la transestérification avec bases catalyseurs est également supérieur au rendement d'esters méthyliques obtenus par la réaction avec acide catalyseurs [4].

II.7. Les facteurs influençant de la réaction de transestérification

Le procédé de transestérification est influencé par les facteurs dépendant de la condition de la réaction utilisée [6]. Quelques principaux facteurs sont discutés dans la partie suivante. Ce sont :

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

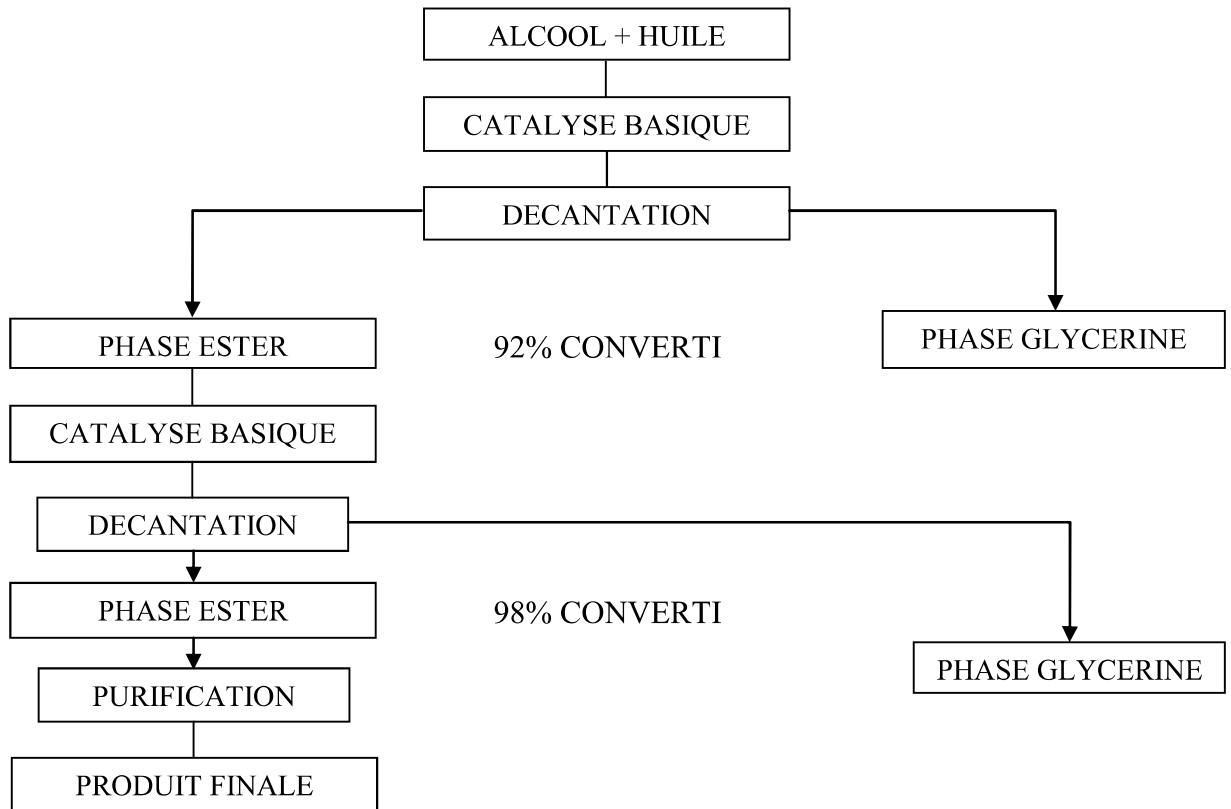


Fig. II.3 : Schéma principale de la réaction de transestérification.

III.1. Introduction

Nombreuses méthodes d'extraction sont spécifiquement utilisées dans le cas des lipides des matières végétales ; L'extraction par Soxhlet reste le procédé le plus largement employé.

Ce chapitre est consacré à la présentation de l'étape d'extraction d'huile d'arachide à partir des graines d'arachide humide, externe, et interne, en utilisant le solvant n-hexane ainsi que le matériel et le mode opératoire mis en œuvre lors de la pratique dans les étapes ci dissous.

III.2. Préparation d'échantillon

La préparation de la matière première de notre étude passe par les étapes suivantes (Fig.III.1.) :

- Les graines d'arachide sont de la région d'El-Menia.
- Dans le cas de notre étude nous avons utilisé :
 - ✓ 370,08g pour l'arachide humide.
 - ✓ 167,20g pour l'arachide externe (séchage des grains d'arachide à l'air libre).
 - ✓ 123,74g pour l'arachide interne (séchage des grains d'arachide dans le séchoir).
- Les conditions de séchage de différentes voies sont regroupées dans l'annexe I.
- Après la purification, nous avons enlevé les peaux.
- Enfin nous avons broyé les graines avec un mixeur pour l'obtention des particules homogènes.



(A)



(B)



(C)

Fig.III.1: Les étapes de préparation de l'échantillon.

III.3. L'extraction par soxhlet

Il s'agit d'une extraction solide-liquide, L'extracteur de Soxhlet permet le traitement de solides de toutes tailles avec des solvants en phase liquide ou partiellement vaporisés (Fig. III.2). Le corps de l'extracteur (Soxhlet), contenant un support de cartouche qui remplit de solide, est fixé sur un réservoir de solvant (ballon) et est surmonté d'un réfrigérant.

Le solvant est vaporisé puis condensé, et reste en contact avec le solide. La solution est soutirée périodiquement par l'amorçage d'un siphon. La solution du ballon s'enrichit petit à petit en soluté et le solide est toujours mis en contact avec du solvant fraîchement distillé.

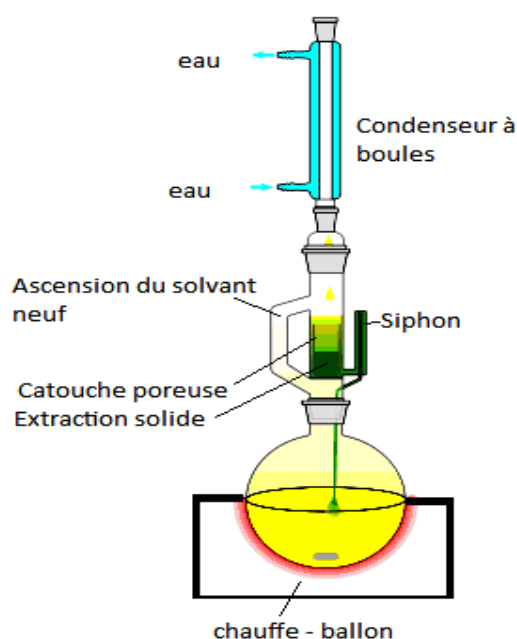


Fig.III.2: Montage d'un appareil de soxhlet.

III.3.1. Matériels utilisés

- Un système de refroidissement.
- Un appareil soxhlet.
- Une plaque chauffante.
- Une balance analytique.
- Un ballon de 150 ml.
- Deux cartouches.
- Une plaque de CCM.
- Une lampe UV.

III.3.2. Caractéristiques des produits utilisés

L'hexane, ou n-hexane, est un hydrocarbure saturé de la famille des alcanes de formule brute C_6H_{14} (Figure III. 3). L'hexane est un solvant utilisé en chimie organique (notamment pour les réactions et les extractions). L'hexane est un liquide incolore, volatil, et d'odeur désagréable. Il n'est pas soluble dans l'eau mais miscible par la plupart des solvants organiques. C'est un bon solvant des graisses, et un produit stable dans les conditions normales d'emploi, mais il peut réagir fortement avec les produits oxydants.

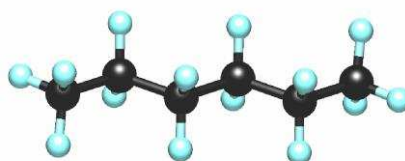


Fig.III.3: Formule développée de n- hexane.

Les principales caractéristiques du solvant n-hexane sont citées en annexe I (Tableau 01).

III.3.3. L'extraction huile d'arachide

III.3.3.1. Mode d'opérateur

1. Nettoyer tous les équipements par l'acétone.
2. Réaliser le montage d'extraction de soxhlet.
3. Remplir la cartouche par une quantité des grains d'arachide puis mettre la cartouche dans le support de l'appareil.
4. Ajouter 150 ml du solvant n- hexane dans le ballon et placer le dans le support.
5. Allumer le chauffage, le vapeur montant tomber sur la cartouche après le refroidissement avec le condenseur.
6. Laisser cette opération réalise cinq cycles pour bien extraction ;
7. Après l'opération de l'extraction on passe à l'étape d'évaporation pour obtenir l'huile extraire et récupérer le solvant.

Notre travail a été suivi par une lampe UV.

Les images ci-dessous englobent les étapes de l'extraction (Figure III.4):



(A)



(B)

Fig. III. 4 : Les étapes (A) d'extraction et (B) d'évaporation.

III.4. Résultats d'extraction

Les résultats du tableau III.1. Ci-après proviennent d'une série d'extractions faites en mettant l'accent sur les diverses nature de la matière première (les graines d'arachides).

Tableau. III. 1. : Résultats d'extraction.

	Masse initiale en (g)	Masse finale en (g)	Masse d'huile extraite en (g)
Voie humide	259,21	204,73	22,2912
Voie externe	146 ,86	65 ,75	26,29
Voie interne	102,67	54 ,46	52 ,85

Sachant que :

- ✓ Masse initiale : c'est la masse des graines d'arachides avant l'extraction.
- ✓ Masse finale : c'est la masse d'arachide après l'extraction (masse de déchets).

Les huiles obtenues par les trois voies sont regroupées dans la figure suivante :



(A) : Voie humide

(B) : Voie interne

(C) : Voie externe

Fig.III.5: Les huiles extraites obtenus.

D'après le tableau nous avons calculé le rendement d'huile extraite à partir de chaque voie, utilisant la relation suivante :

$$\text{Le rendement} = \frac{\text{La masse d'huile extraire}}{\text{La masse d'arachide avant l'extraction}} * 100$$

Les résultats obtenus sont comme suit :

- Rendement de la voie humide : 8,60%
- Rendement de la voie externe : 17,90%
- Rendement de la voie interne : 51,47 %

Le séchage est un paramètre qui influe sur le rendement d'extraction et sur les caractéristiques physicochimiques de l'huile d'arachide extraite. Dans notre étude nous avons remarqué que le rendement d'huile obtenue par la voie interne est plus grand que les autres voies.

III.5. Analyse de la matière grasse extraite

Pour obtenir des données sur la composition et le degré de pureté d'une matière grasse et dans certains cas pour l'identifier, on procède à l'étude de ses propriétés physiques et chimiques.

Les méthodes physiques d'examen pour l'analyse des corps gras s'attachent surtout à la détermination de la densité, point de fusion, l'indice de réfraction et la viscosité etc...

Les méthodes chimiques d'examen, à côté de l'étude approfondie des constituants de la matière grasse, comportent la détermination de certains indices dont la valeur dépend de la nature et des proportions des différents constituants.

Dans notre étude nous avons mesuré les propriétés physicochimiques.

III.5.1. La densité

La densité d'une substance est égale à la masse volumique de la substance divisée par la masse volumique du corps de référence à la même température. Pour les liquides et les solides, l'eau est utilisée comme référence, pour les gaz, la mesure s'effectue par rapport à l'air.

Les acides gras ont une densité inférieure à celle de l'eau ; nous avons mesuré la densité d'huile avec un densimètre de marque Anton Paar.

Nous avons corrigé la valeur mesurée par la relation suivante :

$$d^{20} = d^T + 0,00068 (T-20) \dots \dots \dots (I)$$

III.5.1.1. Matériels

Le densimètre DMA 35N (figure III.6) C'est un densimètre portable le plus vendu au monde. Le tube oscillant éprouvé d'Anton Paar, l'électronique innovante et la pompe à échantillon ergonomique garantissent de parfaits résultats d'analyse.

Ce densimètre robuste ne fait que 275g et il suffit d'une simple pression du pouce pour le faire fonctionner. Une fois rempli, il ne lui faut que quelques secondes pour afficher la masse volumique, la densité ou la concentration des échantillons, le tableau.4 qui représente quelque caractéristique de densimètre **DNA 35N** présenté à l'annexe II.



Fig. III.6: Mesure de la densité.

III.5.1.2. Mode d'opérateur

1. Nettoyer le tube de remplissage par l'acétone avant l'utilisation.
2. Branchement du tube de remplissage: Visser le tube de remplissage à la main jusqu'à ce qu'une certaine résistance se fasse sentir.
3. Fixation de l'adaptateur de seringue: Retirer la vis d'obturation sur le côté de l'instrument. Visser l'adaptateur à la main jusqu'à ce qu'une certaine résistance se fasse sentir.
4. Mise en marche de l'instrument: appuyé sur la touche "Power On" l'appareil passe immédiatement à l'écran principal (mode de mesure). Puis appliquer une pression du pouce pour remplir une quantité d'huile, ensuite attendre quelques secondes pour stabiliser, et en fin noter le résultat.
5. Mise à l'arrêt de l'instrument: appuyer sur la touche "Power Off" jusqu'à ce que (Éteindre) s'affiche. A la fin nettoyer l'instrument.

III.5.2. L'indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une matière, est un nombre qui caractérise le pouvoir qu'a cette matière, à ralentir et à dévier la lumière (souvent noté n). Elle est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide ($C = 299\,792\text{ km/s}$) et la vitesse de la lumière dans le corps transparent (V). L'indice de réfraction n'a pas d'unité car c'est le rapport de deux vitesses.

Une formule empirique permet d'évaluer l'indice de réfraction d'un liquide à 20°C quand on l'a mesuré à une température légèrement différente:

$$n^{20} = n^T + 0,00035(T-20) \dots \dots \dots \text{(II)}$$

Plus la lumière n'est ralentie, plus la matière a un indice de réfraction élevé.

III.5.2.1. Matériels et méthodes

Le réfractomètre d'ABBE c'est un réfractomètre Permet de mesure l'indice de réfraction d'une substance, il a une plus grande plage de mesure et précision que d'autres types de réfractomètres. Ce réfractomètre peut déterminer toutes sortes de concentration et de substances.

On peut déterminer l'indice de réfraction par le réfractomètre d'ABBE (Figure III. 7).



(A)



(B)

Fig. III. 7 : Le réfractomètre d'ABBE.

III.5.2.2. Mode d'opérateur

1. Diriger l'appareil vers la lumière.
2. Ouvrir et orienter convenablement le volet d'éclairage de l'échelle des indices.
3. Régler le tirage des oculaires pour avoir une vision nette du réticule et de l'échelle de lecture.
4. Repérer la température à l'aide d'un thermomètre.
5. Relever le prisme mobile d'éclairage et nettoyer soigneusement les deux faces de verre apparentes avec l'acétone.
6. Déposer une quantité suffisante d'huile à l'aide d'une pipette.
7. Rabattre doucement le prisme mobile.
8. En regardant dans l'oculaire (bas) :
 - Agir sur le bouton moleté de droite de façon à amener dans le champ de vision la limite de séparation des deux zones (claire et obscure). Cette ligne de séparation est plus ou moins nette (irisation).
 - Agir sur le bouton moleté de gauche pour rendre nette cette ligne de séparation (suppression des irisations).

III. 5. 3. Le pH

C'est une grandeur mesurant la concentration des ions hydrogènes dans une solution. C'est une mesure de l'acidité ou la basicité d'une solution. Nous avons mesuré le pH d'huile par un pH-mètre de marque HQ40d.

Les caractéristiques de cet appareil sont regroupées dans le tableau 5 en annexe II

III.5.3.1. Mode opératoire

1. Allumez le pH Mètre ;
2. Rincer l'électrode avec de l'eau distillée ;
3. Appuyer sur cal l'appareil demande le standard 1(c.à.d. le neutre pH=7) ;
4. Prendre dans un petit bécher, la solution tampon pH= 7 ;
5. Tremper l'électrode dans le flacon qui contient l'échantillon comme l'apparait dans la figure ci-dessous ;
6. Appuyer sur READ ENTER et attendre un bon moment ;
7. Après la stabilisation noter la valeur de pH ;
8. Enlever l'électrode et rincer abondamment avec l'eau distillée.



Fig.III.8: Mesure de pH.

III.5.4. L'indice d'acide

L'indice d'acide d'un corps gras est la quantité de potasse en mg nécessaire pour neutraliser son acidité libre. La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration.

Le principe de l'indice d'acide des huiles essentielles revient à neutraliser les acides libres de celles-ci par l'hydroxyde de potassium (KOH).

III.5.4.1. Matériel

La (figure III. 1) montre le montage utilisé pour la mesure de l'indice d'acide. Ce montage est constitué d'une burette de 50 ml graduée en 0.1 ml avec son support, ce dernier est lié à un agitateur et une pipette de 5 ml et un erlenmeyer de 50 ml contenant un barreau assurant l'agitation.

III.5.4.2. Réactifs chimiques nécessaires

- ✓ Ethanol à 99%.
- ✓ Hydroxyde de potassium : on prépare une solution de 0.1 N dans Le méthanol.
- ✓ Phénolphtaléine.
- ✓ n-hexane.
- ✓ Huile d'arachide.

III.5.4.3. Mode opératoire

Introduire 1g de l'échantillon d'huile essentielle d'arachide dans l'erlenmeyer propre et sec, ajouter 10 ml de n-hexane neutraliser avec la pipette et mettre 4 gouttes de phénolphthaléine puis neutraliser la solution obtenue avec l'hydroxyde de potassium à l'aide de la burette quelque secondes. si la couleur de la solution est variée on arrête le titrage.



Fig.III.9: Mesure de l'indice d'acide.

En fin de titrage lire le volume de KOH consommé pour calcul l'indice d'acide à l'aide de la relation suivant:

$$IA = \frac{5.61 \cdot V}{m} \dots\dots\dots(III)$$

Avec :

V=volume de KOH

M=masse d'huile

On a obtenue :

$$IA = \frac{5.61 \cdot 0.1}{1} = 0,561 \text{ mg KOH/g}$$

Tableau.III.2.: Les caractéristiques physicochimiques d'huile d'arachide obtenue.

Type d'huile	Densité (g/cm ³) à T : 20 °C	pH à T : 22,6°C	Indice de réfraction à T : 20°C	Indice d'acide
Référence	0.912 - 0.918	Neutre	1.468 - 1.472	< 0.5
Voie humide	0.870	6.88	1.4677	0.561
Voie externe	0.902	6.86	1.4705	0.561
Voie interne	0.893	6.87	1.4739	0.561

III.6. Analyse et discussion

Le choix de la méthode d'extraction des huiles ou des graisses dépend de la matière première. Pour les huiles, le procédé mettant en œuvre un traitement par une extraction par solvant est la plus largement employé.

De l'analyse des résultats présentés au tableau. III. 2; il ressort que ; pour l'indice d'acidité ; les trois sortes d'huile ont la même valeur ; et elle est légèrement supérieur à celle de référence, mais on peut dire qu'elle est acceptable. En ce qui concerne l'indice de réfraction ; la même valeur est enregistrée pour les trois huiles ; ainsi qu'elle est dans les normes.

Les valeurs de pH pour les trois huiles sont très proches ; mais elles ne sont pas très proches à celle de référence ; qui est caractérisé par un pH neutre. En ce qui concerne la densité ; les valeurs enregistrées sont différentes ; la valeur la plus faible est enregistrée pour l'huile humide et la valeur maximale est enregistrée pour sécher par voie externe. Cependant, ces valeurs restent dans les normes.

Il existe un certain nombre de facteurs qui interviennent et agissent plus ou moins directement sur la vitesse d'extraction, la concentration de l'extrait et le rendement.

- ✓ Nature et composition du solvant.
- ✓ La température d'extraction.
- ✓ Temps d'extraction.
- ✓ Le séchage de matière première.

III.7. La transestérification

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

Dans cette étape nous avons réalisé la transestérification de l'huile d'arachide pour les trois voies. Le procédé a effectué comme suit :

III.7.1. Protocole de synthèse de biodiesel

III.7.1.1. Matériels utilisés

Le matériel utilisé est composé essentiellement de :

- Un système de refroidissement.
- Une balance.
- Ballon bi colle de 1500 ml.
- Système de chauffage au bain-marie.
- Thermomètre.
- Agitateur + un barreau magnétique.
- Condenseur.
- Entonnoir et des ampoules de décantation.

III.7.1.2. Caractéristiques des produits utilisés

Les produits utilisés pour réaliser la réaction de la transestérification sont :

- Le méthanol (CH_3OH)
- Hydroxyde de potassium (KOH)
- Sulfate de magnésium (MgSO_4)

Les principales caractéristiques physico-chimiques des produits utilisés sont regroupées respectivement dans les tableaux 2, 3,4 en annexe II.

III.7.1.3. Mode d'opérateur

Le protocole de synthèse de biodiesel comporte les étapes suivantes (figure III. 10) :

1. Dissoudre 0,22 g de d'hydroxyde de sodium avec 133.74 g de méthanol avec agitation et l'échauffement.
2. Ajouter la solution obtenue à 22.29 g d'huile d'arachide dans un ballon, ce mélange est posé sur un agitateur magnétique à température constante (70°C).
3. Introduire un thermomètre à partir du col du ballon, laisser la réaction pendant deux heures.
4. Laisser la glycérine et le biodiesel se séparer en deux phases pour une journée dans une ampoule à décanter.
5. Après verser la glycérine dans un flacon et laisser les esters dans l'ampoule.
6. Ajouter 10 ml de l'eau pour se débarrasser de l'alcool et du catalyseur qui sont restés (lavage).
7. Récupérer le biodiesel et on lui ajoute 1 à 2% de sa masse de sulfate de magnésium pour absorber l'humidité qui est restée.
8. Enfin filtrer et récupérer le biodiesel.



(A)



(B)



(C)

Fig. III. 10 : (A) Synthèse, (B) Décantation et (C) Purification de biodiesel.

Dans notre étude nous avons travaillé avec des rapports massique (huile : méthanol) comme suivants :

Tableau. III. 3. : Les rapports et les quantités des produits utilisées.

Voie d'huile	Rapport massique	Masse d'huile en(g)	Masse de méthanol en(g)	Masse de catalyseur en(g)
Voie humide	(1 :6)	22,29	133.74	0.222
Voie externe	(1 :6)	22,29	133.74	0.222
Voie interne	(1 :6)	22,29	133.74	0.222

Nous avons obtenu les masses des huiles (Fig. III. 11.) suivantes :

- Voie humide : 6.23 g
- Voie interne : 7.96 g
- Voie externe: 6.8 g

Dans cette étape, l'étude de l'influence de rapport massique des réactifs sur l'avancement de la réaction a permis de mettre en évidence les conditions favorables de transestérification de l'huile d'arachide avec méthanol. En effet ; on a réalisé la réaction dans les conditions suivantes:

- Une quantité de catalyseur (KOH) de 1% par rapport à la masse initiale d'huile d'arachide.
- Un rapport massique méthanol/huile de (6 :1) pour augmenter la solubilité des glycérides dans l'alcool.
- Une température de réaction de 70°C permettant d'accélérer la cinétique de réaction.
- Une vitesse d'agitation élevée pour améliorer la surface de contact entre les deux phases du milieu réactionnel (Huile / Méthanol).

Les biodiesels obtenues sont présentés dans la figure III. 11



(A) : voie humide



(B) : voie externe



(C) : voie interne

Fig. III. 11 : Le biodiesel obtenue par les trois voies d'huile.

III.7.2. Calcule le rendement de Biodiesel

La formule générale est :

$$\text{Le rendement} = \frac{\text{La masse d'huile après la réaction}}{\text{La masse d'huile avant la réaction}} * 100$$

Les résultats obtenus sont comme suit :

- Rendement de la voie humide : 27%
- Rendement de la voie externe : 30%
- Rendement de la voie interne : 35 %

Les études qu'on a réalisées montrent que le rendement de biodiesel obtenu par la voie interne est plus grand que les autres voies. Ceci est dû à l'effet de type de séchage.

III.8. Analyse par le spectrophotomètre d'infrarouge

La spectroscopie IR est une méthode d'analyse qualitative et quantitative permet de caractériser les principales fonctions d'une molécule organique.

Le domaine infrarouge se situe entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} ($2.5 - 25 \text{ }\mu\text{m}$, 1.2×10^{13} à $1.2 \times 10^{14} \text{ Hz}$) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules.

Le rayonnement **infrarouge (IR)** est un rayonnement électromagnétique d'une longueur d'onde supérieure à celle de la lumière visible mais plus courte que celle de la micro-onde.

Le domaine d'étude de spectrométrie IR, permet par interprétation des spectres obtenus, de déceler les groupements fonctionnels contenus dans une molécule: alcool, aldéhyde, cétone, acide..., ainsi que les liaisons entre les carbones d'une chaîne (chaîne saturée, insaturée, caractère aromatique d'une molécule)....

III.8.1. Matériels et méthodes

SHIMADZU IR-804 est un spectrophotomètre d'infrarouge qui permet de détermination les groupements fonctionnels d'une molécule, il a de puissance et tension 100 V, 50 Hz.

Cette appareil est composé de deux faisceaux ($4000-600 \text{ 1/cm}$), et construit de imprimante/ enregistreur, atteindre 1-4 Support de cuvette pour cuvettes rectangulaires jusqu'à $10 \times 50 \text{ mm}$, année de construction 1991 (figure.III.12)



Fig.III.12: Le dispositif spectromètre IR-408.

III.8.2. Mode d'opérateur

Un spectre infrarouge s'obtient par les étapes suivantes :

1. Rincer la cuve avec le dichlorométhane.
2. Placer l'échantillon dans la cuve.

La radiation infrarouge de fréquences (nombres d'ondes) comprise entre 4 000 et 500 cm^{-1} sont absorbées par la molécule en tant qu'énergie de vibration moléculaire.

Dans notre pratique on s'intéressera surtout aux vibrations de valence des liaisons CH, CC, OH, CO, CN ($> 1100 \text{ cm}^{-1}$) qui permettront d'identifier certains groupes fonctionnels.



Fig.III.13 : Analyse par le spectrophotomètre IR-408.

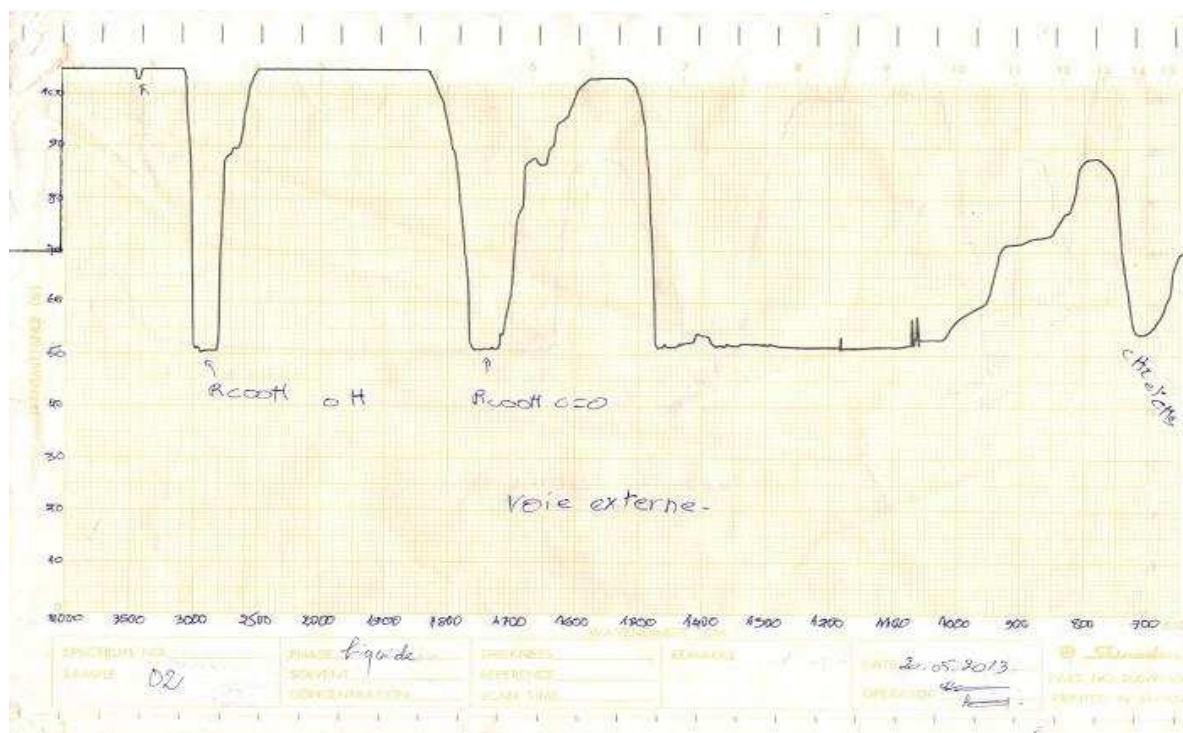


Fig.III.14: Spectre d'IR obtenu par la voie externe.

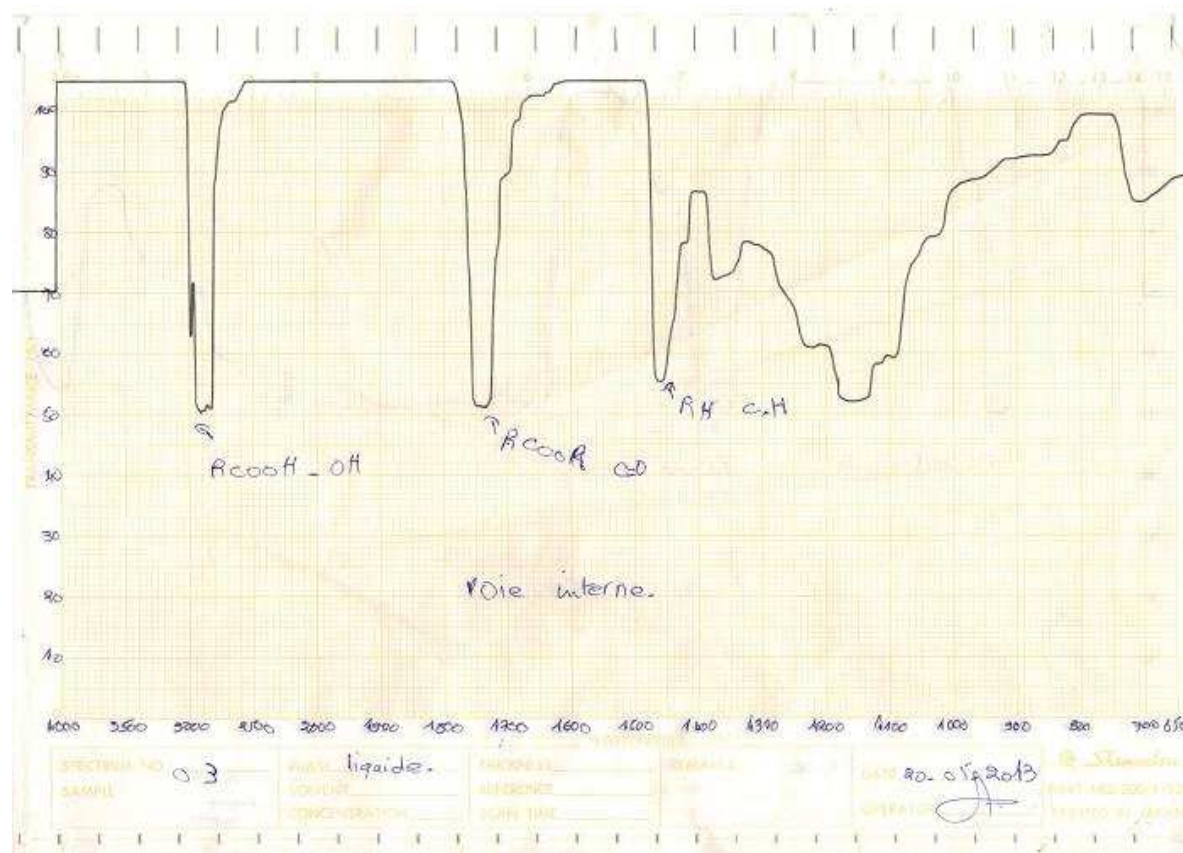


Fig.III.15: Spectre d'IR obtenu par la voie interne.

Les autres spectres de voie humide et le résidu des trois voies sont trouvés dans l'annexe II.

L'analyse des spectres des trois échantillons étudiés. Nous permet de tirer les informations suivantes:

- Une vibration de valence entre 3300-2500 (bande large) correspond d'un groupement d'acide carboxylique (R-COOH) d'élongation O-H.
- Une vibration de valence entre 1740-1700 (bande large) correspond d'un groupement d'un ester RCOOR d'élongation C=O.
- Une vibration de valence entre 1300-1000 correspond d'un groupement d'ester d'élongation C-O.

Ces données, confirme la présence d'un ester.

III.9. Contrôle de qualité

Le biodiesel produit a subi une série de tests telle que la densité, le point d'auto inflammation etc., et comparer avec les normes internationales.

Généralement les normes d'ASTM D 6751 et Européennes (en 14214) sont les plus utilisées. Nous avons mesuré quelques paramètres de biodiesel ; selon la disponibilité des matériels au niveau de notre laboratoire, ainsi que ceux quant peux réalisés à partir de nos petites quantités des biodiesels obtenus lors de nos expérimentations. Dans ce qui suit, on va présenter les paramètres étudiés :

III.9.1. Le point d'auto inflammation

Le point d' auto inflammation est la température la plus basse à laquelle un liquide émet suffisamment de vapeurs pour former avec l'air ambiant un mélange inflammable dont la combustion une fois débutée puisse s'entretenir d'elle-même après retrait de la source d'allumage. Il est supérieur au point d'éclair (ou point d'auto inflammabilité) de quelques degrés.

III.9.1.1. Matériels et méthodes

SETA TAG est un appareil de mesure de point d'éclair et point d'auto inflammation (Figure III. 16) comprend un bain liquide chauffé électriquement, rampe variables Régulateur de vitesse, le métal coupelle d'échantillon et d'un couvercle avec un jet de test et de l'obturateur.

Le flamme d'essai utilise soit gaz de ville ou peut fonctionner à partir d'un Portable réservoir d'essence. Le cas comporte un bac de récupération intégrale et un

débordement de bain. Les caractéristiques de cet appareil présenté dans le Tableau.7 en l'annexe II.

III.9.1.2. Mode opératoire

1. Remplir le bocal jusqu'au trait avec de l'huile.
2. Mettre un thermomètre au sein de le bocal.
3. Allumer la flamme.
4. Répéter ces opérations toutes les minutes jusqu'à observer une flamme nette des vapeurs à l'intérieur du bocal.
5. Noter la température à laquelle s'enflamme.



Fig.III.16 : Dispositif de mesure le point d'auto inflammation.

III.10. Comparaison le biodiesel avec le diesel classique

Pour le carburant commercial, le biodiesel de finition doit être analysé utilisant l'équipement analytique sophistiqué. Les normes d'ASTM D 6751 et d'en 14214 sont le plus généralement normes utilisées pour contrôler ses propriétés qui fournissent indication de la qualité du processus de fabrication.

Généralement, les normes de biodiesel identifient les paramètres de biodiesel pur doit se réunir avant d'être employée comme un carburant.

Tab.III.4:Contrôle de qualité de biodiesel synthétisé.

Biodiesel obtenu	pH	Densité à T : 20°C	Indice d'acide	Point d'auto inflammation (°C)
Voie humide	6.87	0.918	0.5	307
Voie interne	6.88	0.911	0.5	307
Voie externe	6.85	0.893	0.5	307
Biodiesel	Neutre	0.83	0.5	200
Gazole	-	0.82-0.87	-	-

Les caractéristiques de carburant des esters méthyliques synthétisés ont été évaluées selon la Norme Européenne EN 14214.

De l'analyse des résultats présentés au tableau. III. 4; il ressort que ; pour l'indice d'acidité ; les trois sortes de biodiesel ont la même valeur ; donc ils sont dans la norme. En ce qui concerne le pH ; la valeur enregistrée pour les trois biodiesel ; sont plus proches à ceux de référence.

Pour la densité ; les résultats obtenus prouvé que dans les conditions étudiées, le biodiesel synthétisé à partir des trois voies dans cette étude ont une densité légèrement supérieure celles de référence, mais on peut dire qu'elles sont acceptables pour les normes de gazole.

Le point d'auto inflammabilité de l'échantillon de biodiesel produit dans ce travail a trouvé fortement supérieur au point d'auto inflammabilité de référence.

La comparaison prouve que l'ester méthylique d'arachide possède des propriétés voisines au diesel mais les résultats expérimentaux actuels d'ester méthylique sont insuffisants pour qualifier ce biodiesel afin de l'employée en tant que carburant.

Conclusion générale

Le biodiesel qui est dérivé des triglycérides par la transestérification avec l'alcool méthylique ou éthylique a attiré une attention considérable durant les trois dernières décennies vue leurs avantages: renouvelable, biodégradable et carburant non toxique.

Ce travail a été réalisé au sein de laboratoire de génie des procédés, dans notre étude on a réussi d'extraire l'huile d'arachide par l'extraction de ses grains utilisant la technique de l'extraction par soxhlet, l'huile extraite a été suivi par une série d'analyse des propriétés physicochimiques de but de contrôler sa qualité.

Une réaction de transesterification d'huile extraite a été également faite, dont le but de transformer les huiles en biodiesels. Ces derniers passés par une série d'analyse, afin de les caractérisés.

La comparaison entre le diesel classique et l'ester méthylique prouve que ce dernier possède des propriétés voisines au diesel mais les résultats expérimentaux actuels d'ester méthylique sont insuffisantes pour nous, de dire que ce biocarburant est utilisable réellement comme carburant. Mais en générale, nos résultats présentent une bonne concordance avec les valeurs de références dans les normes applicables.

Notons enfin que, l'ensemble des résultats que nous avons obtenus au cours de ce travail, nous a permis de vérifier l'influence des conditions opératoires sur les rendements et surtout sur les caractéristiques physico-chimique des huiles et des biodiesels obtenus au cours des opérations réalisées, chose qui nous permis de dire, que le choix des conditions opératoires (température, quantité et qualité des réactifs...) est donc primordial.

Compte tenu des résultats obtenus, on peut dire que les études abordées dans ce travail, laissent encore planer des questions complémentaires à ce sujet, de ce fait nous proposant les recommandations s'agissant aux études suivantes :

- ✓ Etude détailler complémentaire a cette étude, afin de mieux caractérisé le biodiesel.
- ✓ Utilisation de biodiesel pour le fonctionnement d'un moteur et voir donc pratiquement les avantages de biodiesel.

Annexe I

Généralité sur le séchage et le séchage solaire

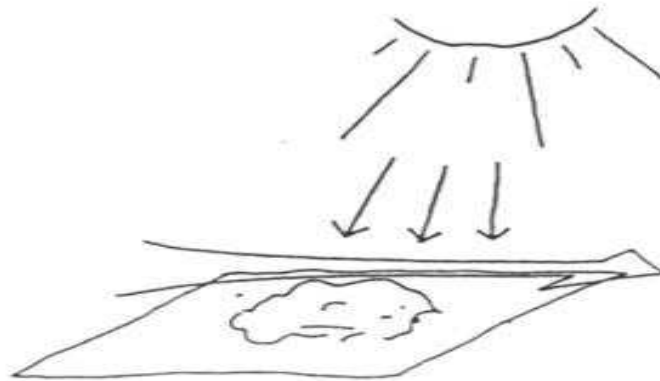
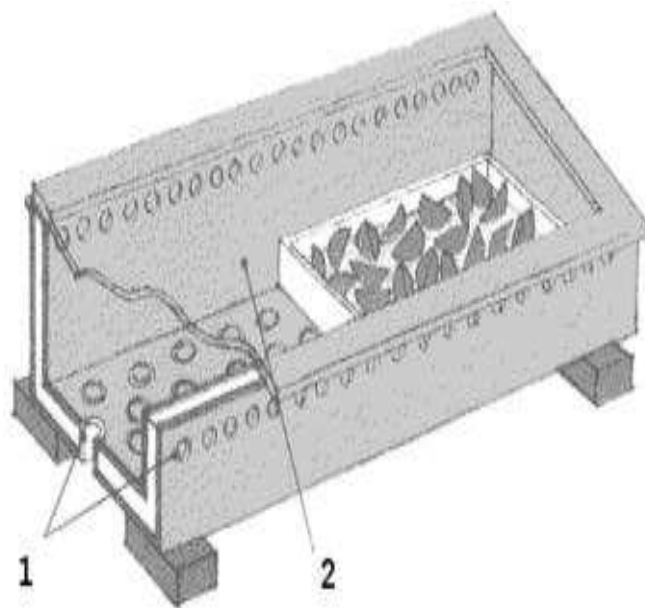


Fig. 1: Séchoir solaire naturel



1. Trous d'aération (pour qu'il n'y ait pas de condensation)
2. plaque de verre ou de plastique transparent

Fig. 2: Séchoir solaire direct

Séchage par le procédé de séchage solaire direct

1. Variation de la teneur en eau dans le séchoir solaire direct :

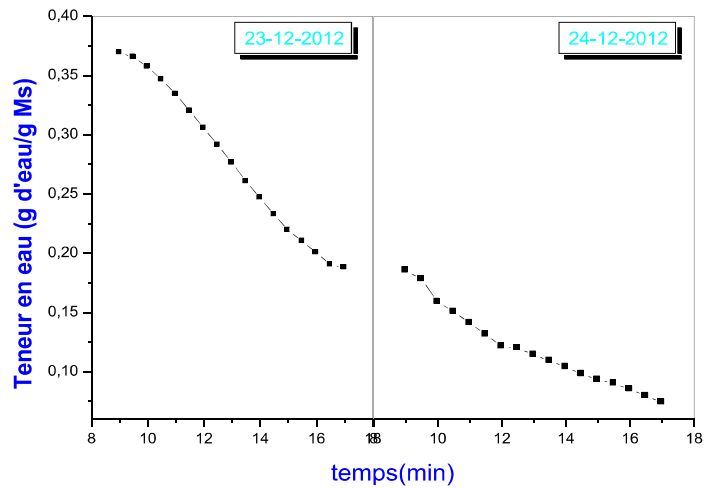


Fig. 3 : courbe représente la variation de la teneur en eau de l'arachide externe.

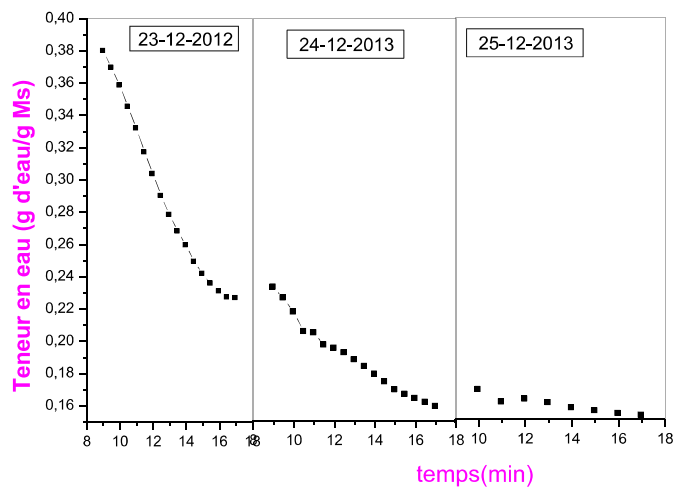


Fig. 4 : courbe représente la variation de la teneur en eau de l'arachide interne.

Annexe I

2. Variation de l'humidité relative de l'air :

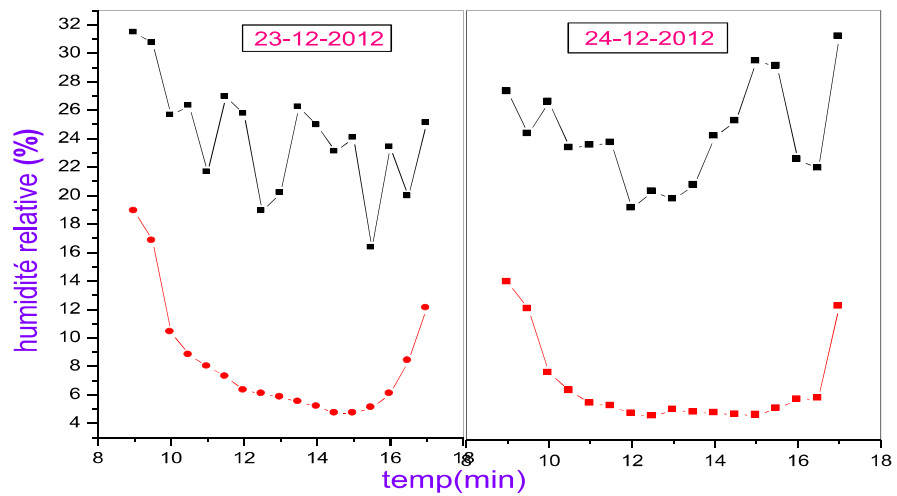


Fig. 4 : Courbe représente la variation de l'humidité relative de l'air en fonction de temps externe.

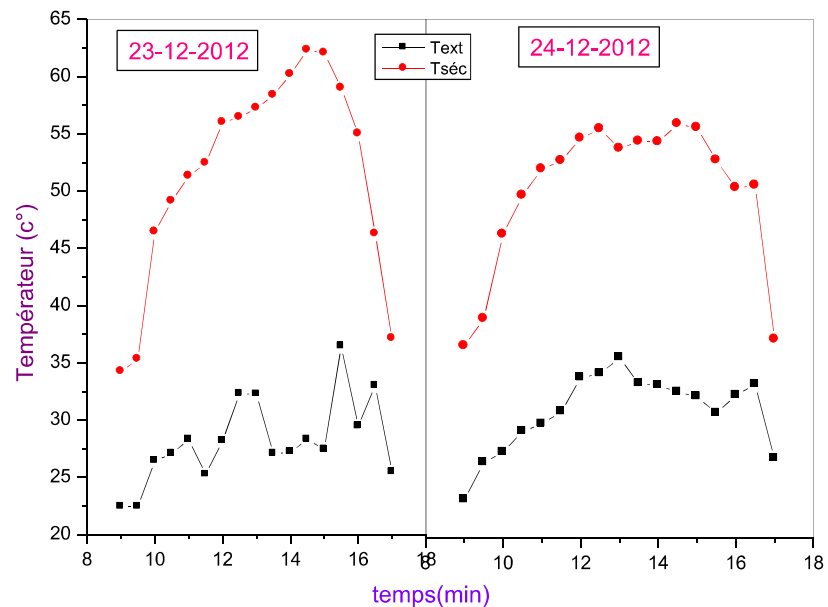


Fig. 5 : courbe représente la variation de l'humidité relative de l'air en fonction de temps interne

Annexe I

3. La variation de rayonnement solaire:

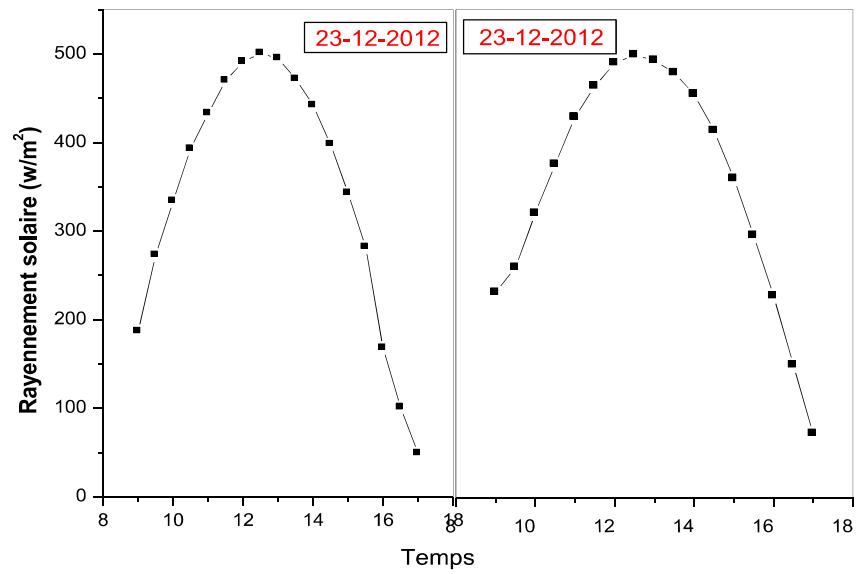


Fig.6 : La courbe représente du rayonnement solaire pour la période de séchage


Annexe II

Dans les tableaux ci-dessous qui représentent les caractéristiques et propriétés les produits et les dispositifs utilisé dans ce travail.

a) Les produits


➤ *n-hexane* :

Tableau. 1 : Les principales caractéristiques de *n-hexane*

Masse molaire	86,18 g/mol
Masse volumique	0,66
Température de fusion	-95,3 °C
Température d'ébullition	68,7°C
Point d'éclair	-22 °C
Fiche de sécurité	

➤ *Méthanol* :


Tableau. 2 : Les principales caractéristiques de *Méthanol*

Température de fusion	-97,8°C
Température d'ébullition	64,5°C
Densité (d^{20}) en g/cm ³	0,791
Température d'auto-inflammation	464°C
La masse molaire	32,04 g/mol
Moment dipolaire	1,70 ± 0,02 D
Fiche de sécurité	

Annexe II

➤ *L'hydroxyde de potassium :*

Tableau. 3 : Les principales caractéristiques de KOH

Masse molaire	56,1056 g/mol
T° fusion	380 °C
T° ébullition	1 324 °C
Solubilité dans l'eau à 25°C	1 100 g·l ⁻¹
Masse volumique	2,04 g·cm ⁻³
Moment dipolaire	7,415 D
Fiche de sécurité	 C - Corrosif

➤ *Le sulfate de magnésium :*

Tableau. 4: Les caractéristiques physico-chimiques de MgSO₄

Formule brute	MgSO ₄
Masse molaire	120,368 g/mol
T° fusion	1 124 °C
Solubilité dans l'eau à 20°C	255 g·l ⁻¹
Masse volumique	2,65 g·cm ⁻³

b) Les dispositifs

➤ *Le densimètre DNA 35N :*

Tableau. 5 : Quelques caractéristiques de densimètre DNA 35N [7].

Plage de mesure à T°= 0 à 40	Masse volumique: 0 à 1,999g/cm ³
Précision à T= ±0,2 °C	Masse volumique: ±0,001 g/cm ³
Résolution à T=0,1 °C	Masse volumique : 0,0001 g/cm ³
Mémoire	1024 mesures
Volume des échantillons	env. 2 ml

Annexe II

➤ *Le pH-mètre HQ40d :*

Tableau. 6 : Les caractéristiques techniques de pH-mètre HQ40d [8].

Spécification technique	Les caractéristiques
Capacité de stockage interne des résultats	500 résultats
Alimentation (tension)	6 v
Conditions ambiantes : humidité relative	90 % (sans condensation)
Dimensions (H x L x P)	197 mm x 95 mm x 36 mm
Messages d'erreur de service	Messages en texte complet
Mesure de température	-10 à 110 °C
Poids	0.323 kg sans piles

➤ *Seta-semi automatic tag open cup tester :*

Tableau. 7: Les caractéristiques de l'appareil SETA TAG [9]

Température de fonctionnement	Ambiante à 93 ° C
Volume de l'échantillon	500ml
Tension	220/240V, 50/60Hz
BUTANE, récipient de recharge	réservoir de gaz portable, avec le régulateur de commutation off et l'allumeur.
Puissance	500W au maximum
Taille (LxHxP)	3v3 x 31 x 29cm
Thermomètre	Thermomètre SETA et l'adaptateur
Poids	6 kg

Annexe II

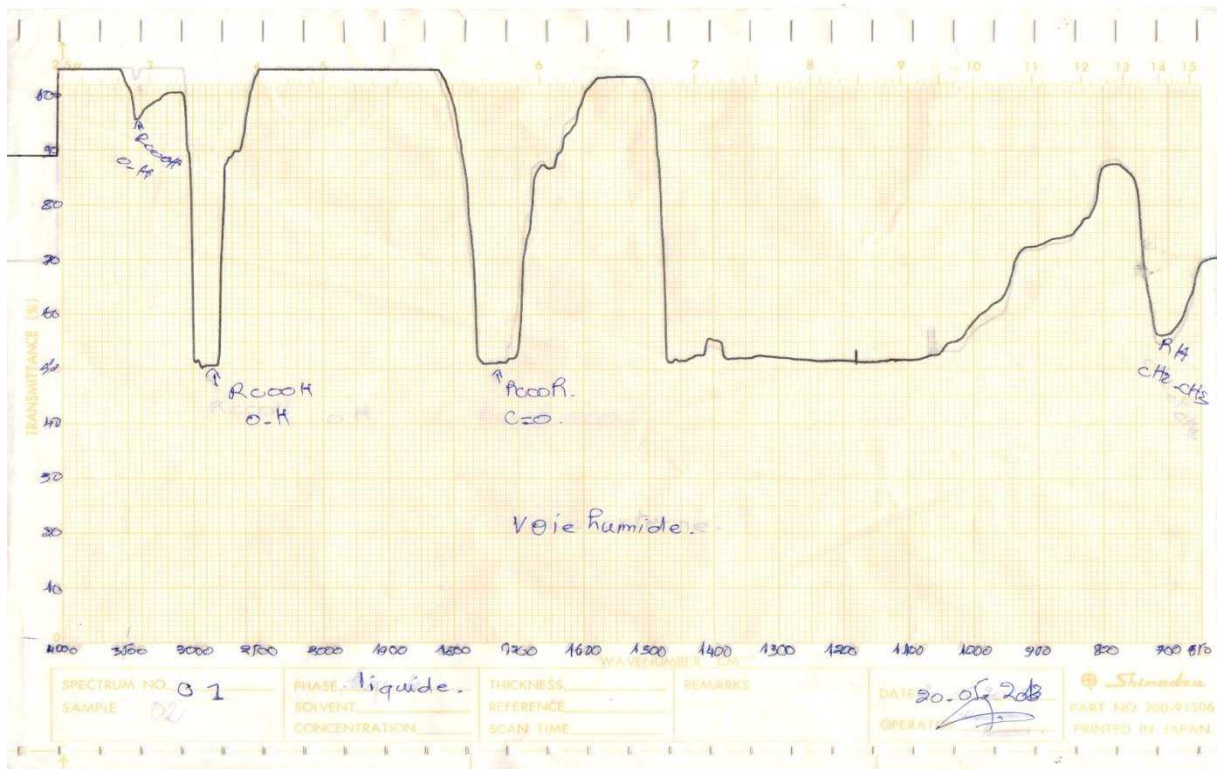


Fig.7 : Spectre obtenue par la voie humide.

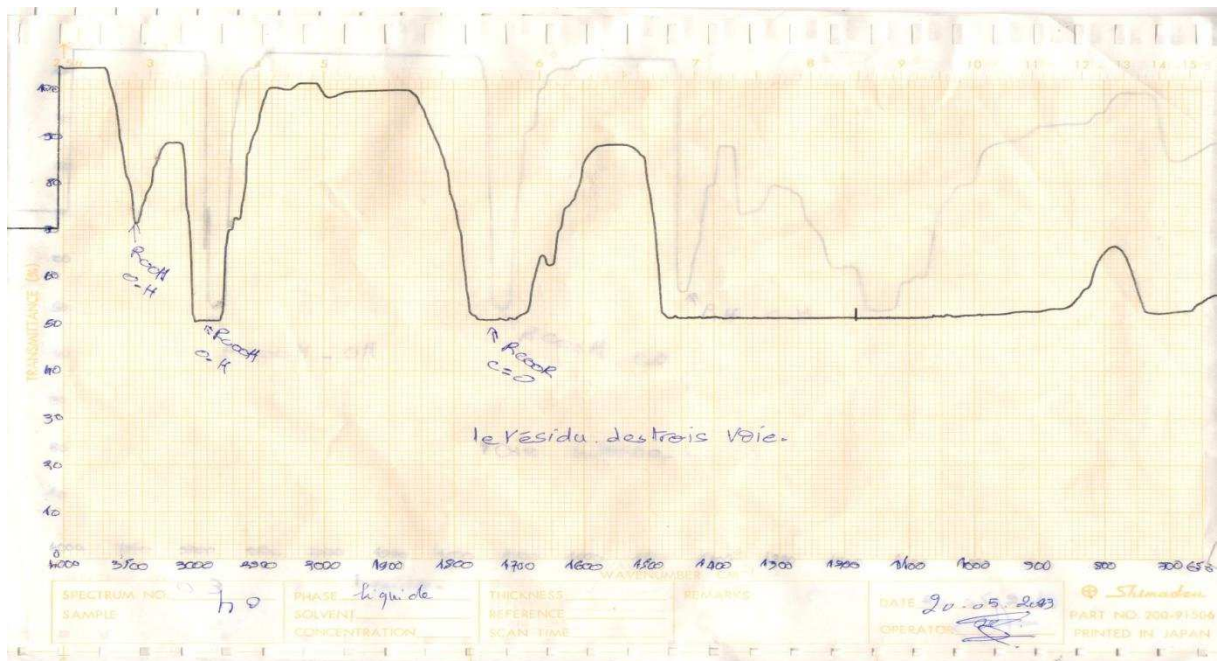


Fig.8 : Spectre obtenue par le résidu des trois voies.

Références bibliographiques

[1] AMANI LOUIS KOUADIO, Prévission de la production nationale d'arachide au Sénégal à partir du modèle agro météorologique AMS et du NDVI, étude scientifique, 2006/2007.p 9

[3] HAMD BERNA, Transestérification des huiles végétales par l'éthanol en conditions douces par catalyses hétérogènes acide et basique, thèse doctorat, 2009, p : 10-31

[4] NGUYEN VAN CUONG, Maîtrise de l'aptitude technologique des oléagineux par modification structurale ; applications aux opérations d'extraction et de transestérification in-situ, Thèse doctorat, 2010, p : 8-50

[6] ALIOU OUSMANE HAIDARA, valorisation d'une huile végétale tropicale : l'huile de pourghère, thèse doctorat, 1996, p : 18-26

Site d'internet

[2] fiche technique d'huile d'arachide raffinée ; site consulter le :

http://www.interchimie.fr/data/catalog/FT/FT_HuileArachide_FT10.pdf

[5] site consulter le : <http://www.energierenouvelable.fr/biocarburant.php>

[7] site consulter le : http://www.anton-paar.com/Densim%C3%A8tre_portableDMA35/Densim%C3%A8tre/60_France_fr?Product_id=325

[8] site consulter le [http://www.hach-](http://www.hach-lange.fr/view/product/EUHQ40D.99.101201/HQ40D?productCode=EU-HQ40D.99.101201)

[lange.fr/view/product/EUHQ40D.99.101201/HQ40D?productCode=EU-HQ40D.99.101201](http://www.hach-lange.fr/view/product/EUHQ40D.99.101201/HQ40D?productCode=EU-HQ40D.99.101201)

[9] site consulter le : [http://www.stanhope-seta.co.uk/catalogue/13230-](http://www.stanhope-seta.co.uk/catalogue/13230-3_tag_flashpoint_tester.pdf)

[3_tag_flashpoint_tester.pdf](http://www.stanhope-seta.co.uk/catalogue/13230-3_tag_flashpoint_tester.pdf)