



Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement  
International Institute for Water and Environmental Engineering



PRODUCTION DE BIODIESEL PAR TRANSESTERIFICATION  
ALCOOLIQUE : ETUDE SUR REACTEUR PILOTE

MEMOIRE POUR L'OBTENTION DE MASTER GENIE ENERGETIQUE  
LABORATOIRE BIOMASSE, ENERGIE ET BIOCARBURANT (LBEB)

Présenté et soutenu publiquement le 22 juin 2009 par

**ABOÏNA GERARD TCHAKBLO**

Travaux dirigés par : Dr. **Joël BLIN**

Dr. **Mariama SIDO**

Ingénieur **Julius FON**

Enseignants chercheurs, UTER GEI, laboratoire LBEB

Jury d'évaluation :

Président :

Membres et correcteurs :

**Promotion 2008/2009**



DEDICACE

*A vous mes parents,  
Je vous dédie ce travail pour tous les sacrifices  
Que vous avez consentis pour faire de moi,  
Ce que je suis maintenant.*

## REMERCIEMENTS

Il serait un sacrilège pour moi, au terme du présent mémoire, de me dérober à cette tradition de remercier celles et ceux qui ont rendu possible l'aboutissement de ce travail, directement ou indirectement d'une manière ou d'une autre.

À cet effet, j'adresse d'abord **mes infinies remerciements à mes parents qui ont été le sous-bassement et le socle de ma réussite par leur soutien et leur constante assistance de tous ordres.**

Je formule mes chaleureux remerciements à mon encadreur le Dr. Joël BILIN pour avoir eu la clairvoyance de proposer ce sujet de mémoire, de m'avoir guidé et orienté. De plus, je le suis reconnaissant pour les fondements qu'il m'a donnés en matière de biomasse et biocarburant et qui ont fait de moi un « spécialiste » dans le domaine précité.

Mes remerciements vont à l'endroit de mon deuxième encadreur le Dr. Mariama SIDO dont je ne trouve pas de mots pour lui témoigner ma profonde gratitude, tant pour la qualité de son encadrement que le climat familial dans lequel l'encadrement s'est déroulé. De plus, elle fut pour moi plus qu'un encadreur, « une grande sœur ».

À mon troisième encadreur, l'ingénieur Julius FON, c'est l'occasion de lui exprimer mes remerciements pour ses précieux conseils, explications et orientations lors du stage.

Je tiens à remercier particulièrement le Dr. Yezouma Coulibaly, chef de l'UTER GEI pour ses cours particulièrement intéressants et ses qualités humaines exceptionnelles faisant de lui, l'homme facile et agréable à fréquenter.

Je remercie également tous les enseignants de l'UTER GEI, en l'occurrence le Dr. Yao AZOUMAH et Mr. Francis SEMPORÉ.

Je n'oublie pas Mr. Djim Doumbé D'AMBRA, enseignant au 2<sup>IE</sup> qui a été d'un soutien immense et précieux pour moi, durant mon séjour au Burkina Faso. Je le remercie et toute sa famille que le bon Dieu les comble de santé et de bonheur.

C'est lieu ici aussi de remercier les responsables de la SONABHY pour m'avoir permis de réaliser les analyses dans leur laboratoire. Je remercie le Directeur général, le chef de service du laboratoire Mr. Diallo Alpha et le technicien du labo Mr. Fabrice Kantin.

Pour finir, je n'oublie pas l'équipe de recherche du LBEB, en particulier les doctorants : Sayon Sidibé et François Xavier Collard et les stagiaires : Madi, Guzyz, mon ami avèc qui nous étions à la SONABHY Ndiaye, Diop, Nyalzu, Marot et la petite Juliette.

Remerciements spéciaux à toute la promotion master ENERGIE, à tous mes amis du 2<sup>IE</sup>, en particulier à mon Doyen TOUNG Hyacinthe Ondo et à tous mes compatriotes étudiants tehadiens membres de l'AET-2IE.

**LISTE DE TABLEAUX, FIGURES & PHOTOS**

**TABLEAUX :**

Tableau 1: Paramètres des réactifs .....	14
Tableau 2: Comparaison des catalyses homogène et hétérogène .....	15
Tableau 3: Résultats de tests d'indice d'acide des huiles végétales .....	26
Tableau 4: Résultats de production de biodiesel en fonction du type de catalyseur .....	26
Tableau 5: Résultats de production de biodiesel en variant la concentration de catalyseur KOH .....	27
Tableau 6: Résultats des échantillons prélevés au pilote aux temps de réaction.....	29
Tableau 7: Paramètres des échantillons analysés à la SONABHY comparés à ceux du gazole .....	30

**FIGURES :**

Figure 1: Histogramme de production de biodiesel en fonction de type des catalyseurs.....	27
Figure 2: Courbes de tendances de production de biodiesel en fonction de type d'huile végétale.....	28
Figure 3: Courbe de comportement du réacteur pilote lors d'une réaction de transesterification .....	29

**PHOTOS :**

Photo 1: Réacteur pilote de transesterification.....	21
Photo 2: Dispositif expérimental de transesterification.....	22

## **SIGLES & ABBREVIATIONS**

**2IE** : Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement

**BD**: Biodiesel

**CIRAD** : Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement

**EEHV** : Ester Ethylique des Huiles Végétales

**EMHV** : Ester Méthylique des Huiles Végétales

**GEI** : Génie Energétique et Industriel

**GL** : Glycérine

**HV**: Huiles végétales

**KOH** : Hydroxyde de Potassium

**NaOH** : Hydroxyde de Sodium

**ROH** : Formule générale de l'alcool

**Rpm** : Révolution Per Minute

**SONABHY** : Société Nationale Burkinabè des Hydrocarbures

**UTER** : Unité Thématique d'Enseignement et de Recherche

**$\eta$**  : Rendement de la production

## GLOSSAIRE

**Acide** : Tout corps capable de libérer des ions hydrogène dans l'eau, de causer la corrosion des métaux, de colorer en rouge le papier tournesol, possédant un pH inférieur à 7.

**Acide gras** : Lipide formé d'une chaîne hydrocarbonée plus ou moins longue comportant un groupe acide carboxylique à une extrémité et un groupe méthyle à l'autre

**Acide gras libre** : Acide gras non estérifié, ils ne sont pas sous forme d'ester de glycérol. Présents dans les huiles végétales en faible quantité, leur concentration devient considérable dans les graisses ou les huiles usées.

**Acidité** : l'acidité d'une huile est la quantité d'acide gras libre exprimé en pourcentage, dans une masse de 1 gramme d'huile.

**Indice d'acide** : l'indice d'acide d'une huile est la quantité en milligramme de KOH pour neutraliser les acides gras libres présent dans 1 gramme d'huile.

**Indice de cétane** : C'est la capacité d'auto-inflammation d'un combustible.

**Point de trouble** : c'est la température à laquelle un produit liquide devient trouble par l'apparition de cristaux lorsque le produit est refroidi dans les conditions normalisées

**Point d'écoulement** : c'est la température la plus basse à laquelle un produit liquide peut encore couler lorsqu'il est refroidi dans les conditions prescrites.

**Point d'éclair** : C'est la température la plus basse à laquelle le liquide considéré fournit suffisamment de vapeurs pour former, avec l'air ambiant, un mélange gazeux qui s'enflamme sous l'effet d'une source d'énergie calorifique telle qu'une flamme pilote ou une étincelle, mais pas suffisamment pour que la combustion s'entretienne d'elle-même (pour ceci, il faut atteindre le point d'inflammation).

**Viscosité** : C'est la capacité d'un fluide à s'écouler.

## SOMMAIRE

<b>DEDICACE</b> .....	<b>ii</b>
<b>REMERCIEMENTS</b> .....	<b>iii</b>
<b>LISTE DE TABLEAUX, FIGURES &amp; PHOTOS</b> .....	<b>iv</b>
<b>SIGLES &amp; ABBREVIATIONS</b> .....	<b>v</b>
<b>GLOSSAIRE</b> .....	<b>vi</b>
<b>SOMMAIRE</b> .....	<b>1</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE</b> .....	<b>4</b>
1. <b>CONTEXTE</b> .....	<b>5</b>
2. <b>OBJECTIFS DE L'ETUDE</b> .....	<b>6</b>
3. <b>METHODOLOGIE</b> .....	<b>6</b>
<b>CHAPITRE 1: ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	<b>7</b>
1. <b>LE BIODIESEL</b> .....	<b>8</b>
1.1.    Bref aperçu de biodiesel dans le monde .....	<b>8</b>
1.2.    Etat des lieux des recherches sur sa production .....	<b>8</b>
2. <b>LES HUILES VEGETALES</b> .....	<b>9</b>
2.1.    Quelques types d'huiles utilisées.....	<b>9</b>
2.1.1.    Huile de Microalgues .....	<b>9</b>
2.1.2.    Huile Pongamia pinnata .....	<b>9</b>
2.1.3.    Huile de Jatropha.....	<b>10</b>
2.1.4.    Huile de Palme .....	<b>10</b>
2.1.5.    Huile de Tournesol .....	<b>10</b>
2.1.6.    Huile de Colza.....	<b>10</b>
2.1.7.    Huile d'Arachide .....	<b>10</b>
2.1.8.    Huile de Coton.....	<b>10</b>
2.2.    Les paramètres d'huiles à considérer pour la transesterification.....	<b>11</b>
3. <b>LES ALCOOLS</b> .....	<b>11</b>
3.1.    Le méthanol.....	<b>11</b>
3.2.    L'éthanol .....	<b>11</b>
4. <b>LES GENERALITES SUR LES REACTIONS DE TRANSESTERIFICATION</b> .....	<b>12</b>
4.1.    Equation de la réaction de transesterification.....	<b>12</b>
4.2.    Facteurs influençant la réaction de transesterification .....	<b>12</b>

4.2.1.	Les acides gras libres et l'eau .....	12
4.2.2.	Type et quantité de catalyseur .....	13
4.2.3.	Ratio molaire alcool/huile et type d'alcool.....	13
4.2.4.	Temps de réaction et température.....	14
4.2.5.	L'agitation .....	14
4.3.	Propriétés de la réaction .....	14
5.	PROCEDE DE PRODUCTION DE BODIESEL .....	15
5.2.	Les principales catalyses .....	15
5.2.1.	Catalyse homogène.....	15
5.2.2.	Catalyse hétérogène.....	15
5.3.	Mode fonctionnement.....	16
5.4.	Les différentes étapes de production de biodiesel .....	16
5.4.1.	Etape de mélange des réactifs.....	16
5.4.2.	Etape de réaction .....	16
5.4.3.	Etape de décantation.....	16
5.4.4.	Etape de lavage.....	16
5.4.5.	Etape de séchage.....	17
6.	RESUME DE L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....	17
<b>CHAPITRE 2: MATERIELS ET METHODES .....</b>		<b>18</b>
1.	CADRE DU TRAVAIL : LE LBEB .....	19
2.	REACTEUR PILOTE DE TRANSESTERIFICATION.....	20
2.1.	Description et fonctionnement .....	20
2.2.	Mode opératoire .....	21
3.	MATERIEL ET METHODE DE NOS MANIPULATIONS .....	21
3.1.	Matériel .....	21
3.2.	Méthode.....	23
<b>CHAPITRE 3: RESULTATS ET DISCUSSIONS.....</b>		<b>25</b>
1.	RESULTATS .....	26
1.1.	Etudes préliminaires .....	26
1.1.1.	Indice d'acide IA .....	26
1.1.2.	Dispositif expérimental à ballon.....	26
1.1.2.1.	Expériences réalisées avec le NaOH et le KOH.....	26
1.1.2.2.	Expériences réalisées en variant la concentration du KOH.....	27
1.2.	Réacteur pilote.....	28
2.	DISCUSSIONS .....	30

2.1. Types de catalyseurs : NaOH et KOH.....	30
2.2. Variation de la concentration du KOH.....	30
2.3. Echantillons analysés à la SONABHY.....	31
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>32</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>34</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>37</b>

# **INTRODUCTION GENERALE**

## **1. CONTEXTE**

La situation socio-économique et environnementale fortement marquée de notre temps par l'envolée du prix du baril de pétrole avec un record de 146 dollars US le baril, le 3 juillet 2008 [ 1], le réchauffement climatique dû aux émissions de gaz à effet de serre, la raréfaction d'une part des sources énergétiques, la diversification des sources d'approvisionnements d'autre part, a suscité et suscite l'intérêt aussi bien des décideurs politiques que les chercheurs et les scientifiques du monde entier.

L'Afrique, maillon faible du système économique et commercial international dépend énergétiquement de la production pétrolière. Face à la poussée démographique et le développement du secteur des transports, les besoins en pétrole des pays africains ne font que croître. Ce qui accentue leur dépendance énergétique des pays producteurs du pétrole et du coup, rendant vulnérable les pays africains aux éventuelles fluctuations du cours du baril de pétrole. De plus, ces fluctuations se répercutent à tous les niveaux de l'échelle socio-économique : du ménage jusqu'aux grandes unités de productions.

Conscients de ce risque, les pays africains s'intéressent aux énergies renouvelables comme le biocarburant afin de remplacer les dérivés du pétrole dans le secteur des transports pour limiter leur dépendance et avoir accès une source d'énergie à moindre coût.

C'est ainsi l'Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2IE) dont la principale mission est d'œuvrer pour le développement de l'Afrique, en collaboration avec le Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement (CIRAD) s'intéressant aux recherches appliquées, s'est doté d'un réacteur pilote de transestérification pour mener des travaux de recherches dans le but de produire et d'optimiser la synthèse alcoolique.

Beaucoup de travaux ont été menés pour estérifier les huiles végétales à partir du méthanol, qui est un sous produit d'activités pétrolières. L'intérêt de nos jours est de travailler avec de l'éthanol qui est obtenu par la fermentation de la biomasse sucrière.

Cependant, l'estérification éthanolique est plus complexe que l'estérification méthanolique, les rendements sont moins bons, l'éthanol est difficile à sécher et surtout les produits de la réaction (glycérine et biodiesel) sont difficiles à séparer en fin de réaction.

C'est pourquoi, l'enjeu de ce travail est de préparer le terrain à des futurs travaux de production à une échelle relativement importante du biocarburant à 100% des biomasses locales disponibles, d'optimiser et de surtout de maîtriser la technique de cette production. Cette étude entrant dans le cadre du mémoire de fin d'études du cycle de master inscrit dans la suite des travaux de fin d'études réalisées par d'autres étudiants.

Le rapport accompagnant ces travaux de mémoire comporte trois chapitres : une étude bibliographique, ensuite la présentation et description de matériels et méthodes utilisés et enfin la présentation des résultats obtenus et la discussion qui s'en est suivie.

## **2. OBJECTIFS DE L'ETUDE**

L'objectif du présent mémoire est d'étudier à l'échelle pilote la synthèse de biodiesel par transesterification alcoolique des huiles végétales d'Afrique de l'ouest.

De manière spécifique, il est question de :

- Faire une étude bibliographique assez fouillée et étoffée sur la production de biodiesel par estérification d'huiles végétales : identification des différentes voies catalytiques existantes/procédés utilisés permettant d'obtenir de bons rendements et adaptables au contexte africain ;
- Développer le protocole d'utilisation du nouveau réacteur pilote ;
- Effectuer des essais de transesterification avec du méthanol et éventuellement avec de l'éthanol ;
- Optimiser la réaction en faisant varier les paramètres de réaction (stœchiométrie, catalyseur, température, pureté des réactifs).

## **3. METHODOLOGIE**

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

- **Axe 1 : La recherche documentaire :**

C'est une phase au cours de laquelle nous avons identifié et localisé des sources d'information. Il s'en est suivi des consultations dans les bibliothèques du ZIE et du CIRDC (Centre d'Information de Recherche pour le Développement). Il est à remarquer que la bibliothèque du ZIE n'a pas une dotation assez fournie en matière de biocarburant. Par ailleurs, il est à souligner le rôle très important et capital qu'a joué l'internet dans ce travail.

Enfin, il y avait eu deux ateliers dont nous avons bénéficié, l'un portant sur la présentation et structure d'un mémoire et l'autre sur la recherche bibliographique.

- **Axe 2 : Les manipulations :**

Nos manipulations ont commencé d'abord par le montage du nouveau réacteur pilote au cours duquel nous avons assisté le technicien à l'assembler et réaliser des essais de transesterification méthanolique.

Par la suite, ont commencé véritablement les manipulations entrant dans le cadre de ce mémoire. Il y avait eu deux types de manipulations effectuées exclusivement au méthanol : les uns utilisant le réacteur pilote et les autres dans le dispositif expérimental composé du ballon, du bain-marie, du réfrigérant, etc.

- **Axe 3 : Les traitements de données :**

C'est un exercice d'analyse, d'interprétation et discussion des données obtenues expérimentalement.

**CHAPITRE 1 :**

**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

## **1. LE BIODIESEL**

### **1.1. Bref aperçu de biodiesel dans le monde**

Le biodiesel est un biocarburant obtenu à partir d'huile végétale ou animale, transformée par un procédé chimique appelé transestérification faisant réagir cette huile avec un alcool (méthanol ou éthanol), afin d'obtenir un Ester Méthylique des Huiles Végétales (EMHV) ou un Ester Ethylique des Huiles Végétales (EEHV) (selon l'alcool utilisé).

La réaction de transestérification, connue depuis plus d'un siècle n'a été adaptée qu'au courant des années 1980 pour aboutir à des procédés industriels de fabrication des EMHV, communément désignés sous le nom de biodiesel, ou en France sous la marque Diester [2] (contraction des mots diesel et ester).

Selon le rapport 2008 de la société ENERS Energy Concept, une Plateforme sur les Biocarburants, la production mondiale de biodiesel en 2007 s'élève à 10.561.000.000 litres dont les principaux producteurs sont l'Allemagne, les Etats-Unis et la France avec une production respective de 3.255.000.000 litres, 1.703.000.000 litres et 982.000.000 litres soit 31%, 16% et 9% de la production mondiale [3].

### **1.2. Etat des lieux des recherches sur sa production**

De nombreuses méthodes ont été développées par les chercheurs et les scientifiques sur la production de biodiesel de part le monde. Nul n'est besoin ici de mentionner toutes ces méthodes mais nous nous attèlerons à citer les résultats de quelques travaux nous intéressants dans notre présente étude.

Ces études ont porté sur les huiles usagées et non usagées, comestibles et non comestibles et animales et végétales. Les principales huiles végétales utilisées pour la production de biodiesel sont : huile de soja, huile de tournesol, huile de colza, huile de jatropha, huile de palme, huile de lin, etc. La plupart de ces études ont été menées avec du méthanol.

L'université de Caire en Egypte, a mené en 2007, une étude sur l'optimisation de la production et l'évaluation de la qualité de biodiesel produit à partir des huiles de friture domestique et des restaurants. Les huiles en question étaient les huiles de tournesol aussi bien usagées que non usagées. D'excellent rendement était obtenu en utilisant un ratio méthanol/huile de 6 :1, le catalyseur KOH (1%) et 65°C de température pour 1 heure de réaction. De plus, les rendements de deux types d'huiles ont atteint 96,15% dans les conditions optimales [4].

Meher et al rapportent, selon leur étude expérimentale que les conditions optimales de la méthanolyse de l'huile de pongamia étaient : 1% KOH, le ratio molaire méthanol/huile 6 :1, température de réaction 65°C, vitesse d'agitation 360 rpm pour une période de 3h. Le rendement de l'ester méthylique est supérieur à 85% en 15 mn. La réaction est presque complète au bout de 2h avec un rendement de 97 à 98% pour un ratio de 12 :1 ou plus, et elle devient complète en moins d'une heure (1h). De plus, la réaction était incomplète avec une vitesse plus basse c'est-à-dire de 180 rpm [5].

Une équipe de chercheurs des universités nigérianes a mené une étude sur la durée optimale de la transesterification de l'huile de palmiste pour la production de biodiesel. Une série de trois essais est réalisée pour chaque réaction exécutée aux différentes durées suivantes : 30, 45, 60, 75, 90, 105 et 120 mn. Les conditions de réaction étaient : 100g d'huile de palmiste, 60°C de température, 1% KOH et 20% éthanol (de masse d'huile). Les rendements moyens obtenus aux temps respectifs cités ci-dessus : 87,4 ; 90,1 ; 92,5 ; 94,2 ; 96,0 ; 96,0 et 96,0%. Le meilleur rendement était obtenu au bout d'un temps de 90 mn [6].

Tint Tint Kywe et Mya Mya Oo ont eu à produire de biodiesel d'huile de Jatropha à partir du méthanol et d'éthanol et ont obtenu de rendements respectifs de 92 et 90%. Pour le méthanol, ils utilisèrent comme catalyseur NaOH à 1%, température de réaction 65°C, temps de réaction 1h et le ratio molaire méthanol/huile 6 :1. En ce qui concerne l'éthanol, la concentration du catalyseur KOH est de 1%, température de réaction la température ambiante, durée de la réaction 5 h et le ratio éthanol/huile 8 :1 [7].

## **2. LES HUILES VEGETALES**

En principe, toute huile végétale peut être utilisée comme carburant soit directement ou soit par conversion en biodiesel. Mais pour des raisons de prix, de rendement à l'hectare, d'écobilan, de disponibilité de ces huiles, certaines d'entre elles sont préférées par rapport aux autres.

### **2.1. Quelques types d'huiles utilisées**

#### **2.1.1. Huile de Microalgues**

Les microalgues sont des algues microscopiques. Certaines de ces espèces ont une richesse en huile jusqu'à hauteur de plus 50% de leur masse. Ces microalgues offrent des perspectives assez intéressantes non seulement à cause de leur richesse en huile mais leur croissance rapide permettant d'effectuer des récoltes complètes en quelques jours seulement.

A cet effet, les chercheurs américains, japonais, français et allemands ont projeté de produire à l'échelle industrielle du carburant à base d'huile d'algues (microalgues) [8].

#### **2.1.2. Huile Pongamia pinnata**

Le pongamia est un arbre à croissance rapide, fixateur d'azote, très résistant à la sécheresse, pousse en plein soleil, sur les sols difficiles, même sur les sols salés et producteur d'huile. Au regard de certaines aptitudes de cet arbre, l'Inde encourage sa plantation sur des terres impropres à la culture traditionnelle [8].

### **2.1.3. Huile de Jatropha**

Le jatropha curcas ou pourghère est un arbuste des zones arides pouvant atteindre une hauteur de 4 à 5 m au bout de 3 à 4 ans de croissance. Cet arbuste nécessite très peu d'eau et de nutriments pour sa croissance. Sa culture dans les zones menacées de désertification assure la protection du sol de l'érosion et la rétention d'eau. C'est une plante oléagineuse dont son rendement moyen en huile est de 1892 litres/ha/an (Chisti 2007) [8].

### **2.1.4. Huile de Palme**

Elle occupe la deuxième position mondiale en terme de production après l'huile de soja [2], l'huile de palme est assez bien connue en Afrique centrale qu'en Afrique de l'ouest particulièrement dans les zones côtières du Cameroun, de la Côte- d'Ivoire, du Nigeria, etc. Dans la plupart de pays africains, cette huile est utilisée à des fins alimentaires. Mais au Nigeria, un vaste projet de développement de la culture du palmier à huile a été lancé dans le but de produire du biocarburant [9]. C'est en Asie du sud-est que la production d'huile de palme pour le biocarburant a été massivement développée au prix de la déforestation [8].

L'huile de palme donne généralement un bon rendement de culture de 5000 litres/ha/an.

### **2.1.5. Huile de Tournesol**

C'est une huile produite à partir des graines de tournesol. Ayant un écobilan excellent, très légère, cette huile est très utilisée comme biocarburant mais elle a la particularité de contenir plus de gomme que l'huile de colza, par exemple. Son rendement moyen est de 662 litres/ha/an [8].

### **2.1.6. Huile de Colza**

Extraite de graines de colza, c'est une huile très pauvre en acides gras saturés. Elle est facilement utilisable en tant que biocarburant et peu chère. Le rendement moyen de colza est de 572 litres/ha/an [8].

### **2.1.7. Huile d'Arachide**

C'est une huile claire très polyvalente, ne nécessitant pas de raffinage pour pouvoir être cuite sans risque cancérigène. L'huile d'arachide est l'une des huiles alimentaires les plus consommées en Afrique et ne pourrait être utilisée sans précaution comme biocarburant car elle fige à de température haute (son point trouble serait 13°C) [8].

### **2.1.8. Huile de Coton**

Classée au rang de la cinquième huile alimentaire mondiale la plus consommée [9], l'huile de coton est peu connue en Europe mais très développée dans les pays africains producteurs de coton comme le Burkina, le Togo, le Mali, le Tchad, le Cameroun, la Côte-d'Ivoire, etc.

Cette huile est d'abord utilisée dans la cuisson des aliments. Elle est, par la suite valoriser énergétiquement pour produire de l'électricité. C'est le cas depuis 1988 des sociétés cotonnières du Mali et du Tchad [9].

## **2.2. Les paramètres d'huiles à considérer pour la transesterification**

Les spécifications [2] suivantes concernant les huiles ne sont appliquées que pour les catalyses homogènes et sont :

- Indice d'acide IA (exprimé en mg KOH/g huile) < 1 ;
- Teneur en phosphore  $\leq 10$  ppm ;
- Teneur en eau (% poids)  $\leq 0,1$ .

Pour les catalyses hétérogènes, ces spécifications restent valables sauf l'indice d'acide IA (exprimé en mg KOH/g huile) doit être inférieur ou égal à 10.

## **3. LES ALCOOLS**

L'alcool est l'un de deux réactifs mis en jeu lors de la réaction de transesterification. Dans notre présente étude, nous utiliserons le méthanol et l'éthanol.

### **3.1. Le méthanol**

Le méthanol de formule  $\text{CH}_3\text{OH}$  est un produit chimique très toxique résultant de la synthèse du dihydrogène avec le monoxyde de carbone. Il fond vers  $-95^\circ\text{C}$ , bout à  $64,7^\circ\text{C}$  et à une densité de 0,79 à la température de  $20^\circ\text{C}$  [10].

Peu soluble mais très réactif, le méthanol est utilisé dans beaucoup de synthèses dont celle des EMHV. A cet effet, il doit respecter les recommandations [2] ci-dessous :

- Teneur en méthanol (% poids)  $\geq 99,85$  ;
- Teneur en eau (% poids)  $\leq 0,1$ .

### **3.2. L'éthanol**

De la classe des alcools primaires, l'éthanol de formule  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{-OH}$  à usage des boissons et usage industriel, est obtenu par fermentation de solutions sucrées, naturelles (jus de raisin, canne à sucre, etc.) ou artificielles (hydrolyse de l'amidon). La majeure partie de l'éthanol à usage industriel est synthétisé à partir de l'éthanal ou de l'éthylène issu du pétrole.

L'éthanol a une température de fusion de  $-114,1^\circ\text{C}$ , une température d'ébullition de  $78,3^\circ\text{C}$  et une densité de 0,789 à  $20^\circ\text{C}$  [10].

L'éthanol est plus soluble mais moins réactif que le méthanol ce qui a un impact positif sur le rendement mais négatif sur la vitesse [11] lors des réactions de transesterification.

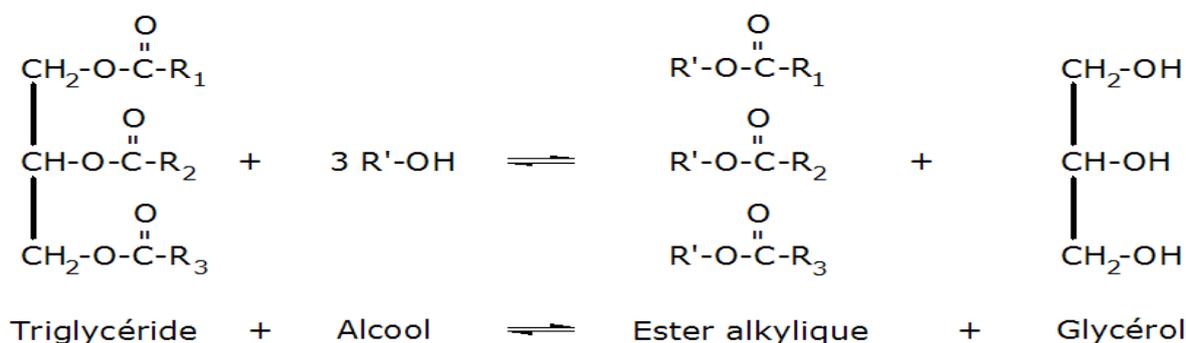
#### 4. LES GENERALITES SUR LES REACTIONS DE TRANSESTERIFICATION

La transesterification est un procédé chimique dans lequel une huile végétale ou animale est mélangée à un alcool en présence d'un catalyseur pour obtenir de l'ester alkylique d'huile végétale ou animale communément appelé biodiesel.

Le passage d'état d'huile à celui d'ester permet de : réduire la masse moléculaire au tiers de celle de l'huile, réduire la viscosité d'un facteur de huit, réduire la densité et augmenter sa volatilité [2].

##### 4.1. Equation de la réaction de transesterification

Cette réaction de transesterification est régie par l'équation bilan ci-dessous suivante :



##### 4.2. Facteurs influençant la réaction de transesterification

Beaucoup de paramètres affectent le processus de la réaction de transesterification et sont : la condition de réaction, le ratio molaire alcool/huile, le type et la quantité de catalyseur, le temps et la température de réaction, la pureté de réactifs des acides gras libres et de la teneur en eau des huiles, etc. [13]

###### 4.2.1. Les acides gras libres et l'eau

Les acides gras libres et l'eau sont des paramètres clés dans le processus de transesterification. La teneur en acides gras libres d'huile entrave la transformation de cette dernière, par la réaction de saponification (formation de savon). C'est pourquoi, l'acidité de l'huile doit être inférieure à 3% [13]. En effet, au cours de cette transformation, il s'y déroule au même moment de réactions parasites parallèles. Les acides gras réagissent avec un catalyseur (basique) pour former le savon. De plus, l'eau à son tour, dissocie lorsque la température augmente, les molécules de triglycérides en molécules de glycérides et acides gras [11]. Ces derniers vont renforcer la réaction de saponification en cours. Ce qui, inévitablement réduira le rendement de la conversion d'huile en ester. En somme, plus l'acidité de l'huile est élevée moins sera le rendement de conversion.

#### **4.2.2. Type et quantité de catalyseur**

Il existe trois grandes classes de catalyseurs [2]:

- Les catalyseurs basiques : hydroxydes, alcoolates ou savons de métaux ou alcalino-terreux (Li, Na, K, Ca, Ba, Cs...), amines de la famille des guanidines, par exemple ;
- Les catalyseurs acides : acides minéraux (HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), acides sulfoniques, résines échangeuses d'ions (acide fort), zéolithes ;
- Les catalyseurs enzymatiques ou autres : alcoolates de titane (Ti(OBu)<sub>4</sub>, Ti(OiPr)<sub>4</sub>...), oxydes de divers métaux tels que Sn, Mg, Zn, Ti, Pb...

Les catalyseurs basiques utilisés pour la transesterification de triglycéride parmi lesquels NaOH, NaOMe, KOH et KOMe sont les plus efficaces [13]. Par ailleurs, la technique de catalyseurs basiques en milieu homogène est la plus employée par ce qu'elle est la moins coûteuse et peut s'effectuer à de basses températures et de pressions.

Les catalyseurs acides sont conseillés pour des huiles ayant de teneurs en acides gras et en eau très élevées. Ce type de catalyseurs est rarement utilisé du fait de leur moindre réactivité et des risques élevés de corrosion des installations industrielles.

La proportion de la quantité du catalyseur à utiliser varie dans une fourchette de 0,5 à 1% de la masse d'huile, pour un rendement de conversion de 94 à 99% [13].

#### **4.2.3. Ratio molaire alcool/huile et type d'alcool**

Une autre variable importante affectant le rendement de conversion en ester est le ratio molaire alcool/huile végétale. Selon la stœchiométrie de la réaction de transesterification, 3 moles d'alcool réagissent avec 1 mole de triglycéride. Cependant, un excès d'alcool est requis pour déplacer l'équilibre de la réaction vers la droite. Le ratio normal utilisé dans le processus industriel est 6. Il n'a pas d'effet sur l'acide, le peroxyde, la saponification et la valeur de l'iode des esters méthyliques [13]. Cependant, un ratio molaire plus grand interfère dans la séparation de la glycérine car il accroît sa solubilité. A cet effet, la glycérine résiduelle ramène l'équilibre de la réaction vers la gauche, du coup, baisse le rendement.

La transesterification éthanolique de l'huile de cynara avec de ratios variant entre 3 :1 et 15 :1, donne de meilleurs résultats pour des ratios compris entre 9 :1 et 12 :1. Pour un ratio molaire moins de 6 :1, la réaction est incomplète. Pour un ratio de 15 :1, la séparation de glycérine est difficile et le rendement apparent décroît à cause du glycérol résiduel. Alors, le meilleur semble être obtenu pour le ratio 9 :1 [14].

Le méthanol et l'éthanol sont les principaux alcools utilisés dans les réactions de transesterification. Le méthanol a une meilleure réactivité que l'éthanol mais sa solubilité est moindre d'où une limitation de rendement due transfert de masse. L'éthanol, par contre, est soluble mais moins réactif que le méthanol, ce qui a un impact positif sur le rendement mais négatif sur la vitesse de réaction. Cet avantage sur le rendement se trouve affecté par ailleurs, par le fait que le mélange obtenu après la réaction faite avec l'éthanol, forme une forte émulsion et pose donc de difficultés lors de la séparation.

### **Détermination des ratios volumiques huile/alcool**

Soit  $\rho$  la masse volumique du corps en g/l et  $M$  en g/mol, sa masse molaire. Le nombre de moles par litre du corps est donné par la formule suivante:  $n = \rho/M$

Après calcul, les résultats obtenus de  $n$  ci après :

**Tableau 1: Paramètres des réactifs**

Réactifs		$\rho$ (g/l)	$M$ (g/mol)	$n$ (mol/l)
Alcools	Méthanol	790	32	<b>24</b>
	Ethanol	791	46	<b>17</b>
Huile végétale		900	880	<b>1</b>

(Source : Mémoire de fin d'études de LOMPO Joana) [15]

Le ratio molaire ( $r_m$ ) huile/alcool optimal étant de 6, le ratio volumique ( $r_v$ ) est obtenu par la fraction du nombre de moles ( $n$ ) par le ratio molaire ( $r_m$ ) :  $r_v = n / r_m$ . Ainsi on a :

***Le ratio volumique huile/méthanol est de 4***

***Le ratio volumique huile/éthanol est de 2,83.***

#### **4.2.4. Temps de réaction et température**

La littérature (Freedman et al 1984) révèle que la température a une forte influence sur la vitesse de réaction. L'augmentation de température permet d'atteindre rapidement l'état d'équilibre [12]. Cependant, cet équilibre peut être atteint même avec une température ambiante mais nécessitera un temps assez long. Pour un temps donné, on atteint l'équilibre à des températures de 60 –70°C.

L'étude réalisée sur l'optimisation des esters méthyliques de l'huile de jatropha par Chitra et al (2005), a considéré les temps de réaction entre 30 – 120 mn. Elle montre que le rendement de biodiesel augmente avec le temps avec un maximum en 90 mn de réaction [6].

#### **4.2.5. L'agitation**

L'agitation favorise un bon contact entre les réactifs et homogénéise le milieu réactionnel. Il est très important que l'huile et le catalyseur se mélange bien dans une réaction de transesterification.

### **4.3. Propriétés de la réaction**

La réaction de transesterification est une réaction lente, limitée et athermique.

## 5. PROCEDE DE PRODUCTION DE BIODIESEL

La production de biodiesel est caractérisée par le type de catalyse et son mode de fonctionnement. A cet effet, il existe deux principaux types de catalyses à savoir : une catalyse homogène et une autre hétérogène qui fonctionnent soit en mode continu ou discontinu.

Il est à rappeler que, la catalyse est par définition, l'action d'une substance appelée catalyseur sur une transformation chimique dans le but d'accélérer la cinétique de cette conversion.

### 5.2. Les principales catalyses

#### 5.2.1. Catalyse homogène

Une catalyse est dite homogène lorsque le catalyseur et les réactifs ne forment qu'une seule phase (souvent liquide). C'est la catalyse la plus utilisée et peut être réalisée avec les catalyseurs basiques ou acides. Toutefois, les catalyseurs basiques sont les utilisés à cause leur grande réactivité et leur caractère non corrosif des installations industrielles.

La catalyse homogène requiert de conditions douces de température et de pression (45 à 85 °C sous une pression absolue maximum de 2,5bar) [2].

#### 5.2.2. Catalyse hétérogène

C'est une catalyse dans laquelle le catalyseur et les réactifs forment plusieurs phases (généralement un catalyseur solide pour des réactifs en phase solide ou liquide). Elle exige de conditions de température et de pression sévères (180°C à 200°C, 40 à 60 bars [2]). Et donc, elle n'est pas adaptée aux conditions de laboratoires et de petites et moyennes entreprises (PME).

Le tableau ci-dessous compare les deux types de catalyses pour la transesterification des huiles végétales.

**Tableau 2: Comparaison des catalyses homogène et hétérogène**

	<i>Catalyse Homogène</i>	<i>Catalyse Hétérogène</i>
Conditions de température et de pression	Douces : 45 à 85°C à la pression atmosphérique	Elevées : 180 à 220°C sous 40 à 60 bars
Vitesse de la réaction	Elevée	Faible
Séparation catalyseur/produits	Pas aisée	Facile
Formation de savons, émulsion	Oui	Non
Emission de gaz à effet de serre	Plus importante	Moins importante
Coût du catalyseur	Faible	Moins faible
Durée de vie du catalyseur	Courte	Plus longue
Rendement	98,5 à 99,4%	Peut atteindre 100%

(Source : Mémoire de fin d'études de LOMPO Joana) [15]

### **5.3. Mode de fonctionnement**

La classification du mode de fonctionnement continu ou discontinu est basée sur la présence ou non du flux de matière entrant ou sortant du système. Ainsi, le fonctionnement est dit discontinu (batch), lorsque la réaction de transesterification se déroule en fonction du temps sans flux de matière entrant ou sortant. En revanche, lorsque le système est ouvert et qu'il y a écoulement interne permanent, donc flux entrant et sortant, on parle d'un fonctionnement continu.

La réaction de transesterification en mode continu ou mode discontinu s'opère dans les conditions de température, de pression, de consommation d'énergie sensiblement les mêmes. Les unités de production continue sont des plus grandes capacités, supérieures à 100 000t/an.

### **5.4. Les différentes étapes de production de biodiesel**

#### **5.4.1. Etape de mélange des réactifs**

Les réactifs, l'huile et l'alcool (méthanol ou éthanol) sont introduits, puis mélangés dans la cuve servant de réacteur en présence du catalyseur. Selon la configuration du réacteur, les réactifs sont introduits soit directement dans la même cuve ou soit de manière séparés dans de différentes cuves par la suite, mélangés dans la cuve d'huile.

#### **5.4.2. Etape de réaction**

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

#### **5.4.3. Etape de décantation**

Après la formation des esters au cours de la transesterification, une étape de décantation du produit est nécessaire pour séparer le biodiesel du glycérol. Le glycérol plus dense que le biodiesel se condense dans la partie basse. La décantation peut s'effectuer dans le réacteur par gravité, ou dans des décanteurs statiques ou par des centrifugeuses pendant deux à trois heures de temps.

#### **5.4.4. Etape de lavage**

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

Cette opération s'effectue par lavage du biodiesel à l'eau. Une purification poussée des esters est réalisable par passage sur une colonne remplie d'un absorbant sélectif ou un lit de résines échangeuses d'ions. La distillation de type flash sous vide assure également la pureté de l'ester.

#### **5.4.5. Etape de séchage**

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

### **6. RESUME DE L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

Au terme de cette étude bibliographique qui a posé les fondements des travaux de mémoire, il sera question d'étudier la production de biodiesel dans le réacteur pilote d'un côté et d'étudier les rendements des réactions de différentes huiles en fonction de différents catalyseurs de l'autre.

Il sera question de deux types d'études qui vont se dérouler au cours de ce mémoire. Les premières études sont des études préliminaires visant à déterminer le catalyseur le plus performant de la gamme de catalyseurs dont le LBEB dispose, en déterminant entre autres, sa concentration optimale pour un meilleur rendement. C'est ainsi qu'on réalisera plusieurs manipulations dans un dispositif spécial expérimental comprenant : un agitateur, un bain-marie, un ballon, un réfrigérant et les accessoires. Trois types huiles seront utilisés à savoir : le jatropha, le coton et le palme. Et les catalyseurs vont être uniquement les catalyseurs basiques le NaOH et le KOH.

Avec le catalyseur le plus efficace, une série de manipulations sera faite en faisant varier sa concentration en vue de déterminer la proportion optimale pour un meilleur rendement.

Le second type d'études est effectué dans le réacteur pilote afin de caractériser le comportement dudit réacteur aux instants réactionnels différents en vue d'étudier les échantillons correspondants à ces instants.

Toutes les manipulations correspondant à la catalyse homogène se dérouleront dans les conditions optimales à savoir : le ratio molaire ROH/HV = 6 :1, la température T=60°C pour une durée de réaction de 120 minutes.

**CHAPITRE 2 :**

**MATERIELS ET METHODES**

## **1. CADRE DU TRAVAIL : LE LBEB**

Inauguré le 13 septembre 2008 par les commissaires européens en charge du développement et l'aide humanitaire et en charge de l'énergie respectivement Mr Louis MICHEL et Mr Andris PIEBALGS et l'ambassadeur de France au Burkina Faso Mr François GOLDBLATT, le Laboratoire de Biomasse, Energie et Biocarburant (LBEB) est créé en 2006 grâce à la collaboration 2IE et CIRAD avec l'appui de l'Union Européenne et la France.

Le LBEB, laboratoire relevant de l'UTER GEI, a été conçu et réalisé à des fins de développements de recherches et des formations susceptibles de contribuer aux contraintes du développement durable des pays africains.

Les principaux domaines d'intervention du LBEB [16] sont :

- Caractérisation des biomasses africaines comme combustibles ;
- Biocarburants de première génération : les huiles végétales et le biodiesel ;
- Biocarburants de seconde génération et hydrogène ;
- Productions de charbons activés ;
- Dimensionnement d'unités pilotes de transformation de produits agroalimentaires alimentées en biomasse énergie (couplage solaire).

En matière de ressources humaines, le LBEB dirigé par Dr. Joël BLIN dispose d'une équipe composée de :

- Enseignants chercheurs du 2IE: Dr. Mariama SIDO ;
- Doctorants : Sayon SIDIBE, François Xavier COLLARD ;
- Ingénieurs de laboratoire : FON Julius ;
- Stagiaires : ABOINA Gérard, Kaboré MADI, Gueye MBAYE, Ndiaye MOMATH, Nyaleu YATCHIN, Ibrahim DIOP et Juliette DARLU.

Les principaux équipements dont dispose le laboratoire sont entre autres:

- Des Fours à moufle pour réalisation de l'analyse immédiate;
- Une étuve pour le séchage à 105°C ;
- Deux réacteurs pilotes pour la production de biodiesel ;
- Un ensemble de verreries du laboratoire ;
- Une hotte pour la préparation des solutions méthaniques ;
- Un banc moteur pour les essais de bicarburation ;
- Un analyseur thermogravimétrique ;
- Un calorimètre pour la détermination de pouvoir calorifique ;
- Etc.

## **2. REACTEUR PILOTE DE TRANSESTERIFICATION**

### **2.1. Description et fonctionnement**

C'est l'équipement de la production de biodiesel qui comporte principalement quatre parties :

- Une armoire de commande munie des commandes marche et arrêt des agitateurs, des afficheurs numériques de réglage de température de consigne, de boutons de mise sous tension des résistances électriques et enfin un levier d'alimentation générale de toute l'armoire ;
- Une cuve d'alcool en acier inoxydable d'une capacité de 13 litres, surmontée d'un agitateur électrique pour homogénéiser le mélange. La cuve est ceinturée dans sa partie inférieure par une résistance commandée électriquement à partir de l'armoire pour chauffer la solution (alcool et catalyseur). Il y a deux sondes dont une de régulation et l'autre pour la sécurité. Elles servent respectivement au contrôle de la température d'alcool et à la coupure du courant lorsque la température de consigne est dépassée. Enfin, la cuve est dotée d'une ouverture de remplissage de solution fermée par un bouchon et il y a un ensemble de vannes de vidange et d'admission d'air ou de pression;
- Une cuve d'huile végétale en acier inoxydable aussi d'une capacité de 50 litres. Elle est équipée de la même manière que la cuve d'alcool c'est-à-dire, un agitateur, une résistance électrique, deux sondes de régulation et de sécurité, un ensemble des vannes assurant la fonction de vidange. La cuve d'huile possède de plus un indicateur de niveau d'huile, des conduites d'eau branchées au réseau d'eau pour le lavage du biodiesel. Enfin, les deux cuves se communiquent par l'intermédiaire d'une conduite en acier munie d'une vanne ;
- Enfin, il y a un condenseur alimenté en eau par le réseau à travers une conduite. Il permet de récupérer par condensation la vapeur d'alcool résiduel évaporé à la fin de la réaction.



**Photo 1: Réacteur pilote de transesterification**

## **2.2. Mode opératoire**

Voir l'annexe I : Protocole d'utilisation totale du réacteur pilote.

## **3. MATERIEL ET METHODE DE NOS MANIPULATIONS**

### **3.1. Matériel**

Le réacteur d'étude dont la photo ci-dessus, a été conçu, dimensionné par une étudiante du 2IE et fabriqué par le CIRAD à Montpellier. Il est d'une capacité de 50 litres pour la cuve d'huile végétale et 13 litres pour la cuve d'alcool. Les cuves sont en acier inoxydable pouvant supporter de températures de calculs de 100°C et 180°C respectivement pour les cuves d'alcool et d'huile. La vitesse d'agitation de ces cuves est constante et est de 159 rpm.

En plus du réacteur pilote, il a été conçu et réalisé un dispositif expérimental de production de biodiesel constitué : d'un agitateur, d'un bain-marie, d'un ballon en verre, d'un réfrigérant en verre aussi, d'un statif, des serres ballon et du barreau aimanté. Ce dispositif servant de réaliser les études préliminaires.



Les réactifs utilisés pour les expériences sont : le méthanol, les huiles de jatropha, de coton et de palme. Et les catalyseurs sont exclusivement des catalyseurs basiques : NaOH et KOH.

Le méthanol, étant choisi comme le seul alcool à utiliser durant toutes les réactions de transesterification, est fabriqué en France par le laboratoire VWR PROLABO et ayant une teneur en eau inférieure à 0,05%.

Quant' aux huiles, grâce à la collaboration 2IE et BELWET, une institution du **Larlé Naaba**, chef traditionnel mossi, l'huile brute purifiée de jatropha curcas est livrée au LBEB dans de bidons de 20 litres. L'huile de coton est une huile pure raffinée produite par la SN citec que le 2IE se la procure en bidon de 5 litres. Enfin, l'huile de palme est produite par une manufacture ivoirienne, COSMIVOIRE vendue dans de bidon de 20 litres.

Toutes ces huiles ont été d'abord utilisées d'abord en petite quantité pour les études préliminaires dans les ballons. Par la suite, seule l'huile de coton a fait l'objet d'étude dans le réacteur pilote afin de modéliser le rendement de sa production de biodiesel.

### **3.2. Méthode**

Deux types de manipulations ont été réalisés au cours de ce mémoire utilisant respectivement le réacteur pilote et le dispositif expérimental. Il y a eu une série des expérimentations effectuées dans le dispositif expérimental comprenant un ballon en verre d'une capacité de 500 ml et ensuite une seconde série faite non seulement sur l'ensemble de deux cuves du réacteur mais sur la seule cuve d'alcool dudit réacteur.

- Manipulations dans le dispositif expérimental :

Les manipulations dans le dispositif visent à déterminer les types d'huiles et du catalyseur donnant le plus grand rendement c'est-à-dire une production maximale de biodiesel au cours de la transesterification. A cet effet, deux séries de trois manipulations soit un total de 12 manipulations effectuées. La première série ayant pour catalyseur le NaOH et la seconde série, le catalyseur est le KOH. Au cours de ces manipulations, la concentration du catalyseur est de 1% de la masse d'huile végétale considérée et pour une proportion volumique d'alcool de 25% du volume d'huile végétale correspondant à un ratio molaire optimal ROH/HV de 6.

Le volume de l'échantillon considéré est de 250 ml soit une masse équivalente variant entre 225 à 226g selon le type d'huile.

Les conditions expérimentales se résument à la température de réaction de 60°C pour une durée de réaction de 2heures du temps, et une agitation modérée.

- Manipulations dans le réacteur pilote :

Contrairement aux manipulations dans le dispositif expérimental, les manipulations dans le réacteur visent à réaliser des courbes de comportement du réacteur c'est-à-dire des courbes expérimentales de rendement de biodiesel à partir des différents types d'huiles afin de permettre de prédire les rendements du réacteur dans les conditions spécifiques du LBEB.

Le volume minimal requis d'huile utilisé est de 5 litres pour un volume d'alcool de 1,25 litres. Quant' à la quantité du catalyseur, elle équivaut à la concentration optimale déterminée précédemment. Mais pour notre étude, nous avons utilisé un volume de 6litres d'huile de coton pour un volume de méthanol de 1,5litres.

La vitesse de l'agitation est constante et vaut 159 rpm. La température et la durée de réaction restent identiques à celles de manipulations sur le dispositif.

Afin de tracer la courbe de rendement de transesterification, au cours de toute la durée (2heures) de la réaction ; des prélèvements d'échantillons d'une quantité de 250ml ont été opérés toutes les 30 minutes. Chaque échantillon est décanté dans une ampoule à décanter

pour la séparation des phases glycérine et biodiesel. Le biodiesel est ensuite lavé plusieurs fois avant d'être séché dans l'étuve à une température de 105°C pendant 4 heures du temps.

- Estimation du rendement de la production de biodiesel

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

$$\eta = \frac{m_{ester}}{m_{huile}} \times 100$$

**CHAPITRE 3 :**

**RESULTATS ET DISCUSSIONS**

Au cours de ce stage au LBEB entrant dans le cadre du mémoire de fin d'études du cycle de master, plusieurs manipulations ont été menées sur différents types d'huiles végétales. Ces manipulations visent à déterminer entre autres, l'acidité des huiles végétales utilisées, à analyser les types de catalyseurs et leur dosage, puis à étudier les différents paramètres permettant d'obtenir les rendements maximum dans les réactions de transesterification.

De plus, les manipulations avaient pour objectifs particuliers d'étudier le comportement du réacteur pilote de transesterification en vue de modéliser sa courbe de rendement.

## **1. RESULTATS**

### **1.1. Etudes préliminaires**

#### **1.1.1. Indice d'acide IA**

**Tableau 3: Résultats de tests d'indice d'acide des huiles végétales**

	Jatropha	Coton	Palme
IA (mgKOH/g)	0,926	0,112	0,729

Les trois types d'huiles respectent les spécifications liées aux huiles devant être transesterifiées c'est-à-dire leurs indices d'acides sont tous inférieurs à 1. Mais en revanche, il est à remarquer l'huile de jatropha est un plus acide que les deux autres huiles. Cela est dû au fait que les huiles de coton et de palme sont des huiles raffinées, par contre l'huile de jatropha ne l'est pas. Elle a été simplement purifiée.

#### **1.1.2. Dispositif expérimental à ballon**

Avec ce dispositif, les expériences ont été exclusivement effectuées avec des catalyseurs basiques NaOH et KOH et aux huiles de jatropha, coton et palme. Par la suite, il y a avait variation de concentration du KOH uniquement avec les huiles précitées pour les expériences.

##### **1.1.2.1. Expériences réalisées avec le NaOH et le KOH**

**Tableau 4: Résultats de production de biodiesel en fonction du type de catalyseur**

	NaOH			KOH		
	GL (g)	BD (g)	$\eta$ (%)	GL (g)	BD (g)	$\eta$ (%)
Jatropha	62	95	42,04	43	168	74,34
Coton	58	175	77,43	46	203	89,82
Palme	53	177	78,67	47	182	80,89

Il ressort de ces résultats que la réaction avec la soude produit plus de glycérine que ne le fait la réaction utilisant la potasse. De plus, la glycérine due à la potasse est quasiment constante. Soit une proportion moyenne de glycérine de 25% de la masse de l'échantillon pour le NaOH et 20% de glycérine pour le KOH

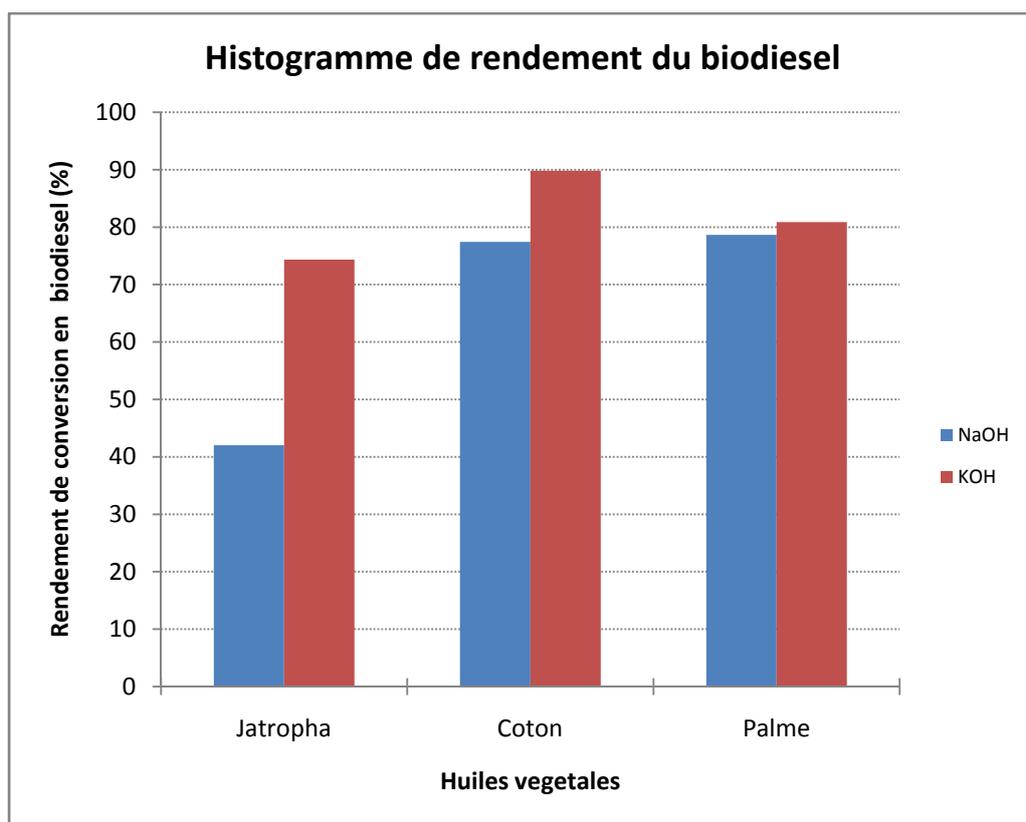


Figure 1: Histogramme de production de biodiesel en fonction de type des catalyseurs

L'histogramme illustre bien le meilleur rendement du catalyseur KOH par rapport au NaOH.

### 1.1.2.2. Expériences réalisées en variant la concentration du KOH

Tableau 5: Résultats de production de biodiesel en variant la concentration de catalyseur KOH

	Concentration en KOH : 0,5%			Concentration en KOH : 1%			Concentration en KOH : 1,5%		
	GL (g)	BD (g)	$\eta$ (%)	GL (g)	BD (g)	$\eta$ (%)	GL (g)	BD (g)	$\eta$ (%)
Jatropha	33	73	32,30	46	168	74,34	64	185	81,86
Coton	30	55	24,34	46	203	89,82	63	161	72,12
Palme	23	58	25,78	47	182	80,89	63	172	76,44

En faisant varier les huiles végétales et la concentration du catalyseur, le rendement maximal (89,82 %) est obtenu expérimentalement avec l'huile de coton avec une concentration de KOH de 1% de la masse d'huile végétale.

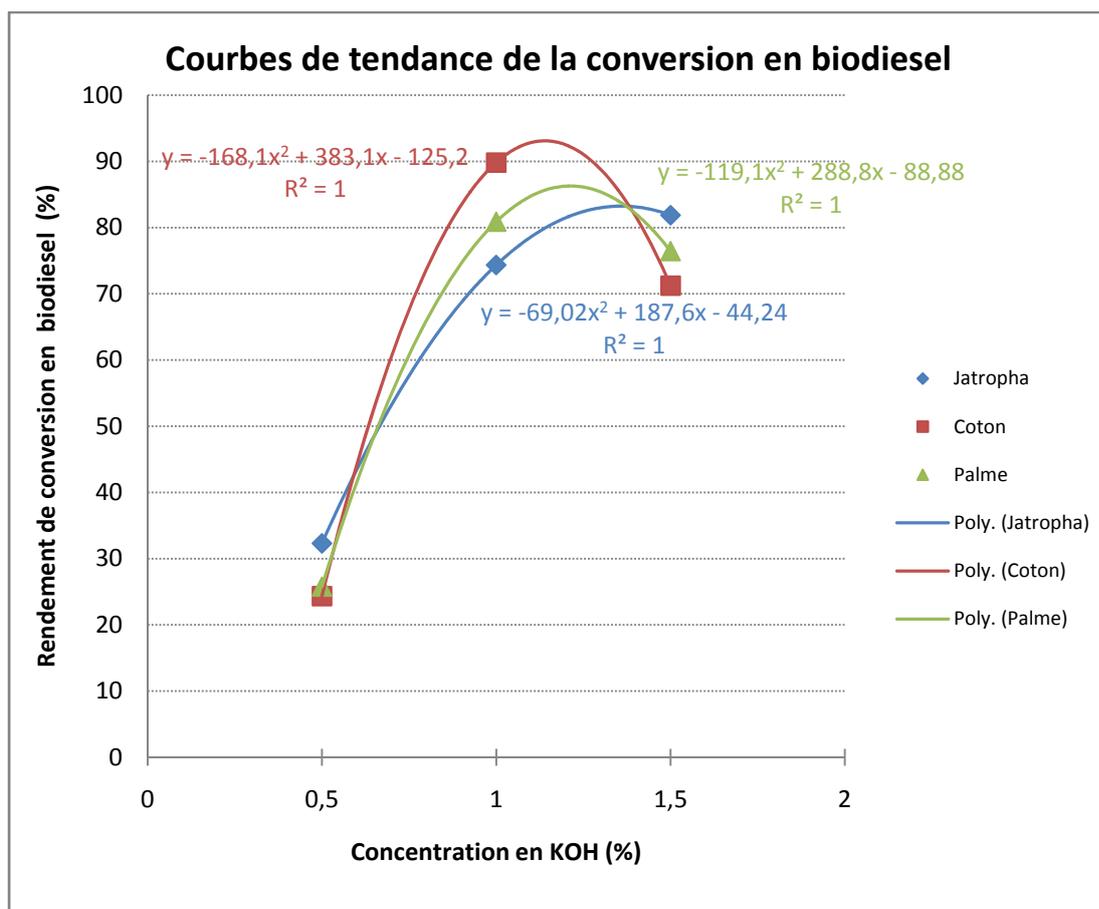


Figure 2: Courbes de tendances de production de biodiesel en fonction de type d'huile végétale

Les approximations des nuages de points des différentes huiles donnent des courbes de tendances d'allures toutes polynomiales de degré 2. Chacune de ces fonctions a un maximum qui est légèrement supérieur à 1%.

### 1.2. Réacteur pilote

Trois manipulations ont été effectuées dans le pilote avec les huiles de soja, de jatropha et coton dont les deux premières furent avec le catalyseur NaOH de concentration 0,20 % de la masse d'huile végétale et la dernière au KOH avec une proportion de 1% de masse d'huile.

Les rendements de deux premières manipulations étaient de 35,5% et 63,5% pour le soja et le jatropha. Quant' à la troisième à l'huile de coton, elle a donné un rendement de 80,85%.

## Etude comportementale : modélisation

Tableau 6: Résultats des échantillons prélevés au pilote aux temps de réaction

Numéros Echantillons	Durée (min)	Echantillons (g)	GL (g)	BD (g)	$\eta$ (%)
E30	30	218	37	152	69,72
E60	60	219	41	148	67,58
E90	90	219	42	133	60,73
E120	120	219	42	158	72,12

La production de biodiesel aux différents instants est sensiblement constante excepté, le cas de l'échantillon E90. Le même constat reste valable pour la glycérine.

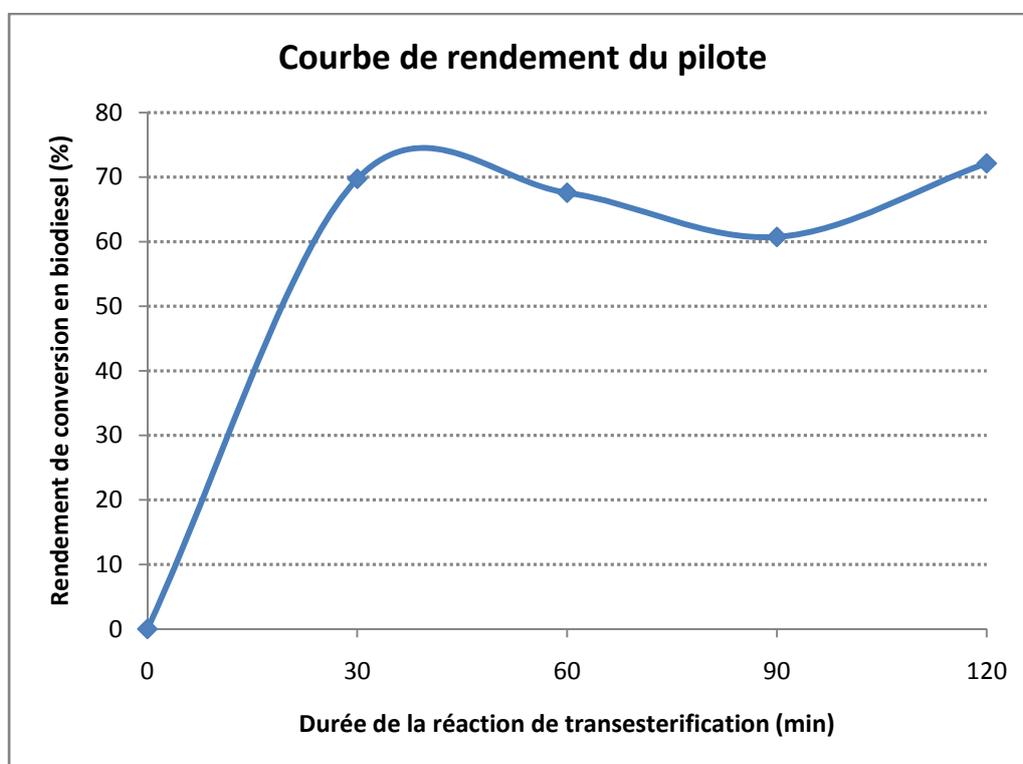


Figure 3: Courbe de comportement du réacteur pilote lors d'une réaction de transesterification

## Paramètres physico-chimiques des échantillons de biodiesel analysés :

Tableau 7: Paramètres des échantillons analysés à la SONABHY comparés à ceux du gazole

Echantillons	Masse volumique à 15°C (g/cm <sup>3</sup> )	Viscosité à 38,2°C (mm <sup>2</sup> /s)	Point de Trouble (°C)	Point d'écoulement (°C)	Indice de cétane
E30	0,883	4,28	8	6	55,1
E60	0,883	3,98	8	6	-
E90	0,883	3,92	7	5	-
E120	0,883	3,91	7	5	54,8
Gazole	Mini 0,820 Maxi 0,890	Mini 1,6 Max 5,9	Maxi +5		Mini 45

## 2. DISCUSSIONS

### 2.1. Types de catalyseurs : NaOH et KOH

D'après les littératures, les catalyseurs NaOH et KOH sont les catalyseurs basiques les plus utilisés en catalyse homogène car leur rendement est meilleur. Dans le cas de notre étude préliminaire, nous avons utilisé les huiles de coton, de jatropha et de palme. Le meilleur rendement de biodiesel a été obtenu avec du coton catalysé KOH pour une valeur de 89,82% contre 77,43% au NaOH. Ce qui confirme les littératures [18,19]. Pour les deux autres huiles, le KOH a toujours donné le meilleur rendement que le NaOH.

Par ailleurs, les catalyseurs NaOH et KOH contiennent chacun des atomes du sodium et du potassium qui sont des éléments chimiques alcalins fortement réactifs. Ce qui confère une forte réactivité à ces catalyseurs aussi. Il est à observer que le potassium se dissout facilement dans l'alcool lors de la préparation du catalyseur (température de fusion 63°C) que le sodium dont sa température de fusion est de 98°C. De plus, leurs densités, températures d'ébullition et masses atomiques molaires ne sont pas identiques. Toutes ces différences physico-chimiques pourraient justifier le meilleur rendement du KOH que celui du NaOH.

### 2.2. Variation de la concentration du KOH

En faisant varier la concentration du KOH de 0,5 à 1,5%, on obtient des rendements variant de 24,34 à 89,82% pour les différentes huiles. Les rendements obtenus à concentration de 0,5%, sont de loin inférieurs à ce qui se trouve dans les littératures [18,19]. Ce qui s'explique par des pertes du biodiesel lors de son lavage. Il faut observer que la production de glycérine à cette concentration est la plus faible des autres.

En revanche, nos rendements obtenus à 1% confirment ceux de littérature car, c'est à cette concentration qu'on obtient le rendement optimal. Ce qui est le cas ici avec une production près de 90%.

A une teneur de concentration de 1,5%, les proportions des rendements sont dans la gamme normale sauf qu'il faut remarquer qu'ici, le jatropha donne meilleur rendement (81,86%) que le coton. Il est suivi du palme avec 76,44%. On s'aperçoit que les huiles les plus acides donnent ici de meilleur rendement. Ce qui s'explique par le fait que, certaines huiles ont besoin un peu plus du KOH pour neutraliser d'abord les acides gras libres avant d'utiliser le reste pour catalyser les réactions.

Par ailleurs, l'étude des fonctions polynomiales approximant les courbes de tendances de rendement de conversion à concentration, donne des concentrations suivantes : 1,14 ; 1,21 et 1,35% respectivement pour les huiles de coton, de palme et du jatropha. Les rendements théorique correspondants à ces valeurs sont 93,07 ; 86,19 et 81,7%.

### **2.3. Echantillons analysés à la SONABHY**

On constate que l'échantillon E120 donne un meilleur rendement de 72,12%. En revanche, le plus faible est de 60,73% pour l'échantillon E90. Le rendement en 120 minutes est meilleur car la réaction aura terminé en durée qu'en 90 minutes. Selon l'étude des chercheurs nigériens [6], le rendement devient constant à partir de 90 minutes jusqu'à la fin de la réaction (120minutes par exemple). De plus, rendements des échantillons E30 et E60 sont meilleurs que E60. Le biodiesel produit aux instants 30 et 60 min, contient une certaine teneur d'huile végétale n'ayant pas encore totalement. Ce qui se justifie par leur viscosité d'après les analyses à la SONABHY.

Des paramètres analysés, on note une constance de valeurs pour tous les échantillons excepté, la viscosité qui varie. La variation de la viscosité est nette pour les instants 30 et 60 minutes mais de 90 à 120 minutes, on peut la considérer constante. A partir de 90 à 120 minutes, les échantillons ont de propriétés quasiment identiques.

En comparant nos échantillons aux spécifications de la SONABHY pour les gazoles, nous sommes la gamme de valeurs admissibles en l'occurrence pour la densité et la viscosité.

# **CONCLUSION GENERALE**

La production de biodiesel par transesterification alcoolique dans un réacteur pilote est un processus technico-chimique à priori facile à réaliser. Mais, ce processus requiert une très bonne connaissance de la littérature des techniques de production de biocarburant, en l'occurrence le biodiesel tant sur la cinétique des réactions que les conditions expérimentales.

A cet effet, la revue bibliographique nous a permis de fixer les conditions optimales théoriques cette étude à savoir : une température  $T = 60^{\circ}\text{C}$  et le ratio molaire ROH/HV = 6 pour une durée de réaction 120 minutes.

Les études préliminaires effectuées dans le dispositif expérimental constitué d'un agitateur, un bain-marie, un ballon servant de réacteur, un réfrigérant et les éléments accessoires, ont permis de déterminer que le KOH est plus efficace que le NaOH. L'utilisation de KOH comme catalyseur donne de très bon rendement de biodiesel quelque soit le type d'huile végétale utilisé. De plus, la concentration optimale de catalyseur dans une réaction de transesterification varie dans une fourche de 1 à 1,2% de la masse d'huile végétale utilisée.

Par ailleurs, la production de biodiesel dans le réacteur pilote avec différentes huiles, différents catalyseurs de concentration différente a donné de rendements différents les uns des autres. C'est ainsi, les productions de biodiesel aux huiles de soja et de jatropha avec pour catalyseur NaOH de concentration 0,2% de masse de ces huiles, ont donné de rendements de 35,5 et 63,5% pour le soja et le jatropha. Ensuite, l'utilisation du KOH à une concentration de 1%, a permis d'obtenir un rendement de conversion à l'huile de coton de 80,85%.

Des analyses ont été faites à la SONABHY sur les échantillons de biodiesel produit à base d'huile de coton dans le pilote, sur quelques paramètres d'analyse de la bonne qualité du gazole. Ces analyses relèvent une quasi-constance des valeurs de ces paramètres excepté celles de viscosité, pour les quatre échantillons prélevés à des instants de réactions différents. On note une décroissance de la viscosité dès les premiers instants de la réaction jusqu'à la fin de cette dernière, avec une très faible variation entre 90 minutes et 120 minutes.

Enfin, en guise de perspective, nous suggérons aux responsables du laboratoire LBEB de :

- Perpétuer l'étude de production de biodiesel car ni le temps ni les matériels ne nous ont permis de pousser très loin nos manipulations ;
- Faire des expériences sur le réacteur avec plusieurs types d'huiles. Mettre l'accent particulier sur le jatropha car nous sommes convaincus que le jatropha pouvant donner de meilleurs que l'huile de coton ;
- Faire une étude aussi sur la quantité d'eau à utiliser pour le lavage du biodiesel ;
- Etudier aussi la durée de séchage du biodiesel dans le réacteur dont nous n'y avons pas fait mais réalisé dans l'étuve à  $105^{\circ}\text{C}$ . La durée de séchage dans l'étuve, nous proposons environ 8 heures de temps.

# **BIBLIOGRAPHIE**

- [1] **Le journal Le Point**, *le prix du baril de pétrole dépasse les 146 dollars*. Article publié le 03/07/2008. <http://www.lepoint.fr/actualites-monde/le-prix-du-baril-de-petrole-depasse-les-146-dollars/924/0/257547>.
- [2] **BALLERINI. D et ALAZARD-TOUX. N**, *les Biocarburants, Etats de lieux, Perspectives et enjeux du développement*. Institut Français du Pétrole (IFP). France. Technip, 2006, 348p.
- [3] **ENERS Energy Concept**, *Production mondiale de biodiesel 2007*. Rapport 2008 publié sur le site: <http://www.eners.ch>.
- [4] **REFAAT.A.A, ATTIA.N.K, SIBAK.H.A, EL SHELTAWY.S.T, ELDIWANI.G.I, (2008)**, *Production optimization and assessment quality biodiesel from waste vegetable oil*. Int. J. Environ. Sci. Tech., 5(1), 75-82.
- [5] **MEHER L.C, VIDYA.S.S, DHARMAGADDA, NAIK.S.N**, *Optimization of alkali catalyzed transesterification of pungamia pinnata oil for production of biodiesel*. Bioresour Technol 2006, 97:1392-7.
- [6] **ALAMU.O.J, WAHEED. M.A, JEKAYINFAS.O, AKINTOLA.T.A**, *Optimal transesterification duration for biodiesel production from Nigeria palm kernel oil*. Agricultural engineering international: the CIGR Ejournal. Manuscript EE 07 018.Vol. XI. December, 2007.
- [7] **TINT.T.K, MYA.M.O**, *Production of biodiesel from jatropha oil in plant pilot*. Proceedings of world academy of science, engineering and technology. Volume 28, February 2009, ISSN: 2070- 3740.
- [8] **Wikipedia**, *Huile végétale carburant*. Article publié sur le site: [http://fr.wikipedia.org/wiki/Huile\\_végétale\\_pure](http://fr.wikipedia.org/wiki/Huile_végétale_pure).
- [9] **WAÏDJOLBE.W**, *Caractérisation physico-chimique des huiles végétales pour application comme biocarburant*. Mémoire de fin d'études du cycle d'ingénieur du 2<sup>ie</sup>. 2007.
- [10] **ENCARTA**, *Encyclopédie Microsoft Encarta 2006*.
- [11] **NTSOUKPOE.K.E**, *Modélisation phénoménologique d'un réacteur de transesterification pour la production de biodiesel comme combustible pour les moteurs diesel*. Mémoire de fin d'études du cycle d'ingénieur du 2<sup>ie</sup>. 2008.
- [12] **ISSARIYAKUL.T**, *Biodiesel production from fryer grease*. Thèse de doctorat. Department of chemical engineering of the university Saskatchewan. Canada. 2006. 173p.
- [13] **MURUGESAN.A et.al**, *Production analysis of biodiesel from non-edible oil*. A review. February 2008.
- [14] **ENCIAN.J.M, GONZALIZ.J.F, RODRIGUEZ.J.J, TAJEDOR.A**. *Biodiesels fuels from vegetable oils, transesterification of Cynara cardunculus L. oils with ethanol*. Energy fuel 2002 ; 16 :443-50.

[15] **LOMPO.J**, *Analyse et dimensionnement des procédés de production des carburants du futur : les procédés d'estérification*. Mémoire de fin d'études du cycle d'ingénieur du 2ie. 2008.

[16] **COULIBALY. Y, BLIN.J**, *Document de présentation LBEB*. Mars 2007

[17] **HUAYANG HE, SHIYAO SUN, TAO WANG, SHENLIN ZHU**, *Transesterification kinetics of soybean oil for production of biodiesel in supercritical methanol*. J Amer Oil Chem Soc (2007)

[18] **HAMED.M et.al**, *Two step process for biodiesel production from salmon oil*. Research paper. 2007 IAgrE. Published by Elsevier ltd.

[19] **CHITRA.P et al**, *Optimization of experimental conditions for biodiesel production from alkali-catalyzed transesterification of jatropha curcus oil*. Energy for sustainable development. Volume IX N°3. September 2005.

# ANNEXES

## **ANNEXE I : PROTOCOLE D'UTILISATION TOTALE DU REACTEUR PILOTE**

Le protocole N°1 a été développé dans le but de permettre à toute personne d'être à mesure d'utiliser le pilote de transesterification en vue de produire du biodiesel. Il s'agit ici d'utilisation de l'ensemble des cuves c'est-à-dire de la cuve d'alcool C<sub>1</sub> utilisé pour la préparation (dissolution) du catalyseur et la cuve d'huile végétale C<sub>2</sub> dans laquelle se déroule la réaction de transesterification.

### **1. DESCRIPTION DU REACTEUR :**

Le réacteur pilote du laboratoire comprend principalement quatre parties:

- Une armoire de commande munie des commandes marche et arrêt pour les commandes des agitateurs, des afficheurs numériques pour le réglage de la température de consigne ; de boutons de mise sous tension des résistances électriques et enfin un levier d'alimentation générale de toute l'armoire ;
- Une cuve d'alcool C<sub>1</sub> en acier inoxydable d'une capacité de 13 litres, surmontée d'un agitateur électrique pour homogénéiser le mélange. La cuve est ceinturée dans sa partie inférieure par une résistance commandée électriquement à partir de l'armoire pour chauffer la solution (alcool et catalyseur). Il y a deux sondes dont une de régulation et l'autre pour la sécurité. Elles servent respectivement au contrôle de la température d'alcool et à la coupure du courant lorsque la température de consigne est dépassée. Enfin, la cuve est dotée d'une ouverture de remplissage de solution fermée par un bouchon et il y a un ensemble de vannes de vidange et d'admission d'air ou de pression;
- Une cuve d'huile végétale C<sub>2</sub> en acier inoxydable aussi d'une capacité de 50 litres. Elle est équipée de la même manière que la cuve d'alcool c'est-à-dire, on y trouve un agitateur, une résistance électrique, deux sondes de régulation et de sécurité, un ensemble des vannes assurant la fonction de vidange. La cuve d'huile possède de plus un indicateur de niveau d'huile de la cuve, des conduites d'eau branchées au réseau hydraulique pour le lavage du biodiesel. Enfin, les deux cuves se communiquent par l'intermédiaire d'une conduite en acier munie d'une vanne ;
- Enfin, il y a un condenseur alimenté en eau par le réseau hydraulique à travers une conduite. Il permet de récupérer par condensation la vapeur d'alcool résiduel évaporé à la fin de la réaction.

### **2. MODE OPERATOIRE/PHASE DE TRANSESTERIFICATION :**

#### **2.1. Cuve d'alcool C<sub>1</sub>**

- S'assurer que la vanne V<sub>2</sub> située sur la conduite entre C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub> soit FERMEE ;
- Ouvrir le bouchon de C<sub>1</sub>, enlever le panier à base et y mettre la quantité du catalyseur convenable (concentration 1% de la masse d'huile végétale) préalablement pesé;
- Remettre le panier à sa place initiale ;

- Introduire le volume d'alcool convenable (1/4 du volume d'huile végétale pour le méthanol et 1/2,83 du volume d'huile végétale pour l'éthanol) dans la cuve C<sub>1</sub> et la refermer ;

**Δ Le méthanol est nocif, il ne faut pas respirer ses vapeurs et il faut manipuler rapidement pour éviter des pertes. Porter une paire de lunettes.**

## **2.2. Armoire de commande**

- Mettre l'armoire de commande sous tension en basculant le levier noir à droite de l'armoire, en position 1 ;
- Appuyer sur le bouton poussoir « VERT » ;
- Lancer l'agitation (Moteur A/M) en basculant sa commande en position marche « M » ;
- Basculer le commutateur des résistances (Régulateur A/M) en position marche « M » ;
- Régler la température de consigne de l'alcool sur l'afficheur en suivant les instructions ci-après :
  - Appuyer sur la touche [SET] de l'afficheur ;
  - Utiliser la touche [<R/S] pour se positionner ;
  - Utiliser les touches [▲] pour monter et [▼] pour descendre ;
  - Valider la consigne en appuyant sur [SET].

## **2.3. Cuve d'huile végétale C<sub>2</sub>**

- Vérifier l'état propre et sec de C<sub>2</sub>, sinon la nettoyer et la sécher ;
- S'assurer que les vannes d'alimentation en eau V<sub>x</sub> et de vidange V<sub>6</sub> et V<sub>7</sub> soient bien **FERMEES** ;
- Ouvrir le bouchon de C<sub>2</sub> et y verser le volume d'huile mesuré ;
- Fermer la vanne V<sub>8</sub> d'alimentation de l'indicateur du niveau ;
- Vider dans un bécher le volume d'huile contenu dans l'indicateur de niveau et le reverser dans C<sub>2</sub> ;
- Refermer le bouchon ;

### **Armoire de commande :**

- Lancer l'agitation (Moteur A/M) en basculant sa commande en position marche « M » ;
- Basculer le commutateur des résistances (Régulateur A/M) en position marche « M » ;
- Régler la température de consigne de l'alcool sur l'afficheur en suivant les instructions ci-après :
  - Appuyer sur la touche [SET] de l'afficheur ;
  - Utiliser la touche [<R/S] pour se positionner ;
  - Utiliser les touches [▲] pour monter et [▼] pour descendre ;
  - Valider la consigne en appuyant sur [SET].
- Laisser l'agitation de la cuve d'alcool C<sub>1</sub> en marche pendant au moins une heure avant de vérifier si tout le catalyseur a été complètement dissout ;

- Pour le vérifier, surveiller le manomètre s'il indique une pression de zéro (0) bar. Si ce n'est pas le cas, ouvrir la vanne  $V_1$  de pressurisation jusqu'à avoir une pression de zéro bar ;
- Ouvrir le bouchon de la cuve  $C_1$  ;

**△ Eviter autant que faire se peut d'aspirer les vapeurs de méthanol. Porter une lunette**

- Faire sortir le panier pour constater la dissolution complète ou non du catalyseur ;
- Si ce n'est pas le cas, remettre le panier à sa place, refermer le bouchon et laisser continuer l'agitation ;
- Continuer l'opération jusqu'à dissolution complète ;
- Après dissolution du catalyseur, arrêter l'agitation (Moteur A/M) en basculant sa commande en position arrêt « A » ;
- Basculer aussi la commande de résistance (Régulateur A/M) en position arrêt « A » ;
- S'assurer une fois de plus que la vanne  $V_5$  d'alimentation du condenseur est fermée ;
- Ouvrir la vanne  $V_2$  située entre  $C_1$  et  $C_2$  afin de permettre au mélange alcool/catalyseur de passer dans la cuve  $C_2$  ;
- Refermer ensuite la même vanne  $V_2$  ;
- Laisser tourner l'agitateur de  $C_2$  pendant toute la durée de la réaction (120 minutes par exemple) ;

**A la fin de la réaction :**

- Ouvrir la vanne du réseau d'eau et celle d'alimentation du condenseur  $V_x$  ;
- Prévoir un récipient et un dispositif d'étanchéité pour recueillir le méthanol condensé ;
- Augmenter la température de consigne en réglant sur l'afficheur à la valeur de la température d'ébullition d'alcool (80°C pour le méthanol, 95°C pour l'éthanol) pour éliminer l'alcool résiduel ;
- Recueillir dans un récipient le condensat de vapeur d'alcool résiduel jusqu'à la dernière goutte (bien observer une absence permanente de goutte de condensat) ;
- Arrêter la marche de l'agitateur en basculant sa commande en position arrêt « A » ;
- Basculer aussi la commande de la résistance en position arrêt « A » ;
- Laisser décanter cette soupe contenue dans la cuve pendant quelques minutes (30 minutes environ) ;
- Ouvrir la vanne  $V_7$  de vidange pour récupérer la glycérine ;
- Refermer la même vanne après que toute la glycérine soit récupérée.

**3. PHASE DE LAVAGE :**

- Ouvrir le bouchon de la cuve  $C_2$  ;
- Injecter de l'eau (environ 50% du volume initial d'huile végétale pour le premier lavage) dans la cuve pour le lavage du biodiesel en ouvrant la vanne du réseau d'eau et celle d'alimentation de ladite cuve ;
- Au même moment que la cuve se remplit en eau au volume indiqué, il faut lancer son agitation ;

- Laisser l'agitation en marche pendant l'introduction d'eau et quelques minutes (15) après ;
- Arrêter l'agitation ;
- Laisser décanter la solution pendant quelques minutes (15);
- Ouvrir la vanne de vidange  $V_7$  située en bas de l'indicateur de niveau et les deux vannes  $V_8$  et  $V_9$  situées respectivement sur les parties inférieure et supérieure dudit indicateur ;
- Récupérer l'eau savonneuse dans un récipient ;
- Continuer cette opération de lavage jusqu'à avoir une eau de pH neutre (7 à une température de 25°C) ou un pH qui n'est pas basique.

#### **4. PHASE DE SECHAGE :**

- Ouvrir le bouchon de la cuve et lancer son agitation;
- Basculer la commande (Moteur A/M) de la résistance en position marche « M » pour commencer le séchage de biodiesel ;
- Régler la température consigne de l'afficheur à une température (110°C) légèrement supérieure celle de l'évaporation d'eau ;
- Laisser l'opération se poursuivre durant la toute sa durée requise (au moins 4 heures du temps) en laissant aussi l'agitation en marche ;
- Au bout de cette durée, couper la commande marche de la résistance en basculant sur la position arrêt « A » ;
- Refermer le bouchon et récupérer le biodiesel dans le récipient approprié.

## **ANNEXE II : PROTOCOLE D'UTILISATION PARTIELLE DU REACTEUR PILOTE**

Le protocole N°2, en revanche est développé dans le but d'utiliser uniquement la cuve d'alcool C<sub>1</sub> pour réaliser la réaction de transesterification et le séchage du biodiesel s'effectuant dans l'étuve.

### **1. MODE OPERATOIRE/PHASE DE TRANSESTERIFICATION :**

- S'assurer que la vanne V<sub>2</sub> située sur la conduite entre C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub> soit FERMEE ;
- Ouvrir le bouchon de la cuve et y verser le volume d'huile mesuré ;
- Introduire dans la cuve la solution d'alcool (1/4 du volume d'huile végétale pour le méthanol et 1/2,83 du volume d'huile végétale pour l'éthanol) contenant le catalyseur dissout (concentration 1% de la masse d'huile végétale) préalablement préparée sous la hotte ;

#### **Armoire de commande :**

- Mettre l'armoire de commande sous tension en basculant le levier noir à droite de l'armoire, en position 1 ;
- Appuyer sur le bouton poussoir « VERT » ;
- Lancer l'agitation (Moteur A/M) en basculant sa commande en position marche « M » ;
- Basculer le commutateur des résistances (Régulateur A/M) en position marche « M » ;
- Régler la température de la cuve C<sub>1</sub> à la température de consigne sur l'afficheur en suivant les instructions ci-après :
  - Appuyer sur la touche [SET] de l'afficheur ;
  - Utiliser la touche [<R/S] pour se positionner ;
  - Utiliser les touches [▲] pour monter et [▼] pour descendre ;
  - Valider la consigne en appuyant sur [SET].
- Laisser l'agitateur en marche pendant toute la durée de la réaction (120 minutes par exemple), ensuite arrêter l'agitation (Moteur A/M) en faisant sa commande à la position arrêt « A » ;
- Faire passer aussi la commande (Régulateur A/M) de la résistance à la position arrêt « A » ;
- Laisser décanter cette soupe contenue dans la cuve pendant quelques minutes (30 minutes environ) ;
- Ouvrir les vannes V<sub>3</sub> et V<sub>4</sub> de vidange pour récupérer la glycérine ;
- Refermer la vanne V<sub>4</sub> après que toute la glycérine soit séparée du biodiesel.

### **2. PHASE DE LAVAGE :**

- Ouvrir le bouchon de la cuve ;
- Injecter de l'eau (environ 50% du volume initial d'huile végétale pour le premier lavage) dans la cuve pour le lavage du biodiesel par son bouchon ;

- Au même moment que la cuve se remplit en eau au volume indiqué, il faut lancer son agitation ;
- Laisser l'agitation en marche pendant l'introduction d'eau et quelques minutes (15) après ;
- Arrêter l'agitation ;
- Laisser décanter la solution pendant quelques minutes (15);
- Ouvrir la vanne V<sub>4</sub> de vidange de la cuve;
- Récupérer l'eau savonneuse dans un récipient ;
- Continuer cette opération de lavage jusqu'à avoir une eau de pH neutre (7 à une température de 25°C) ou un pH qui n'est pas basique.

### **3. PHASE DE SECHAGE :**

- Retire le biodiesel lavé du réacteur, dans un bécher ;
- Faire sécher le biodiesel en question dans une étuve à une température de 105°C ;
- Laisser le séchage durant **au moins 4 heures** de temps ;
- Enfin retirer le biodiesel séché de l'étuve.

**ANNEXE III : CERTIFICATION D'ANALYSE DE GAZOLE A LA SONABHY**

METHODES	CARACTERISTIQUES	SPECIFICATIONS
ASTM 1298	Masse volumique à 15°C (Kg/l)	Mini 0,820 Maxi 0,890
NF T60 100	Viscosité cinématique à 37,8°C (cSt)	Mini 1,6 Maxi 5,9
NF T60 105	Point trouble (°C)	Maxi +5
NF T60 104	Couleur	Maxi 5
ASTM D86 123	Distillation Auto D86	
	Point initial (°C)	
	Distillé à 357°C (%Vol)	Mini 90
	Distillé à 362°C (%Vol)	Mini 90
CALCUL	Indice de cétane	Mini 45
NF M07 19	Point éclair (°C)	Mini 61

(Source : **SONABHY**)

**ANNEXE IV : NORME AMERICAINE DE SPECIFICATION DU BODIESEL B100 : ASTM  
D6751 – 03a**

Propriétés	Méthodes d'essai	Limites cat. S15	Limites cat. S500	Unités
Point d'éclair (vase clos)	D93	130,0min	30,0min	°C
Eau et sédiment volume	D2709	0,05max	0,05max	% en
Viscosité cinématique, 40°C	D445	1,9 – 6,0	1,6 – 6,0	mm <sup>2</sup> /s
Cendres sulfatées	D874	0,020max	0,020max	%massique
Soufre massique (ppm)	D5453	0,0015max	0,0015max	%massique
Corrosion à la lame de cuivre	D130	n°3max	n°3max	
Indice de cétane	D613	47min	47min	
Point de trouble	D2500	indiquer	indiquer	°C
Résidu de carbone	D4530	0,050max	0,050max	%massique
Indice d'acide	D664	0,080max	0,080max	mg KOH/g
Glycérine	D6584	0,020max	0,020max	%massique
Glycérine totale	D6584	0,240max	0,240max	%massique
Teneur en phosphore	D4951	0,001max	0,001max	%massique
Température de distillation, AET, récupération 90%	D1160	360max	360max	°C

(Source : <http://www.fr.biofuels.arc.ab.ca/Biocombustibles/Caracteristiques/ASTM+D+6751-03a/Default.ksi>)

**ANNEXE V : NORME EUROPEENNE DE SPECIFICATION DU BIODIESEL B100 :  
EN 14214 : 2003**

Propriétés	Unités	Minimum	Maximum	Méthodes
Teneur en ester	%(m/m)	96,5		EN 14103
Masse volumique à 15°C	Kg/m <sup>3</sup>	860	900	EN ISO 3675 EN ISO 12185
Viscosité à 40°C	mm <sup>2</sup> /s	3,5	5,0	EN ISO 310
Point d'éclair	°C	plus de 101		ISO/CD 3679
Teneur en soufre	mg/Kg		10	
Résidu de carbone (10% du résidu)	%(m/m)	0,3		EN ISO 10370
Indice de cétane		51,0		EN ISO 5165
Teneur en cendres sulfatées	%(m/m)		0,02	EN ISO 3987
Teneur en eau	mg/Kg		500	EN ISO 12937
Contamination totale	mg/Kg		24	EN ISO 12662
Corrosion à la lame de cuivre (3h à 50°C)	indice	Classe 1	Classe 1	EN ISO 2160
Stabilité thermique				
Stabilité d'oxydation, 110°C	heures	6		pr EN 14112
Indice d'acide	mg KOH/g		0,5	pr EN 14104
Indice d'iode			120	pr EN 14111
Linolenate de méthyle	%(m/m)		12	pr EN 14103
Esters méthyliques polyinsaturés (>=4 doubles liaisons)	%(m/m)		1	
Teneur en méthanol	%(m/m)		0,2	pr EN 14110
Teneur en monoglycerides	%(m/m)		0,8	pr EN 14105
Teneur en diglycerides	%(m/m)		0,2	pr EN 14105
Teneur en triglycérides	%(m/m)		0,2	pr EN 14105
Glycérol libre	%(m/m)		0,02	pr EN 14105 pr EN 14106
Glycérol total	%(m/m)		0,25	pr EN 14105
Métaux alcalins (Na+ K)	mg/Kg		5	pr EN 14108 pr EN 14109
Teneur en phosphore	mg/Kg		10	pr EN 14107

(Source : <http://www.fr.biofuels.arc.ab.ca/Biocombustibles/Caracteristiques/EN+14214+2003/Default.ksi>)

## **RESUME**

L'épuisement de ressources pétrolières, la cherté et la fluctuation quasi-permanente du prix du baril de pétrole, la diversification de sources d'approvisionnement en énergie..., ont amené les chercheurs et les scientifiques à s'intéresser à d'autres sources d'énergies comme le biocarburant.

A cet effet, au 2iE, à travers sa plateforme LBEB, un travail de recherche a été mené sur la production de biodiesel par transesterification méthylique. Les huiles végétales locales, en l'occurrence l'huile de jatropha, de coton et de palme ont été exploitées, dans un dispositif expérimental en vue de déterminer les conditions optimales de réaction. Un réacteur pilote de transesterification, nous a permis d'effectuer des essais basés sur les tendances obtenue des études préliminaires à petite échelle laboratoire.

Il résulte de ces travaux que le catalyseur basique KOH donne de meilleur rendement de biodiesel que le NaOH. De plus, la concentration optimale du catalyseur est de 1% de la masse d'huile végétale utilisée. Dans les conditions opératoires du LBEB, le réacteur pilote a un rendement massique de production de plus de 80%, soit un équivalent volumique de 90%. Le biodiesel produit est de meilleur qualité et ayant de propriétés proches à celles du gazole.

**Mots clés :** Huile végétale, Transesterification, Biodiesel, Alcool, Réacteur.

---

## **SUMMARY**

The depleting petroleum resources, the quasi-permanent hike in the prices of the baril of crude oil coupled with the recent trend of diversification of energy sources have pushed scientists and researchers into a quest for alternative energy sources such as biofuels.

In this light, the 2iE foundation through the Biomass Energy and Biofuel Laboratory (LBEB) decided upon a research path in the production of biodiesel through methyl transesterification of local vegetable oil sources. To this effect, experimentation was done with local Jatropha oil, cottonseed oil and palm oil to find out the optimal reaction conditions for transesterification. After carrying out preliminary trials at small scale laboratory level, a pilot transesterification reactor permitted us to step up the scale with the best tendencies obtained.

The results obtained showed that KOH could effect better catalysis than NaOH. In addition, the optimal catalyst concentration was found to be 1% of the vegetable oil mass used. Under LBEB working conditions, the pilot reactor had a mass yield of 80%, being 90% in equivalent volume. The biodiesel produced this way was found to be of better quality with characteristics very close to those of gasoil.

**Key words:** Vegetable oil, Transesterification, Biodiesel, Alcohol, Reactor

---