REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA

Faculté de **T**echnologie

Mémoire de Master

Filière : Génie des Procédés

PROJET INTEGRE POUR LA VALORISATION DES DECHETS ORGANIQUES ET DES HUILES ALIMENTAIRES USAGEES

Présenté par :

ZEGUAI Abdelmalek

Dirigé par :

Pr. Tassist.A

Copromoteur :

Pr.Abouseoud.M

Promotion 2025

REMERCIEMENTS

Nous adressons nos sincères remerciements au staff de l'université de MEDEA qui nous a donné la chance d’exposer cette idée.

Nous remercions en particulier **Dr. Tassist. A** pour son aide et son soutien moral et ses judicieux conseils.

Nous remercions aussi, les membres du jury : **Dr. Benkiar.A** d’avoir accepté de présider notre Jury, **Dr. Arbia. W** pour la patience quelle nous a accordé pour nous écouter et juger ce travail.

Nous remercions, l’équipe du CDE de l’université de MEDEA pour les efforts fournis lors de notre formation.

Nous remercions, **Mr Othmane Bakir Terki** pour les efforts fournis lors de la conception du site de notre société.

Enfin, Merci à toute personne ayant participé de près ou de loin pour l'accomplissement de ce travail.

Dédicace

À toi, mon père **Fouad** bien-aimé, dont le seul souci a toujours été notre confort et notre bonheur. Ton amour silencieux et tes sacrifices quotidiens sont la base solide sur laquelle je me suis appuyée.

À toi, **ma mère Nadjet Bailiche au cœur d'or**, qui t'es effacée pour que nous brillions, qui as troqué ton repos contre le nôtre, et dont les prières m'ont portée jusqu'ici.

À **mon époux**, **Nabil Belhadj**, mon soutien inébranlable, qui a su m'envelopper de patience, d'écoute et de tendresse tout au long de ce chemin parsemé de défis.

À **mon fils adoré, Mohamed Farés**, compagnon de mon âme avant même sa naissance, qui a partagé cette aventure dès ses premiers battements de cœur en moi, et à qui je souhaite un avenir aussi lumineux que son regard.

À mes sœurs **Hafssa**, **ma petite princesse que j'aime de tout mon cœur**, **Amina** et **Khadîdja**, à mon frère **Reda**, à ma belle-sœur **Loubna**, ainsi qu'à toute **la famille de mon époux**.

À mon binôme Fatima, pour tous les efforts partagés, les moments de doute surmontés ensemble et cette belle complicité qui a rendu cette aventure plus douce et plus forte.

À mes chères amies **Yousra, Bouchra, Rahil et Hanaa**, pour leur présence, leurs mots justes et leur lumière dans les moments sombres. Vous avez été plus que des amies, des sœurs de cœur.

Et à **ma précieuse encadrante**, pour sa bienveillance, sa confiance, et ses conseils éclairés, sans lesquels ce travail n'aurait pas eu la même saveur.

À vous tous, je dois une partie de cette réussite. Du fond du cœur, merci

Benrekia fatima zohra

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à ma source d'amour, tendresse, courage et motivation, mes chers parents **ELHADI et AMINA BENKHALLEDI**. Ils m'ont doté d'une éducation digne, leur amour a fait de moi ce que je suis aujourd'hui. En signe de reconnaissance, qu'ils trouvent ici, l'expression de ma profonde gratitude pour tout ce qu'ils ont consenti d'efforts et de moyens pour me voir réussir dans mes études. Vous êtes les piliers de ma vie, Merci pour vos sacrifices silencieux, vos encouragements constants, et vos prières qui m'ont portée dans les moments de doute. Ce travail est le fruit de vos efforts autant que des miens.

A mon cher mari **Mohamed Wail Bersali** mon précieux offre de dieu, merci pour ta présence ton soutien et d'être toujours à mes côtés. Même dans les moments les plus difficiles.

A mes frères adoré **Yacine et Mahmoud**, merci pour vos encouragements, votre humour, et votre complicité qui ont adouci ce parcours.

A mes grands-parents **RACHID et HNIFA** pour leur tendresse.

Aux âmes de mes grands-parents **MAHMOUD et AKILA.**

A toute **ma famille oncles tantes, cousines et la famille de mon époux.**

A mon binôme **FATIMA** pour tous les efforts qu'on fait ensemble.

A mes amie **YOUSRA, BOUCHRA, RAHIL et FERIEL**.

À tous les professeurs qui m'ont aidé durant mon parcours universitaire

Settari fatima

Dédicace

À mes parents bien-aimés, Mon père **Kamel** et ma mère **Samira**,

Pour leur amour, leur soutien indéfectible et leurs précieux sacrifices, qui ont illuminé mon chemin.

À ma sœur **Sarah**,

Pour son affection, sa patience et sa motivation constante.

À mon frère **Mehdi,**

Pour son soutien et sa présence rassurante à mes côtés.

À ma famille et spécialement **Mani** et **Mimi**,

Pour leur chaleur et leur bienveillance infinie.

À mes amis et collègues,

Mehdi, Islam, Abdelilah, Djimou, Riad, Oussama, Khirou, Houssam, Wassim, Djamel, Abderrahmane, Rami, Chakib, Lotfi, Hafadh et Yacine,

Pour leur amitié sincère, leur énergie positive, et les souvenirs partagés.

À moi-même, **Abdelmalek Zeguai,**

Pour ma détermination, mes efforts et ma persévérance, qui m’ont permis de réaliser ce projet.

Zeguai Abdelmalek

Résumé :

Ce travail porte sur la valorisation de 3 déchets : les huiles usagées, le raisin et les déchets de pommes de terre, dans la production du BIODIESEL et du BIOETHANOL à l'échelle laboratoire. Les huiles usagées sont valorisées par Transestérification dans les conditions optimales suivantes : Température 50°C, Rapport massique (méthanol / huile) : ¼, durée : 2Heures), pourcentage massique du KOH : 0,75%. Les résultats montrent que l'huile traitée et purifiée par adsorption sur le marc de café aboutit au meilleur rendement de la transestérification (93%). La mise à l'échelle de 100g à 1kg et 4Kg conserve le rendement de la réaction (91%) tout en ayant un produit identifié par spectroscopie IR d'une conformité convenable (d= 0,9 IA=1,12 mg KOH/g ; IR=1.4567, IS=170 mg KOH/g, point de congélation= -1,1°C, viscosité=5,21 (mm^2/s). La valorisation des déchets de pommes de terre passe par un prétraitement physique : thermique à 130°C pendant 15min suivi d'un broyage, puis une liquéfaction de 2h aux alpha-amylases à pH6, 55°C et une saccharification de 3h-4h aux glucoamylase à 60°C, pH4,4 à un rapport. Dans ces conditions, le pourcentage de saccharification est de 70% en milieu chargé (2Kg MF/L) et 100% en milieu peu chargé (1KgMF/L). Le jus raisin est traité sous une concentration ajustée aux environs de 150 g/L en anaérobiose, sans agitation. 2Kg d'un broyat de raisin présente la plus grande production en éthanol (138 g) avec des rendements maximum : soient 62 g Ethanol/100g Sucres totaux, 69 g Ethanol/Kg Matière fraiche équivalent à 88ml Ethanol/Kg de Matière fraiche. Une productivité moyenne est estimée de 307L/an à échelle semi-pilote-50L et $6m^3$/an à l'échelle industrielle 1000L, en considérant une seule chaine de production commune aux 2lignes. Une productivité additionnelle estimée de de 615L/an à échelle semi-pilote-50L et $12,3m^3$/an à l'échelle industrielle 1000L, en considérant 2 chaines de production pour les 2 lignes (1 chaine /ligne). Pour le BIODIESEL, Les productivités annuelles prédites pour les échelles semi-pilote-50L et industrielle-1000L sont 15 m^3/an et $300m^3$/an.

Les mots clés : la valorisation de déchets, BIODIESEL, BIOETHANOL, Trans estérification, saccharification.

Abstract :

This work focuses on the recovery of 3 waste products: waste oils, grapes and potato waste, in the production of BIODIESEL and BIOETHANOL on a laboratory scale. Waste oils are recovered by transesterification under the following optimum conditions: Temperature 50C°, Mass ratio (methanol / oil): ¼, duration: 2Hours), mass percentage of KOH: 0.75%. The results show that the oil treated and purified by adsorption on coffee grounds achieves the highest transesterification yield (93%). Scaling up from 100g to 1kg and 4Kg maintains the reaction yield (91%) while producing a product -identified by IR spectroscopy-of suitable conformity (d= 0.9 IA=1.12 mg KOH/g; IR=1.4567, IS=170 mg KOH/g, freezing point =-1,1°C, viscosity=5.21 (mm2/s). The recovery of potato waste involves physical pre-treatment: thermal treatment at 130C° for 15min followed by grinding, then liquefaction for 2h with alpha-amylases at pH6, 55C° and saccharification for 3h-4h with glucoamylase at 60C°, pH4.4. Under these conditions, the saccharification percentage is 70% in a loaded medium (2Kg MF/L) and 100% in a lightly loaded medium (1Kg MF/L). The grape juice is treated at a concentration adjusted to around 150 g/L under anaerobic conditions, without agitation. 2Kg of grape crushed juice gives the highest ethanol production (138g) with maximum yields: 62g Ethanol/100g Total sugars, 69g Ethanol/Kg Fresh matter equivalent to 88ml Ethanol/Kg Fresh matter. Average productivity is estimated at 307L/year on a semi-pilot-50L scale and 6m^3/year on an industrial 1000L scale, based on a single production line common to two lines. An estimated additional productivity of 615L/year on a semi-pilot-50L scale and 12,3m^3/year on an industrial 1000L scale, based on 2 production lines for the 2 wastes (1 line/line). For BIODIESEL, the predicted annual productivities for the semi-pilot-50L and industrial-1000L scales are 15 m3/year and 300m3/year.

Keywords: ***waste valorization, Biodiesel, Bioethanol, Transesterification, Saccharification***

ملخص :

يركز هذا العمل على استعادة 3 من النفايات: نفايات الزيوت والعنب ومخلفات البطاطس، في إنتاج الإيثانول والديزل الحيوي على نطاق مختبري. تتم استعادة نفايات الزيوت عن طريق الأسترة التبادلية في ظل الظروف المثلى التالية: درجة الحرارة 50°C، نسبة الكتلة (الميثانول/الزيت): ¼، المدة: 2 ساعة)، النسبة المئوية لكتلة KOH : 0.75 % .أظهرت النتائج أن الزيت المعالج والمنقى عن طريق الامتزاز على القهوة يحقق أعلى عائد من الأسترة التبادلية (93 %) يحافظ التدرج من 100 جرام إلى 1 كغ و4 كغ على مردود التفاعل (91%) مع إنتاج منتج تم تحديده بواسطة التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء وذو مطابقة مناسبة (d= 0.9 ,IA =1.12 مغ KOH/غ؛ IR=1.4567، IS=170مغ KOH/غ، ونقطة التجمد= 1,1°C- واللزوجة=5.21 (مم2/ث). تتضمن استعادة نفايات البطاطس المعالجة الفيزيائية المسبقة: المعالجة الحرارية عند 130لمدة 15 دقيقة يليها الطحن، ثم التسييل لمدة ساعتين باستخدام ألفا أميليز عند درجة حموضة 6، 55°C، والتسكر لمدة 3 ساعات إلى 4 ساعات باستخدام الجلوكواميليز عند 60°C، ودرجة حموضة 4.4 وفي ظل هذه الظروف، تبلغ نسبة التسكر 70% في الوسط المحمل (2 كغ من MF /لتر) و100% في الوسط المحمل بشكل خفيف (1 كغ من MF/لتر). تتم معالجة عصير العنب بتركيز معدّل إلى حوالي 150 غ/لتر في ظروف لا هوائية، دون تقليب. 2 كغ من عصير العنب المسحوق يعطي أعلى إنتاج للإيثانول (138 غ) مع أقصى إنتاجية 62 غ إيثانول/ 100غ من إجمالي السكريات، و69 غ إيثانول/كغ من المادة الطازجة بما يعادل 88 ملل إيثانول/كغ من المادة الطازجة. يُقدر متوسط الإنتاجية بـ 307 لتر/سنة على مقياس نصف تجريبي سعة 50 لتر و6 م3/سنة على مقياس صناعي سعة 1000 لتر، استنادًا إلى خط إنتاج واحد مشترك بين العنب ومخلفات البطاطس. إنتاجية إضافية (استنادًا إلى خطي إنتاج) تقدر ب 615 لتر/سنة على مقياس شبه تجريبي سعة 50 لترًا و12,3 م3/سنة على مقياس صناعي سعة 1000 لتر .بالنسبة للديزل الحيويBIODIESEL ، تبلغ الإنتاجية السنوية المتوقعة للمقياس شبه التجريبي سعة 50 لتر والمقياس الصناعي سعة 1000 لتر 15 م3/سنة و300 م3/سنة.

الكلمات المفتاحية : ثمين النفايات، البيوديزل، الإيثانول الحيوي، التَحوّل الأستري ، التحلل السكري (التسكير) .

Sommaire

Dédicace ..... .

Résumé : ..... .

Listes des Figures ..... .

Liste des tableaux ....

Liste des abréviations ....

Introduction générale 1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE ..... .

Chapitre 1 : VALORISATION DES DÉCHETS ORGANIQUES DANS LA PRODUCTION DU BIOEDIESEL et DERIVES

I. LA GESTION DES DÉCHETS EN ALGÉRIE : 4

II. LES DÉCHETS MÉNAGERS ET ASSIMILÉS : 4

III. PRODUCTION DE BIOÉTHANOL PAR FERMENTATION ALCOOLIQUE : 5

III.1 Bioéthanol : 5

III.1.1 Définition de l'éthanol : 5

III.1.2 Propriétés physiques : 5

III.1.3 Propriétés chimiques : 6

III.2 Microorganismes producteurs du Bioéthanol : 7

III.2.1 Types et Morphologie : 7

III.2.2 Métabolisme : La fermentation alcoolique 8

III.2.3 Conditions de la culture : 9

III.2.4 Les conditions physicochimiques de croissance sont : 9

III.3 Ressources en biomasses à fermenter : 10

III.4 Générations du bioéthanol : 11

III.5 Technologies de production du Bioéthanol : 12

III.5.1 Préparation ou Pré-traitement de la matière première : 12

III.5.2. La fermentation alcoolique : 18

III.5.3 Extraction du bioéthanol : 18

III.5.4 Exemples de Procédés de production : 20

III.6 Domaines d'utilisation du Bioéthanol : 24

Chapitre 2 : VALORISATION DES HUILES USAGÉES DANS LA PRODUCTION DU BIOEDIESEL et DERIVES.

I. ENTREE SUR LES HUILES DOMESTIQUE : 27

I.1 Définition des huiles : 27

I.2 Types des huiles : 27

I.2.1 Les huiles végétales : 27

I.2.2 Les huiles animales : 29
I.2.3 Les huiles minérales : 29
I.3 Les huiles usagées : 29
I.3.1 Les huile de fritures : 30
I.3.2 Les sources des huiles de fritures usagées : 30
I.3.3 Impact des huiles de friture usagées : 31
II. METHODES DE TRAITEMENT 33
II.1 Définition du recyclage et la valorisation : 33
II.1.1 Le recyclage : 33
II.1.2 La valorisation : 34
II.1.3 La relation entre le recyclage et la valorisation : 34
II.2 Types de la valorisation : 34
II.2.1 Valorisation matière : 34
II.2.2 Valorisation énergétique : 35
II.2.3 Valorisation chimique : 35
II.2.4 La valorisation biologique : 35
II.3 Gestion des huiles alimentaires: 35
II.3.1 Collecte des HDU : 35
II.3.2 Traitement préalable des HDU : 36
II.4 Gestion des huiles alimentaires, Etape 2 : 39
II.4.1 Les méthodes de traitement chimique 39
II.4.2 Les méthodes de traitement enzymatique : 45
II.4.3 La valorisation biologique : 48
II.4.4 La valorisation énergétique : 49
II.5 Gestion des huiles alimentaires, Etape 3 : Devenir des produits après traitements chimiques et enzymatiques : 49
PARTIE EXPÉRIMENTALE .....
I. Objectif et lieu de travail : 51
II. Matériels et produits utilisés 51
III. Méthodes, Résultats et Discussions : 53
III.1 Valorisation des huiles usagées : 53
III.1.1 Collecte des huiles : 53
III.1.2 Traitement préalable de l'huile usagée : 54
III.1.3 Caractérisation physico-chimique de l'huile : 55
III.1.4 Résultats de la Caractérisation physico-chimique de l'huile : 60
III.1.5 Protocole expérimental de synthèse de Biodiesel par transestérification de l'huile usagée : 61
III.1.6 Valorisation de l'huile usagée pour la production artisanale de savon : 77

III.2 Valorisation des épluchures de pomme de terre : 78
III.2.1 Collecte du déchet : 78
III.2.2 Valorisation des épluchures par voie Enzymatique : 79
III.2.3 Valorisation des épluchures par voie microbiologique : 100
III.3 Valorisation des déchets de raisin : 105
III. 3.1 Récolte du déchet de raisin : 105
III.3.2 Caractérisation du Broyat de raisin : 106
III. 3.3 Essais Préliminaires de fermentation du Broyat de raisin : 108
III.3.4 fermentation alcoolique en anaérobiose : 116
II.4 Analyse de l'éthanol récupéré des déchets organique : 125
III.4. 1 Test au dichromate de potassium 125
III.4.2 Le Flambage : 126
III.4.3 Test d'identification B : 127
III.4.4 Le spectre Infrarouge : 127
III.5 Application et sous-produits de la filière éthanol 129
III.5.1 Exemples d'application à partir de l'éthanol produit : 129
III.5.2 Sous-produits : Expérience sur l'utilisation des biofartilisant issus des déchets fermentés 132
Conclusion générale 137.
Références bibliographiques .
ANNEXES ..
Annexe 01 ..
Annexe 02 .

Listes des Figures

N° Figure	Titre	Page
Figure I.01	Composition moyenne annuelle des DMA ……..	5
Figure I.02	Structure de la molécule d'éthanol ……..	5
Figure I.03	Morphologie et constituants de S. cerevisiae	7
Figure I.04	Le métabolisme fermentaire .....,……	8
Figure I.05	Filières de production du Bioéthanol	11
Figure I.06	Structure de l'amidon	12
Figure I.07	Structure de la biomasse lignocellulosique	14
Figure I.08	Structure chimique de la cellulose	14
Figure I.09	Structure chimique de l'hémicellulose	15
Figure I.10	Structure chimique de la lignine	15
Figure I.11	Schéma du prétraitement	16
Figure I.12	Recyclage des sous-produits de l'industrie sucrière dans la production du bioéthanol	21
Figure I.13	Procédé de production du bioéthanol à partir des céréales	23
Figure I.14	Schéma simplifié de production à partir de biomasse lignocellulosique	24
Figure I.15	Domaines d'utilisation du bioéthanol	25
Figure II.01	Composition des huiles végétales et animales	26
Figure II.02	Productions mondiales des huiles végétales (2011/2012)	28
Figure II.03	Collecte des huiles domestiques usagées	28
Figure II.04	Citernes de stockage	36
Figure II.05	Installation d'un thermoplongeur IBC	37
Figure II.06	Prétraitement des huiles usagées	38
Figure II.07	Unité de pyrolyse communautaire	39

Figure II.08	Réaction d'hydrolyse	40
Figure II.09	Schéma de fabrication du biodiesel	40
Figure II.10	Principe de l'hydrogénation	43
Figure II.11	Réaction d'hydrolyse enzymatique	44
Figure II.12	Synthèse enzymatique d'ester (fructose + acide oléique)	45
Figure III.01	Collecte, mélange et filtration	53
Figure III.02	Filtration fine des huiles	54
Figure III.03	Purification par adsorption sur marc de café	55
Figure III.04	Mesure de la densité relative	56
Figure III.05	Mesure de la viscosité	58
Figure III.06	Réaction de saponification	60
Figure III.07	Montage pour la transestérification	62
Figure III.08	Décantation et lavage du biodiesel	63
Figure III.09	Méthode de mesure du point de congélation	64
Figure III.10	Test de flamme	64
Figure III.11	Formation de savon lors du lavage (huile Elio)	66
Figure III.12	Spectre IR pour le Biodiesel issu d'Elio	67
Figure III.13	Spectre IR pour le Biodiesel de l'huile usagée non purifiée	68
Figure III.14	Spectre IR pour le Biodiesel de l'huile usagée purifiée	68
Figure III.15	Spectre IR pour le Biodiesel issu des trois huiles	69
Figure III.16	Montage utilisé pour la mise en échelle 1Kg	71
Figure III.17	Décantation du biodiesel	71
Figure III.18	Formation du savon à l'échelle 1Kg	72
Figure III.19	Spectre IR pour le Biodiesel à échelle 1Kg	73
Figure III.20	Montage pour mise en échelle 4Kg	74

Figure III.21	Glycérol brut après purification	76
Figure III.22	Fabrication artisanale du savon	77
Figure III.23	Collection des épluchеurs de pomme de terre	78
Figure III.24	Composition moyenne des épluchures de pomme de terre	80
Figure III.25	Cinétique de dégradation de l'amidon (BAN α-amylase)	82
Figure III.26	Étapes de préparation et traitement de l'épluchеur	85
Figure III.27	Résultats de la liquéfaction à 200g MF/100ml	86
Figure III.28	Saccharification des épluchures liquéfiées	87
Figure III.29	Rendement de saccharification (pH, concentration glucoamylase)	89
Figure III.30	Rendement de saccharification (température, concentration)	90
Figure III.31	Cinétique, concentration finale et rendement de glucose	91
Figure III.32	Liquéfaction à 100g MF/100ml	92
Figure III.33	Rendements pour charges 2Kg et 1Kg MF/L	93
Figure III.34	Autoclave pour stérilisation	94
Figure III.35	Ensemencement devant un bec Bunsen	94
Figure III.36	Évolution paramètres (S, pH, X) fermentation 2Kg MF	95
Figure III.37	Évolution paramètres (S, pH, X) fermentation 1Kg MF	96
Figure III.38	Évolution paramètres (S, pH, X) fermentation 1Kg MF ……	97
Figure III.39	Mélange de déchets de pomme de terre moisi	100
Figure III.40	Précultures au PDB enrichi	101
Figure III.41	Culture de pelures cuites et crues	102
Figure III.42	Montage de distillation	103
Figure III.43	Déchets de raisin - exploitation agricole (Hammadi)	105
Figure III.44	Déchets de raisin - marché de Médéa	105

Figure III.45	Taux humidité, jus et matière sèche raisin	107
Figure III.46	Sucre total, réducteur et non réducteur (jus de raisin filtré)	107
Figure III.47	Fermentation jus raisin non filtré	110
Figure III.48	Fermentation jus raisin filtré	111
Figure III.49	Bilan fermentation broyats filtrés et non filtrés	112
Figure III.50	Fermentation jus raisin pur	114
Figure III.51	Fermentation jus raisin ajusté	115
Figure III.52	Bilan fermentation broyats non filtrés	116
Figure III.53	Fermentation 2kg raisin avec barbotteur	118
Figure III.54	Masse, concentration éthanol, rendements (jus concentrés/dilués)	120
Figure III.55	Fermentation 10kg raisin ajusté anaérobiose	122
Figure III.56	Masse, concentration éthanol pour 10kg raisin	123
Figure III.57	Révélation éthanol au bichromate	126
Figure III.58	Résultat flambage distillat	126
Figure III.59	Test identification B (raisin)	127
Figure III.60	Spectre IR distillat pomme de terre	128
Figure III.61	Spectre IR éthanol 96%	128
Figure III.62	Préparation des essais avec biofertilisant	133
Figure III.63	Témoin haricots vs biofertilisant solide (raisin)	134
Figure III.64	Témoin haricots vs Biofertilisant liquide (pomme de terre)	135
Figure III.65	Témoin coriandre vs biofertilisant solide (raisin)	134
Figure III.66	Témoin coriandre vs biofertilisant liquide (raisin)	136

Liste des tableaux

N°	Titre du tableau	Page
Tableau I.01	Les caractéristiques physiques de l'éthanol	6
Tableau I.02	Propriétés de quelques alpha-amylases	13
Tableau II.03	Méthodes de prétraitement de biomasse lignocellulosique	16
Tableau II.01	Verrerie et petits appareils	51
Tableau II.02	Appareillages et équipements	52
Tableau II.03	Produits chimiques utilisés	52
Tableau III.04	Résultats de la caractérisation	61
Tableau III.05	Conditions optimales de production du biodiesel	62
Tableau III.06	Résumé de la caractérisation des biodiesels produits à échelle 100g	65
Tableau III.07	Résultats de la caractérisation des biodiesels produits à échelle 1kg	72
Tableau III.08	Résultats de la caractérisation des biodiesels produits à échelle 4kg	74
Tableau III.09	Normes du biodiesel	75
Tableau III.10	Bilan annuel de la production de biodiesel à partir de l'huile usagée purifiée ou traitée	76
Tableau III.11	Bilans des deux fermentations d'épluchures de pommes de terre à échelle labo et extrapolation	98
Tableau III.12	Résumé des étapes de préparation de milieu	102
Tableau III.13	Bilan de distillation de l'éthanol des 4 essais	104
Tableau III.14	Conditions et bilan des fermentations des jus de raisin purs et dilués	119
Tableau III.15	Conditions et bilan de la fermentation de 10kg de	122

	jus de raisin non filtré en anaérobiose	
Tableau III.16	Productivité annuelle du bioéthanol à partir du jus de raisin aux différentes échelles	124
Tableau III.17	Les étapes de préparation du gel alcoolique	129
Tableau III.18	Les étapes de préparation de l'alcool médical	131

Liste des abréviations

AGL	Acides gras libres
AND	AGENCE NATIONALE DES DECHETS
ATM	Unité de pression atmosphérique.
ATP	Adénosine triphosphate
°C	Degré Celsius
CH4	La formule chimique du méthane
CNTP	Conditions Normales de Pression et de Température
CO2	Dioxyde de carbone
DMA	Déchets ménagers et assimilés
G, kg	Gramme, Kilo gramme
H	Heurs
H2O	La formule chimique du l'eau
H2S	La formule chimique du l'hydrogène sulfuré
HAU	Huiles alimentaire usagée
HDU	Huiles domestique usagée
Pa, hPa	Pascal, Hectopascal : unités de mesure de la pression.
IFPEN	Institut français du pétrole énergie nouvelles
INRS	Institut national de recherche et de sécurité
m^3	Unité de mesure de volume
N2	La formule chimique du l'azote
NH3	La formule chimique du l'ammoniac
P/V	Poids/Volume
PET	Polyéthylène Téréphtalate
pH	Potentiel hydrogène
PPM	Partie par million
STEP	Station de transfert d'énergie par pompage
T	Tonnes
Tr	Tour
TSS	Taux des solides solubles
V/V	Volume/Volume
W/W	Weight/ Weight

cst	Constante
RPM	Rotations par minute
cad	C’est-à-dire
MF	Matière Fraîche
MS	Matière Sèche
HU	Humidité
PDB	Bouillon dextrose à la pomme de terre (Potato Dextrose Broth)
DNS	3,5-Dinitrosalicylique
η	Viscosité
ST	Sucres Totaux

Introduction générale

L'Algérie connaît depuis des années une croissance régulière de l'activité économique dans tous ses secteurs, parallèlement à une énorme croissance démographique qui a entraîné une augmentation de la consommation de matières et d'énergie au niveau de la fabrication ou à travers la consommation quotidienne du citoyen. Ce qui se traduit quotidiennement par des centaines de tonnes de déchets organiques (solides et liquides) qui constituent un énorme fardeau pour le producteur, le consommateur et les communautés locales pour s'en débarrasser. Leur accumulation entraîne des effets négatifs sur l'environnement et sur la santé du citoyen, donc quelle est la solution proposée ?

Les ordures organiques sont les résidus d'origine végétale ou animale qui peuvent être dégradés par les micro-organismes pour lesquels ils représentent une source d'alimentation. Ils incluent : les végétaux, les déchets putrescibles de la cuisine et ceux collectés auprès des cantines et des restaurants, les papiers et les cartons souillés…. Les matières agricoles organiques font partie des matières les plus consommées, que ce soit comme matières premières dans la fabrication de denrées alimentaires ou comme matières consommées dans la restauration collective et touristique, la restauration rapide, etc.

En parallèle, Les huiles domestiques (Principalement les huiles de cuisson de soja et de tournesol) sont considérées comme les produits les plus utilisées dans la vie quotidienne. La consommation mondiale d'huiles alimentaires est de plus en plus croissante, elle était d'environ 198 millions de tonnes en 2018. Apres consommation, ces huiles ont un grand rôle dans l'augmentation de la pollution car elles sont composées de matières grasses et d'impuretés de toutes natures (particules alimentaires, produits de dégradation …) et peuvent être nocives pour la faune et la flore.

Ce projet propose de collecter des déchets organiques solides et liquides provenant de diverses sources pour réduire la pollution, en les convertissant par une série de réactions chimiques et biologiques (enzymatique et microbienne) en un précieux trésor économique qui atteint les objectifs de développement durable :

- Les matières organiques sont converties en alcool éthylique (C_2H_5OH) ou BIOETHANOL par fermentation. Ce dernier peut avoir des usages multiples (pharmaceutiques, parapharmaceutiques et cosmétiques). Il s'agit aussi d'un type de biocarburant.

- Les huiles usagées peuvent subir une valorisation (chimique ou enzymatique) afin de produire du BIODIESEL, des produits cosmétiques (glycérine et savons), des tensio- actifs,…

La valorisation des huiles ainsi que les déchets organiques solides permet d'obtenir une gamme intéressante de produits de faibles couts, ce qui permet de réduire les importations en assurant l'autosuffisance de ces produits sur le marché local et d'atteindre aussi une concurrence sur le marché mondial, et augmenter le taux de d'exportation.

Le point commun qu'il faut sigaler entre ces deux types de déchets c'est qu'ils proviennent des mêmes sources. Il est donc judicieux de penser à un projet integré de valorisation complete des déchets qui proviennent de l'activité humaine alimentaire et de mettre en place une infrastructure efficace pour la collecte, le traitement et la valorisation de ces déchets. Cela nécessite la participation et la coopération de différents acteurs, tels que le gouvernement, les entreprises, les consommateurs et les organisations de la société civile pour atteindre des objectifs de durabilité environnementale et économique.

La synthèse bibliographique de notre mémoire touche la valorisation des déchets organiques solides et des huiles usagées dans la production de deux principaux produits d'intérêt économiques importants qui sont le BIOETHANOL et le BIODIESEL ainsi que leurs dérivés et sous-produits de haute valeurs ajoutées.

Le premier volet de cette partie traite la production du bioéthanol à partir de biomasses de natures biochimiques et d'origines différentes. Il détaille les microorganismes producteurs, leur métabolisme ainsi que la technologie de sa production. Enfin, nous terminons par décrire les principaux domaines d'utilisation.

Le deuxième volet commence par présenter les différents types d'huiles, leur consommation au niveau mondial et national ainsi que les problèmes environnementaux causés par le rejet d'huiles usagées dans les égouts ou les décharges. Ensuite, ce chapitre décrit les différentes étapes du processus de valorisation, notamment la collecte, le traitement et la transformation en produits par les méthodes chimique et enzymatique. Il présente également les avantages de la valorisation des huiles (environnementaux, économiques et sanitaires) par rapport à l'élimination incorrecte des huiles usagées.

La partie expérimentale de notre de notre mémoire, a pour objectif de traiter un exemple d'un projet formé de 3 lignes de production à l'échelle laboratoire :

- Une ligne de valorisation des huiles pour la production du DIESEL (avec glycérol) et le savon,
- Deux lignes de production du BIOETHANOL, ses dérivés et ses sous-produits à partir de la valorisation des deux matières premières différentes dans leurs compositions biochimiques, leurs degrés de complexités, leurs protocoles de traitement :
    - ✓ Les déchets de la pomme de terre.
    - ✓ Les déchets de raisin,

Pour chaque ligne de production - différente dans son protocole expérimental lié directement à la nature de la matière première traitée - nous avons fixé les objectifs suivants :

1/ Assurer une collecte et un stockage convenable du déchet,
2/Caractériser la matière première utilisée (ou le déchet),
3/ Réaliser un pré- traitement convenable de la matière première dans les conditions optimales,
4/ Produire le BIODIESEL et le BIOETHANOL dans les conditions favorables à une productivité maximale,
5/ Extraire, concentrer et purifier le plus possible les produits finis, selon les moyens disponibles,
6/ Caractériser et analyser les produits finis afin de certifier leurs identités,
7/ Formuler quelques produits dérivés et définir les sous-produits de chaque filière de production.

Enfin, la mise en échelle dans la production a été abordée tout en restant à l'échelle laboratoire pour deux chaines de production : celle du BIODIESEL et celle du BIOETHANOL à partir des déchets de raisin. Une extrapolation aux échelles semi-pilote et industrielle a été réalisée pour les trois lignes, afin de faire sortir la productivité annuelle pour chaque échelle et définir ainsi la rentabilité du projet.

Enfin, le mémoire conclut en soulignant l'importance de ces procédés de valorisation sur le plan économique et environnemental et donc la nécessité d'encourager les personnes et les entreprises porteurs de ces projets.

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre 1 :

VALORISATION DES DÉCHETS ORGANIQUES DANS LA PRODUCTION DU BIOEDIESEL et DERIVES

I. LA GESTION DES DÉCHETS EN ALGÉRIE :

En Algérie, à l'instar des autres pays du monde, la production des déchets solides municipaux ne fait qu'augmenter. La croissance démographique, l'urbanisation de plus en plus forte et les transformations socio-économiques que connaît le pays ces dernières années ont été accompagnées par des changements notables au niveau des quantités et de la qualité des déchets produits **(AND, 2020)**.

La loi n° 01-19 du 12 décembre 2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets définit le cadre général du contrôle et de l'élimination des déchets et consacre les principes d'une gestion rationnelle et saine des déchets ainsi que l'ensemble des activités qui s'y rapportent, notamment la collecte, le transport, le tri, la valorisation et le traitement (AND, 2020). Cette loi a été modifiée et complétée par la loi n° 25-02 du 20 février 2025, qui introduit de nouvelles dispositions visant à renforcer la gestion intégrée des déchets, à promouvoir l'économie circulaire, à mettre en place la responsabilité élargie des producteurs, et à établir une hiérarchie de traitement privilégiant la réduction, la réutilisation, la valorisation et, en dernier recours, l'élimination.

Des investissements significatifs entre 2002 et 2017 d'environ 88 Milliards DA, dont 41 Milliards DA destinés au matériel de collecte et de transport et 37 Milliards DA pour la réalisation d'infrastructure dédiée au traitement des déchets **(AND, 2020)**.

II. LES DECHETS MENAGERS ET ASSIMILES :

Selon la loi du cadre 01-19, les déchets ménager et assimilés (DMA) sont définis comme tous déchets issus des ménages ainsi que les déchets similaires provenant des activités industrielles, commerciales, artisanales et autres qui, par leur nature et leur composition, sont assimilables aux déchets ménagers (secteurs industriel agroalimentaire, entités économiques, établissement et institutions) (**AND, 2020)**.

Parmi les déchets solides générés en Algérie, les déchets ménagers et assimilés représentent la fraction la plus importante avec environ 11 millions de tonnes/an (en 2014) **(AND, 2014),** 13.5 millions de tonnes/an (2020) **(AND, 2020)** et pourrait dépasser les 20 millions de tonnes en 2035. La maîtrise de leur composition est donc nécessaire pour évaluer au préalable leur potentiel risque pour le milieu récepteur et le choix du mode de traitement le plus optimal **(AND, 2020)**.

Les résultats de la dernière compagne de caractérisation des DMA **(Figure I.01)** montrent que la fraction organique est la plus prépondérante des DMA, elle représente 53,61%, suivi par le plastique qui représente 15,31%, et la fraction papier/carton de 6,76%. Cette

compagne a également mis en évidence le Pb des couches jetables qui représente une fraction importante des DMA avec environ 11,76% ce qui nécessite une mise en place d'un mode de traitement spécifique pour ce type de flux **(AND 2020)**.

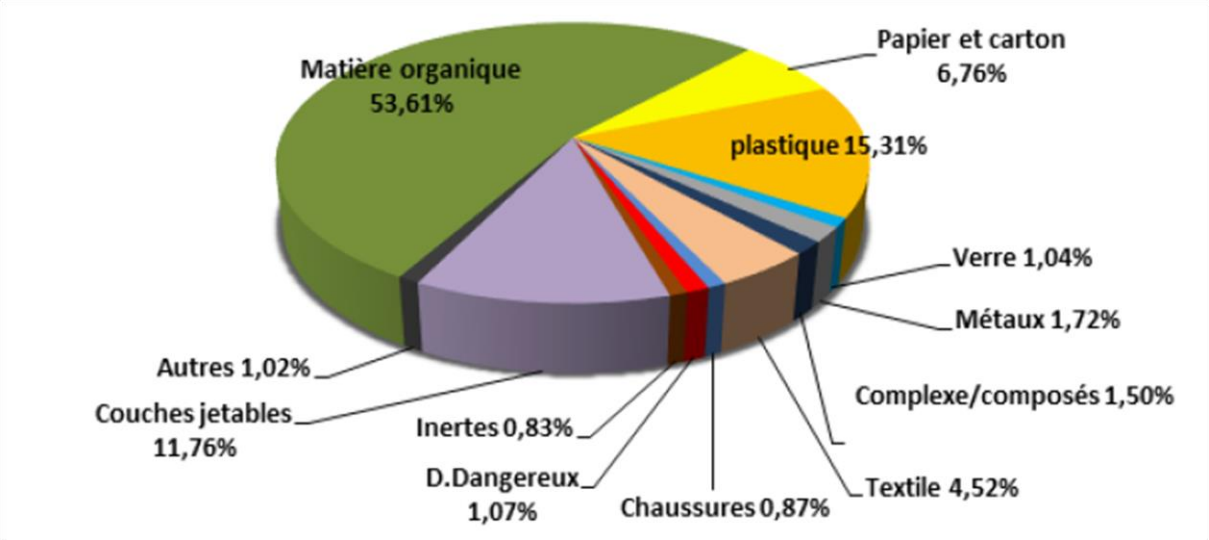


Figure I.01 : Composition moyenne annuelle des DMA (AND 2020).

III. PRODUCTION DE BIOÉTHANOL PAR FERMENTATION ALCOOLIQUE :

III.1 Bioéthanol :

III.1.1 Définition de l'éthanol (Site 1 et 2) :

L'éthanol, ou alcool éthylique ou plus simplement alcool, est un alcool de formule semi-développée CH_3-CH_2-OH. C'est un liquide incolore, volatil, inflammable et miscible à l'eau en toutes proportions. C'est un psychotrope, et l'une des plus anciennes drogues récréatives, sous la forme de boisson alcoolisée **(Figure I.02)**.

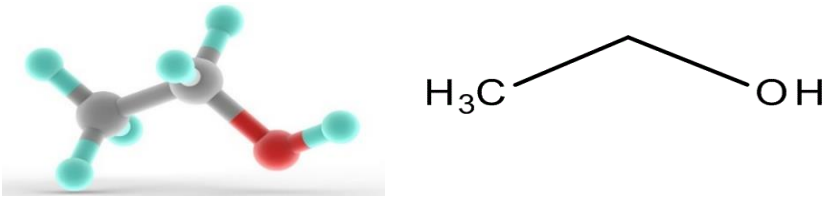


Figure I.02 : Structure de la molécule d'éthanol

III.1.2 Propriétés physiques (INRS, 2007) :

L'éthanol est un liquide mobile, incolore, volatile, d'odeur plutôt agréable, décelable dès 84 ppm. L'éthanol est miscible à l'eau, le mélange se faisant avec dégagement de la chaleur

et contraction de liquide : (un volume d'éthanol + un volume d'eau) donnent 1,92 volume de mélange. Par contre il y a expansion de liquide lorsque l'éthanol est mélangé avec l'essence. L'éthanol est également miscible à la plupart des solvants usuels. C'est un bon solvant des graisses et il dissout de nombreuses matières plastiques.

L'éthanol est un liquide très inflammable : le point d'éclair en coupelle fermée à 13°C dont les vapeurs peuvent former des mélanges explosifs. Les solutions aqueuses d'éthanol sont également inflammables : le point d'éclair d'une solution à 70% est de 21°C, celui d'une solution à 10% est de 49°C. Les principales caractéristiques physiques de l'éthanol sont représentées sur le **tableau I.01**.

Tableau I.01 : Les caractéristiques physiques de l'éthanol (INRS, 2007)

Masse molaire	40,06 g/mol
Point de fusion	-114°C
Point d'ébullition	-78,5°C
Tension vapeur	5,9 KPa à 20°C ; 10 KPa à 30°C 29,3 KPa à 50°C
Température d'auto-inflammation	423°C à 425°C
Limites d'explosivité dans l'air (en volume)	Inférieur 3,3% Supérieur 19%

III.1.3 Propriétés chimiques (INRS, 2007) :

Dans les conditions normales l'éthanol est un produit stable. Il possède les propriétés générales des alcools primaires (réaction d'oxydation, déshydrogénation, déshydratation et estérification). Il peut réagir vivement avec les oxydants puissants (acide nitrique, acide perchlorique…) et d'une manière générale avec tous les composés chimiques ou minéraux riche en oxygène et instables. Une oxydation brutale (par exemple combustion) le transforme en dioxyde de carbone et en eau. L'oxydation ménagée conduit principalement à l'aldéhyde et l'acide acétique.

III.2 Microorganismes producteurs du Bioéthanol :

III.2.1 Types et Morphologie :

Les espèces microbiennes actuellement utilisées au niveau industriel pour la production d'éthanol sont ***Saccharomyces cerevisiae*** et ***Zymomonas mobilis***. Cette dernière donne un meilleur rendement en éthanol et a une meilleure productivité parce que moins de biomasse est produite et le métabolisme est plus intensif. Cependant, ***Zymomonas mobilis*** est plus sensible à la contamination des milieux, et la biomasse produite n'est pas utilisable en alimentation animale. Pour ces raisons, le micro-organisme le plus utilisé dans l'industrie et en particulier dans la fabrication d'éthanol est aujourd'hui ***Saccharomyces cerevisiae*** **(Riess. J, 2012).**

Saccharomyces cerevisiae vient du mot ***saccharose*** qui signifie ***« sucre »***, ***myes « champignon »***, tandis que ***cerevisiae*** fait référence à ***« cervoise »***, c'est un terme qu'on donnait autre fois à la bière, c'est un terme utilisé pour désigner le petit champignon microscopique qui compose les différentes sortes de levures qu'on utilise pour la fermentation. Elle est littéralement connue comme levure du sucre **(Larpent J. P et al , 1985).**

Les levures sont des eucaryotes unicellulaires, ayant une forme sphérique ou ovale, d'une taille qui peut varier entre 1 et 9 µm en longueur et de 1 à 5 µm en largeur. Leur état physiologique et leur morphologie peuvent varier selon les conditions de l'environnement **(Benaouida. K, 2008)**. Les levures présentent une structure plus complexe que celle des bactéries notamment par la présence d'un noyau, de mitochondries, d'un appareil de Golgi et de plus d'un chromosome (Saccharomyces cerevisiae a 16 chromosomes) **(FigureI.03) (Labrecque. M.H, 2003)**.

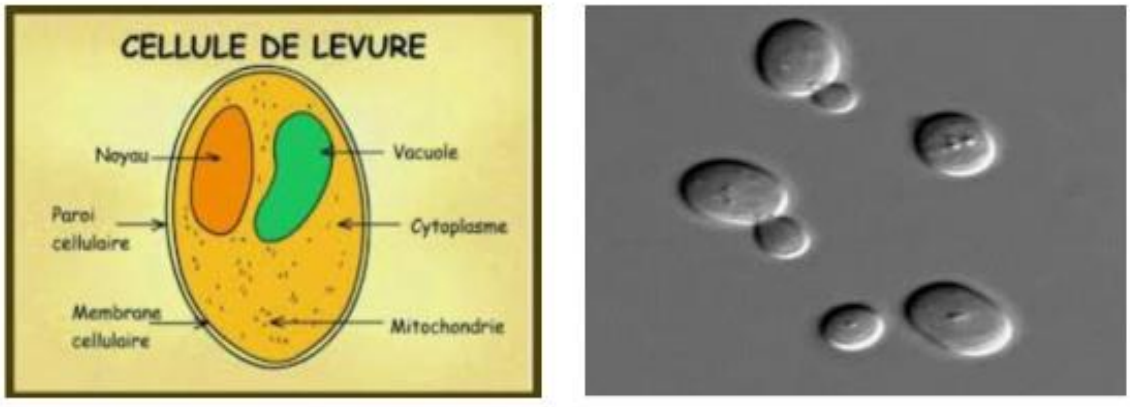


Figure I.03 : Morphologie et constituants de *S. cerevisiae*

III.2.2 Métabolisme : La fermentation alcoolique

L'homme a utilisé la fermentation alcoolique par exemple dans la fabrication de la bière ou celle du vin depuis des millénaires, sans connaître les processus biologiques précis. En **1815**, le chimiste français **Joseph Louis Gay-Lussac** a établi pour la première fois l'équation brute de la réaction chimique de la décomposition du glucose en éthanol. Tandis que dans les années **1830 Jöns Jakob Berzelius et Justus von Liebig** attribuaient, dans une « théorie mécaniste de la fermentation, » une action catalytique à certaines substances. **Charles Cagniard de Latour, Theodor Schwann et Friedrich Traugott Kützing** pouvaient prouver, indépendamment les uns des autres, que des êtres vivants, notamment des levures, en étaient responsables . **Louis Pasteur** a aussi postulé en **1857** une « théorie vitaliste de la fermentation » selon laquelle la fermentation alcoolique n'était possible qu'en liaison avec des cellules vivantes **(Site3)**.

En absence totale d'oxygène, (***Saccharomyces cerevisiae***) présente un métabolisme fermentaire. Le glucose est dégradé par la voie de la glycolyse jusqu'au pyruvate. A ce niveau-là, le pyruvate est converti en éthanol et CO2. La première étape est la décarboxylation du pyruvate en acétaldéhyde par la pyruvate décarboxylase, puis la réduction finale de l'acétaldéhyde en éthanol est catalysée par l'alcool déshydrogénase utilisant le NADH, H+ comme coenzyme **(Amillastre A., 2012**) **(Figure I.04)**.

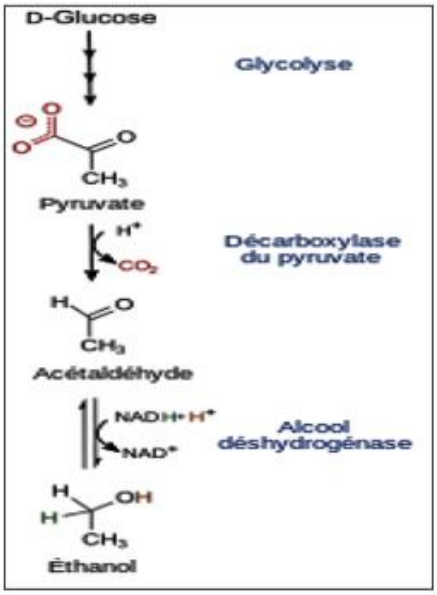


Figure I.04 : Le métabolisme fermentaire.

La réaction globale se résume ainsi :

1Glucose → 2 pyruvates + 2ATP + 2NADH, H^+ → 2 Ethanol + 2 CO2+ 2ATP + 2NAD^+

Nous avons donc 2 molécules d'éthanol produites par 1 molécule de glucose consommée soit 92g d'éthanol produit suite à la consommation de 180g de Glucose. Le rendement théorique maximal de cette réaction de fermentation est donc de : 0,51g d'éthanol /g de glucose.

Actuellement, aucun autre micro-organisme n'atteint ses performances sur glucose en Conditions non stériles, à savoir un rendement de l'ordre de 0,47 g d'éthanol par g de glucose, une productivité supérieure ou égale à 5 g/l. h, et des concentrations finales en éthanol voisines de 10% en volume***. S. cerevisiae*** présente de nombreux atouts supplémentaires résultant de nombreuses années de sélection : résistance à l'éthanol, mise en œuvre industrielle aisée, etc **(Ogier. J.C et al, 1999).**

III.2.3 Conditions de la culture :

Pour se maintenir, croître et se reproduire, la levure doit trouver dans son milieu externe les éléments nécessaires à la synthèse cellulaire :

1/ Sources de carbone et d'énergie : Les levures utilisent des sucres comme source principale de carbone et par conséquent d'énergie. Les sources les plus efficaces sont des oses (glucose, fructose et mannose) qui sont utilisables par plus de 400 espèces identifiées. D'autres levures particulières utilisent des sources de carbone non conventionnelles, elles sont capables d'oxyder des acides organiques et des alcools (éthanol, Glycérol) **(Aldiguier. A.S, 2006)**

2/ Sources d'azote : La plupart des levures sont capables d'assimiler différentes sources d'azote organiques et inorganiques pour la biosynthèse d'acides aminés, de protéines, d'acides nucléiques et de vitamines. L'assimilation des ions ammoniums est largement répandue. Cependant, elles se caractérisent par une capacité à utiliser les nitrates et d'autres composés comme source d'azote (acides aminés, urée, biotine, base puriques et pyrimidiques) **(Aldiguier. A.S, 2006).**

3/ Oligoéléments et facteurs de croissance : Les levures ont besoin aussi de sels minéraux et d'oligoéléments nécessaires à de très faibles concentrations. De plus, d'autres facteurs sont essentiels comme les vitamines (la biotine, la thiamine et l'acide pantothénique), qui interviennent lors des réactions enzymatiques, comme des coenzymes **(Aldiguier. A.S, 2006)**

III.2.4 Les conditions physicochimiques de croissance sont :

1/ La température : La température courante de culture des levures se situe entre 25 et 30°C. La température maximale de croissance se situe entre 35°C et 45°C **(Larpent. J.P, 1990).**

2/ Le pH : Les levures ont tendance à coloniser des environnements acides. Leur croissance optimale se fait à des pH entre 4,6 à 6 **(Noui. Y, 2001)**.

3/ L'oxygène : Toutes les levures sont capables de se développer en présence d'oxygène, il n'y a pas de levures anaérobies strictes. ***Saccharomyces cerevisiae*** est aero-anaérobie facultative. Elle s'adapte à deux modes de vie, en présence ou en absence d'oxygène (cas de la fermentation) **(Noui. Y, 2001)**.

III.3 Ressources en biomasses à fermenter :

D'une manière générale, les ressources de la biomasse accessibles sur notre planète, issues des grands domaines de production, peuvent être classées de la manière suivante **(Sourisse. C, 2018)** :

- Les produits issus de l'agriculture (blé, maïs, pommes de terre, betterave, canne à sucre), tous dédiés initialement du moins à l'alimentation humaine ou animale auxquels s'ajoutent des plantes dédiées à la culture énergétique, comme le miscanthus géant,
- Les sous-produits et résidus de l'agriculture et de l'élevage : pailles, pulpes, drèches, Tourteaux, … ;
- Le bois des forêts ainsi que les déchets naturels du bois et de la sylviculture (plaquettes, sciure) ainsi que ceux des industries du bois de construction (copeaux, sciure) et du bois d'emballage (cagettes, palettes, tonnellerie), à l'exception de ceux traités par des produits chimiques toxiques.
- Les déchets issus des industries agro-alimentaires, des habitations et des collectivités urbaines, souvent humides ou même liquides, parmi lesquels les boues des eaux usées, les ordures ménagères et résidus organiques des déchetteries, les résidus de la distribution et des cafés-restaurants ou ceux des espaces verts.
- Les ressources halieutiques : algues et micro algues, ces dernières sont promises à un grand avenir car elles sont très riches en énergie ;

En tenant compte de <u>la composition biochimique</u> des biomasses à fermenter, le bioéthanol peut être produit à partir :

- De substrats riches en saccharose (canne à sucre, betterave sucrière, etc., ou leurs déchets),
- De substrats riches en amidon (maïs, orge, blé, pomme de terre, etc., ou leurs déchets),
- De substrats cellulosiques tels que les résidus agricoles (la paille ou les cannes de maïs), les cultures énergétiques (le panic érigé, Tallis, miscanthus, ou des arbres à courte rotation), les

résidus forestiers, les déchets ménagers constitués de résidus de fruits et de légumes (écorces, épluchures, pièces impropres à la consommation).

III.4 Générations du bioéthanol :

En tenant compte de la nature de la biomasse, nous avons **(IFPEN, 2021) (Figure I, 05)** :

- Le bioéthanol de 1èregénération ou Bioéthanol conventionnel, lorsqu'il est produit à partir des plantes sucrières (betteraves, cannes à sucre), et des plantes amylacées (blé, maïs, pomme de terre) destinées à l'alimentation.
- Le bioéthanol avancé (2ème Génération) utilise une matière végétale non alimentaire, soit de nature lignocellulosique (déchets forestiers et agricoles, cultures dédiées comme le miscanthus). Nous ajoutons aussi les déchets ménagers organiques de diverses natures biochimiques (sucrières, amylacées, ou cellulosiques).
- Enfin, le bioéthanol de 3ème génération est issu d'algues.

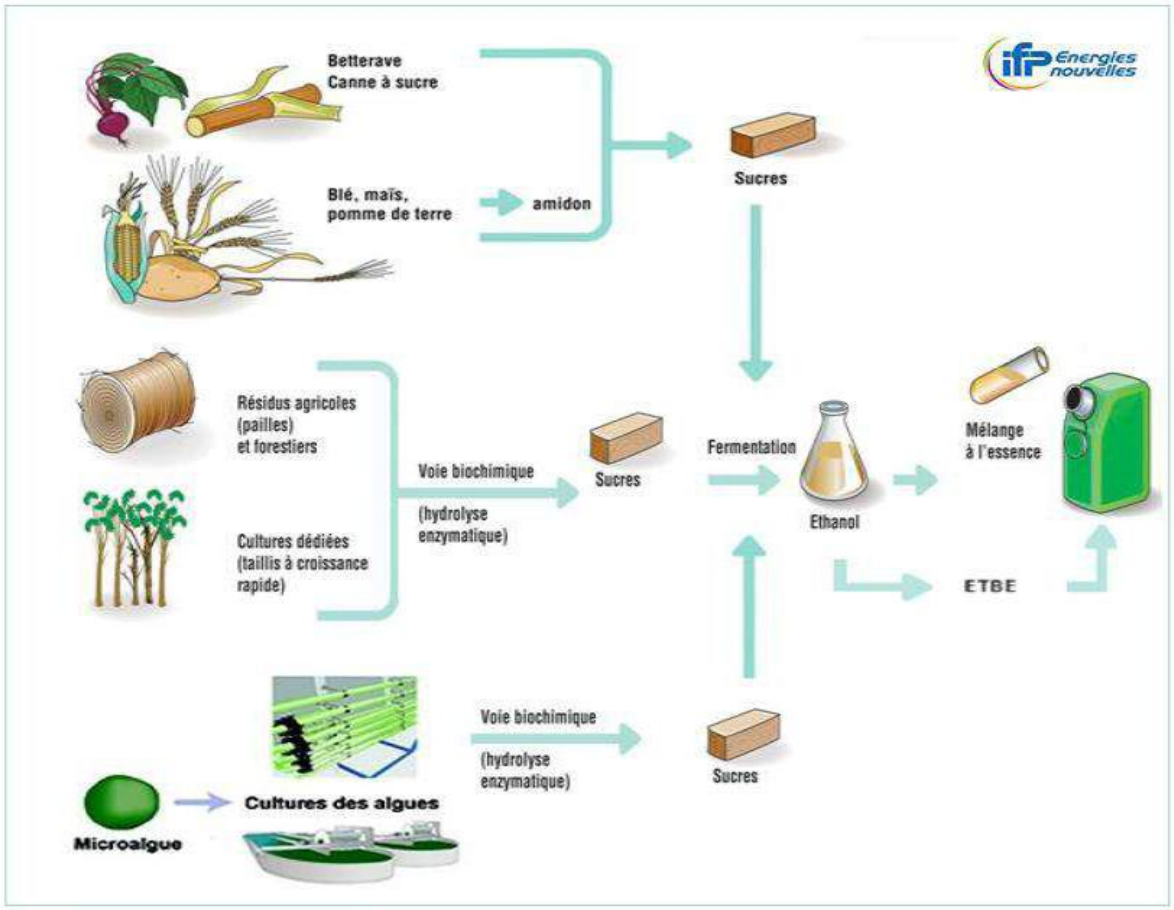


Figure I.05 : Filières de production du Bioéthanol (IFPEN, 2021)

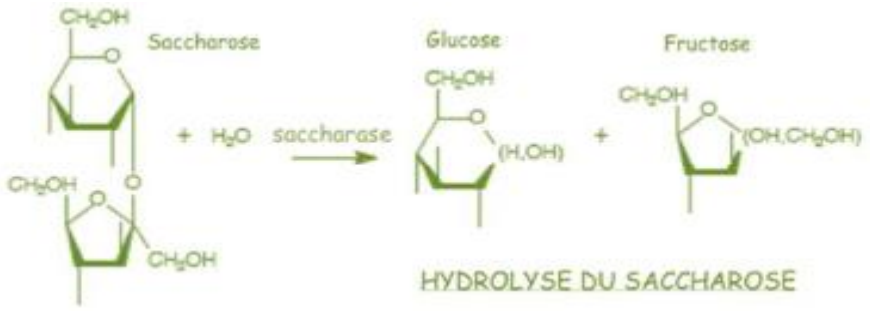
III.5 Technologies de production du Bioéthanol :

III.5.1 Préparation ou Pré-traitement de la matière première (Biomasse) :

L'objectif de cette étape est de rendre la matière première simple et accessible à la fermentation alcoolique par la levure.

1/ Biomasse sucrières (riches en saccharose) :

Il s'agit de canne à sucre, betterave sucrière, etc., ou leurs déchets. La production d'éthanol à partir de betterave sucrière débute, comme pour la production de sucre, avec le lavage des racines, leur découpage en cossettes et l'extraction des sucres à l'eau chaude qui est appelé diffusion. Pour ce qui est de la canne à sucre, la première étape est la coupe, suivie du broyage des cannes puis enfin leur pressage **(Riess, 2012)**. Le saccharose issu de cette extraction est directement fermentescible, il ne nécessite pas une hydrolyse car il est hydrolysé en glucose et fructose par les enzymes (Saccharases, invertases) de la levure elle-même :



2/ Biomasse amylacée (riches en amidon) :

L'amidon est un glucide complexe (polyoside) composé d'unités D-glucose (sucre simple) **(Figure I.06)**. L'amidon est un mélange de deux homopolymères, l'amylose (linéaire) et l'amylopectine (ramifié), composés d'unités de formule chimique générale $(C_6H_{10}O_5)_n$. L'amidon issu du (blé, maïs) est riche en amylose donne sous l'action de la température des gels fermes, opaques et de texture courte. Un amidon riche en amylopectine (pomme de terre) donnera un gel plus long, de texture moyenne ou longue et translucide **(Site 4)**.

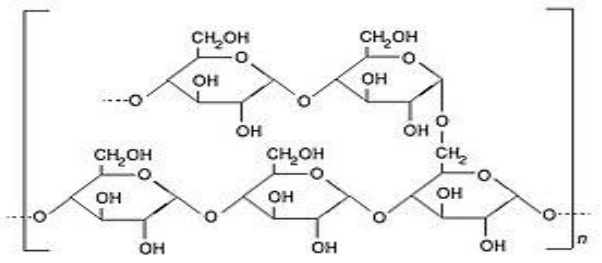


Figure I.06. Structure de l'amidon (Site 4).

L'amidon contenu dans les plantes n'est ni fermentescible, ni accessible directement, il doit donc être transformé en glucose par un procédé consiste de prétraitement enzymatique ou chimique.

Pour l'hydrolyse acide, de nombreuses études ont été menées pour optimiser le type et la quantité d'acide à utiliser ainsi que le rapport acide-matière première. Selon **Tasic. M.B. et al., 2009**, l'hydrolyse s'effectue avec une solution de HCl à 1M et un rapport matière-acide 1 :2 (p/v).

L'hydrolyse enzymatique s'effectue en utilisant des enzymes connues sous le nom d'amylases. Les amylases sont des enzymes qui hydrolysent les molécules d'amidon pour donner divers produits, y compris des dextrines et progressivement de plus petits polymères composés d'unités de glucose. Ces enzymes sont d'une grande importance dans l'actuelle de la biotechnologie avec des applications allant de la nourriture, la fermentation, le textile à l'industrie du papier.

Bien que les amylases puissent dériver de plusieurs sources (les plantes, les animaux et les micro-organismes), les enzymes microbiennes répondent généralement plus aux exigences industrielles. Aujourd'hui, un grand nombre d'amylases microbiennes sont disponibles et elles ont presque complètement remplacé l'hydrolyse chimique de l'amidon dans les industries de transformation de l'amidon **(Sani. I, 2014)**.

L'α-amylase est présente dans les plantes et dans les animaux. La salive humaine et le pancréas sont riches en cette enzyme. L'alpha -amylase est une endo amylase qui hydrolyse au hasard les liaisons osidiques (1,4), de l'amylose, de l'amylopectine, de l'amidon et du glycogène à l'exclusion des liaisons terminales de ces chaînes. Elle provoque la libération du glucose et d'oligosides de 2 à 7 unités (maltose, maltotriose et surtout d'α–dextrines). Les propriétés dès l'alpha amylases sont très variables et dépendent de l'origine de l'enzyme **(TableauI.02) (Sani. I, 2014)**.

La β-amylase qui agit à partir de l'extrémité non-réductrice de la chaîne, coupe l'amidon en unités maltose (un disaccharide) **(Sani. I, 2014).**

La γ-amylase (ou amyloglucosidase ou encore glucoamylase) sont des exo-enymes qui coupent la chaîne à la dernière liaison glucosidique α (α (1,4) et α (1,6)) à l'extrémité non-réductrice, et conduit au monosaccharide glucose **(wertz. J.L, 2011)**. C'est une enzyme essentiellement produite par des moisissures du genre ***Aspergilus sp***., ***Penicillium sp.*** et ***Rhizopus sp*** **(Sauer. J et al, 2000).**

Tableau I.02 : Propriétés de quelques alphas amylases (Villette. J ,1991)

0rigine	Masse molaire KDa	pH optimum	Température optimale °C
Animale			
Pancréas de porc	50	6,9	37 - 40
salive	50	6,9	37 - 40
Végétale			
Orge malté	60	4,7 – 5,4	50 – 55
Microbienne			
A. niger	58	4 – 5	50
A. oryzae	52,5	5,5 – 6,9	40
B. subtilis	47	5,3 – 6,4	50
B. acidocaldarius	68	3,5	75
B. amyloliquefasciens	49	5,9	65
B. licheniformis	22-23	5,9 - 9	76

3/ Biomasse cellulosique et lignocellulosique :

Dans le cas de l'éthanol produit à partir de matière lignocellulosique, couramment appelé éthanol cellulosique, le procédé d'hydrolyse enzymatique est beaucoup plus complexe et laborieux puisque la matière lignocellulosique est formée d'une matrice rigide difficile à déstructurer pour libérer la cellulose **(Ferland. C, 2008)**.

La biomasse lignocellulosique est un substrat complexe, constitué de trois principales fractions : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine **(Ogier. J-C et al, 1999) (Figure I.07).**

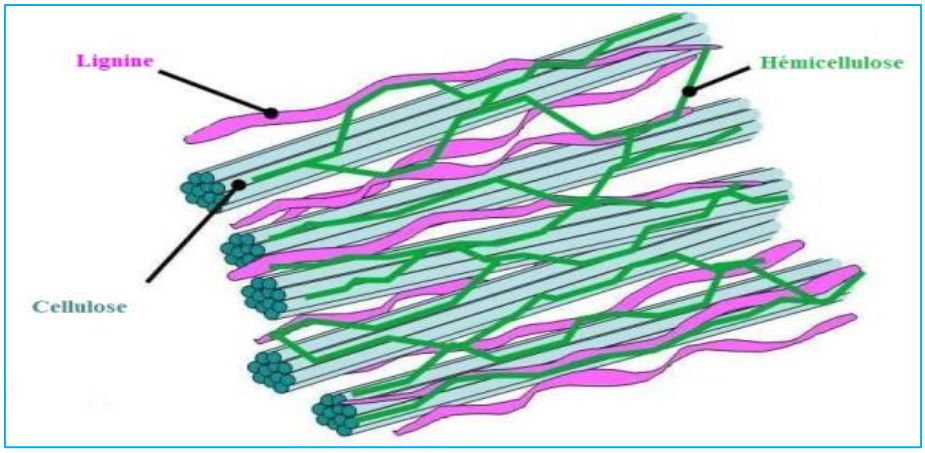


Figure I.07 : Structure de la biomasse lignocellulosique (Maarouf A. A, 2020).

La cellulose est un homopolysaccharide linéaire constitué d'unités de glucose (D-glucopyranose) liées entre elles par des liaisons β (1-4) glycosidiques (β-D-glucane) décrites sur la **figureI.08 (Maarouf A. A, 2020)**.

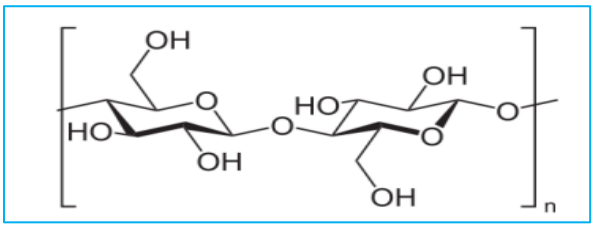


Figure I.08: Structure chimique de la cellulose (Maarouf A. A, 2020).

Les hémicelluloses sont des hétéropolysaccharides ramifiés peu polymérisés et constitués de différentes unités monosaccharidiques telles que le glucose, le mannose, le galactose, l'arabinose et le xylose **(Figure I.09)**. Elles ont des ramifications courtes (~50-200) et amorphes, ce qui les rend partiellement solubles dans l'eau. Les hémicelluloses sont capables de se lier à la cellulose par des ponts hydrogènes et à la lignine par des liaisons covalentes. Ces polymères sont plus accessibles à l'hydrolyse que la cellulose (**Maarouf A. A, 2020)**.

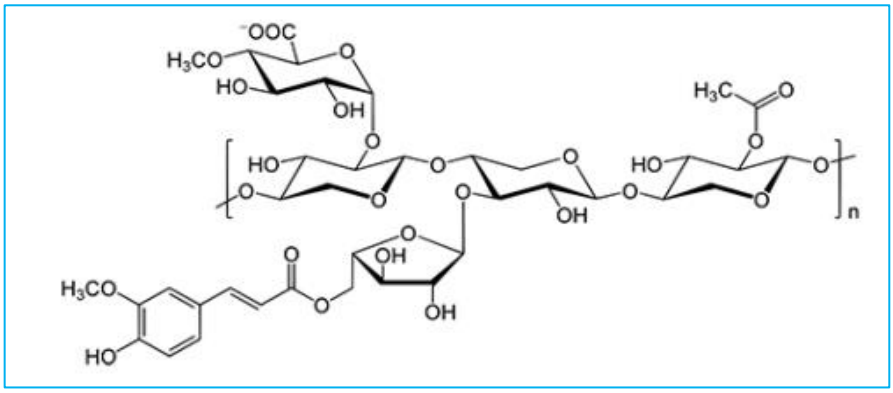


Figure I. 09 : Structure chimique de l'hémicellulose (**Maarouf A. A, 2020)**.

La lignine est un hétéropolymère phénolique réticulé dérivé principalement de trois monomères d'alcool hydroxycinnamoyle, à savoir les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique. Ils sont principalement formés par la polymérisation radicalaire d'unités alcool p-hydroxy cinnamylique (Figure). Ils sont de nature relativement hydrophobe et aromatique. La lignine est extrêmement résistante à la dégradation enzymatique due à sa complexité structurale **(Figure I.10)** (**Maarouf A. A, 2020)**.

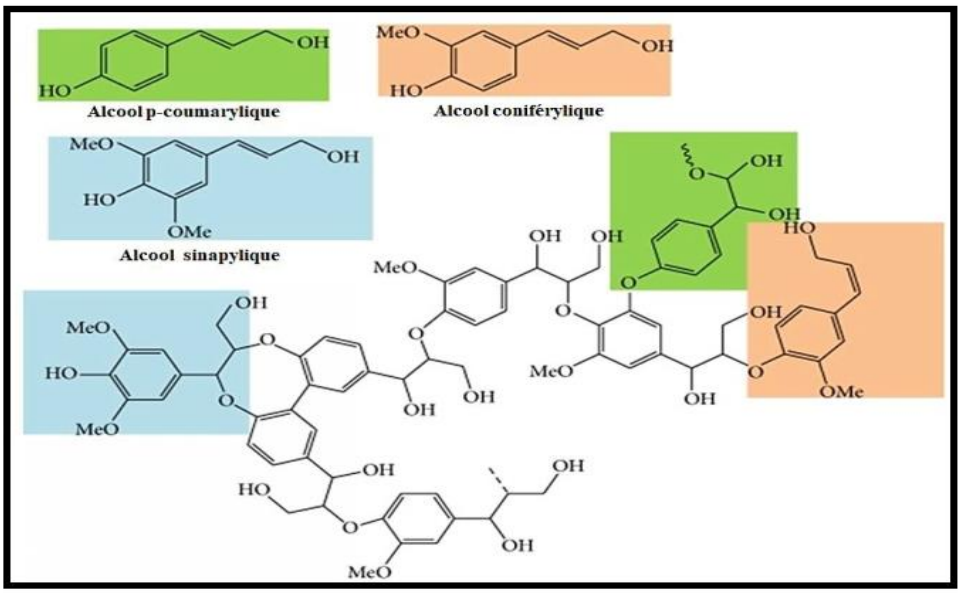


Figure I. 10 : Structure chimique de la lignine (**Maarouf A. A, 2020)**.

Le procédé de production d'éthanol consiste à récupérer par hydrolyse le maximum de sucres issus à la fois des fractions cellulosiques et hémi cellulosiques, puis de fermenter ces sucres en éthanol. Les premiers procédés d'hydrolyse utilisés étaient surtout chimiques, mais ils sont peu compétitifs à l'heure actuelle, en raison notamment du coût des réactifs et de la formation de nombreux sous-produits et de composés inhibiteurs rendant les hydrolysats peu fermentescibles. Ils sont désormais concurrencés par les procédés enzymatiques, plus spécifiques et qui permettent de meilleurs rendements d'hydrolyse dans des conditions moins sévères. Cependant, la biomasse lignocellulosique n'est pas directement accessible aux enzymes, et elle doit subir au préalable une phase de prétraitement **(Figure I.11)** dont l'objectif est d'améliorer la susceptibilité à l'hydrolyse enzymatique de la cellulose et éventuellement d'hydrolyser la fraction hémi cellulosique en sucres monomères **(Ogier. J-C et al, 1999)**.

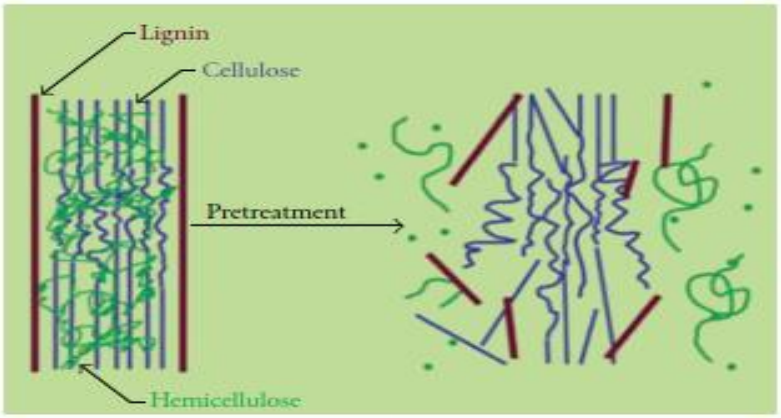


Figure I.11 : Représentation schématique du prétraitement (Brodeur. G et al, 2011).

Tableau I.03 : Méthodes de prétraitement de la biomasse lignocellulosique (Brodeur Gary, 2011 ; Ogier. J-C et al, 1999)

Type de procédés	Exemple
Procédés physiques	-Fragmentation, Broyage. -Irradiation.
Procédés chimiques	- Avec des acides - Avec des bases - Avec des solvants organiques (organosolv) - Avec des agents oxydants - Avec des liquides ioniques
Procédés thermochimiques (physico-chimiques)	- Explosion à la vapeur - Explosion à l'ammoniac (AFEX) - Explosion au CO_2 - Prétraitement thermique/mécanique/alcalin
Procédés biologiques	- Utilisation de champignons pour rendre soluble la lignine
Combinés	- Explosion de vapeur catalysée

Parmi les nombreuses méthodes de prétraitement qui ont été étudiées **(Tableau I.03)**, nous en avons identifié trois répondants au mieux aux objectifs précédemment cités : le prétraitement à l'acide dilué, l'explosion à la vapeur avec utilisation d'un catalyseur, et la thermo hydrolyse. Ces trois méthodes permettraient d'atteindre des rendements d'hydrolyse enzymatique de la cellulose proches de 100 %, tout en permettant un taux d'hydrolyse des hémicelluloses supérieur à 80 %, et en minimisant la formation de composés de dégradation. L'hydrolyse enzymatique doit encore être améliorée afin de réduire le coût lié à la consommation d'enzymes **(Ogier. J-C et al, 1999)**.

Les principales voies de recherche devraient porter sur l'amélioration de l'activité des cellulases, afin de se rapprocher le plus possible de celles d'enzymes telles que les amylases. Le développement du procédé SFS (saccharification et fermentation simultanées) permet d'améliorer l'efficacité des enzymes en minimisant les réactions d'inhibition des enzymes par les produits formés. Son inconvénient est lié aux différences entre les températures optimales de l'hydrolyse enzymatique et de la fermentation. La recherche de micro-organismes conservant de bonnes performances fermentaires à température élevée doit donc se poursuivre. **(Ogier. J-C et al, 1999)**.

Un autre verrou technologique du procédé concerne la fermentation alcoolique des pentoses, qui peuvent représenter jusqu'à 25 à 40 % des sucres totaux contenus dans la biomasse lignocellulosique. C'est pourquoi il est indispensable de les valoriser en éthanol. Contrairement à la fermentation alcoolique du glucose, largement connue et maîtrisée, celle des pentoses n'est toujours pas résolue en raison des performances fermentaires médiocres des micro-organismes utilisés. Le développement des outils génétiques et les nouvelles voies de recherche portant sur la transformation de Saccharomyces cerevisiae et de ***Zymomonas mobilis*** afin de leur faire acquérir la capacité à fermenter les pentoses, devraient permettre d'améliorer les performances, et éventuellement de se rapprocher de celles enregistrées sur glucose par ***Saccharomyces cerevisiae*** **(Ogier. J-C et al, 1999 ; Brodeur. G, 2011)**.

III.5.2. La fermentation alcoolique :

Elle est réalisée dans un milieu riche en sucres issus de l'hydrolyse de la biomasse ou la matière première. Le moût est introduit dans le fermenteur puis inoculé avec le milieu de fermentation. La fermentation dure de 40 à 72 heures. Dans les conditions optimales de croissance de la souche utilisée (***Saccharomyces cerevisi*ae, *Zymomonas mobilis)***. Elle se déroule généralement en milieu non renouvelé (mode batch). La croissance de ***Saccharomyces cerevisi*ae** peut être limitée par l'accumulation des substances toxiques. Il faut signaler que les acides gras : l'acide octanoïque, décanoïque, formés par les levures, deviennent toxiques pour elle. Pour remédier à ce phénomène, du charbon est additionnée aux moûts avant ensemencement pour faciliter la reprise de la fermentation (**Ould El Hadj. M.D et al 2012)**.

Les fermentations alcooliques sont des procédés multiphasiques, ce qui pose des contraintes biologiques et physico-chimiques. Les cellules vivantes constituent un système organisé avec des entrées de substrats, d'oxygène, de facteurs de croissance et des sorties de déchets comme le CO2 et l'éthanol. La croissance nécessite un environnement adéquat du point de vue du pH, de la température, de la force ionique, de la présence de cofacteurs enzymatique. Ceci permet le développement, la maintenance et la reproduction des cellules dans de bonnes conditions. Les systèmes multiphasiques posent des problèmes de transferts entre chacune des phases, ce qui entraine, lors de leurs mises en œuvre à grande échelle, l'hétérogénéité du milieu **(Riess. J, 2012).**

III.5.3 Extraction du bioéthanol (DJEBA. C et al, 2022) :

La liqueur fermentée contient entre 8 et 15 % d'alcool. L'éthanol est séparé de la liqueur par un système de distillation à plusieurs colonnes qui fournit un alcool pur à 96 %. Pour les

besoins de commercialisation, l'éthanol est déshydraté par un tamis moléculaire. L'éthanol est alors dit « anhydre ». Un dénaturant y est ajouté en petite quantité (2 à 5 %) afin d'éviter qu'il soit commercialisé sur le marché de l'alimentation humaine.

L'éthanol et l'eau composent un azéotrope quand est atteinte une concentration en éthanol de 95,6% (w/w). Sa température d'ébullition à pression atmosphérique est alors de 78,2°C, pour 79°C concernant l'éthanol. Il est possible d'obtenir de l'éthanol pur en effectuant une distillation à une pression de 0,11 atmosphères, mais ce procédé est trop coûteux. Il est préférable d'effectuer deux étapes d'extraction.

Une première ***distillation classique*** est effectuée pour obtenir un mélange proche de la proportion azéotropique. Plusieurs solutions existent ensuite pour déshydrater ce mélange, la distillation azéotropique, la distillation extractive, la séparation sur tamis moléculaire ou la pervaporation.

Une distillation azéotropique consiste à introduire un solvant entraineur qui va former un azéotrope ternaire dont la température d'ébullition est inférieure à l'azéotrope eau-éthanol. La distillation de cet azéotrope ternaire va permettre d'obtenir de l'éthanol pur à plus de 99% en bas de colonne. Le distillat, contenant eau, éthanol et solvant extracteur, est divisé en deux phases par décantation. La phase contenant l'éthanol est renvoyée à la colonne de distillation azéotropique, la phase aqueuse subit une nouvelle distillation afin de séparer l'eau du solvant extracteur. Les solvants employés sont le cyclohexane, le diéthylether, le n-pentane, le benzène et le toluène. Ces deux derniers ne sont plus guère utilisés, du fait de leur toxicité, le cyclohexane étant privilégié pour les données concernant l'azéotrope eau-éthanol-cyclohexane.

La distillation extractive est une distillation effectuée avec un troisième constituant qui a le pouvoir d'inverser les températures relatives d'ébullition du mélange. Ainsi, la température d'ébullition de l'azéotrope n'est plus la plus faible. Ce troisième constituant peut être un liquide (l'éthylène glycol par exemple, ou l'essence en cas de production de carburant), un sel (acétate de potassium, acétate de sodium…), un liquide ionique ou des polymères. Une étape annexe est ici aussi nécessaire pour recycler le constituant ajouté.

Le procédé qui s'impose de plus en plus est ***la séparation sur tamis moléculaire***. Il s'agit d'un tamis composé de zéolites, dont les pores ont un diamètre nominal de 0,30 nm. Les molécules d'éthanol (approximativement 0,44 nm de diamètre) sont retenues par ce tamis, alors que les molécules d'eau (0,28 nm de diamètre), plus petites, peuvent pénétrer les pores. Cette technologie présente un excellent bilan énergétique de 0,1 à 0,2 MJ/kg d'éthanol pour une consommation totale (avec la première distillation) de 5 MJ/kg d'éthanol.

La séparation eau-éthanol peut également s'effectuer par des membranes par ***pervaporation***. Des membranes hydrophiles ou hydrophobes existent. Ce procédé peut également être utilisé pendant la fermentation pour extraire l'éthanol en continu, et limiter ainsi son pouvoir inhibiteur.

III.5.4 Exemples de Procédés de production :

1/ A partir des plantes saccharifères :

La canne à sucre, avec son utilisation massive au Brésil, est la plante saccharifère la plus utilisée au niveau mondial pour la production de bioéthanol. En 2010, l'éthanol de canne à sucre représentait un tiers de la production d'éthanol au niveau mondial. Cependant, la canne à sucre ne pousse qu'en milieu tropical. La betterave sucrière est beaucoup mieux adaptée au climat tempéré de l'Europe. Il existe aussi une troisième plante utilisée à moindre échelle, le sorgho sucrier. Il provient de l'Afrique ; mais il est adaptable au climat tempéré et présente l'avantage d'avoir des besoins réduits en eau pour se développer. Les plantes saccharifères ont l'inconvénient d'être riches en eau et ne peuvent donc pas être stockées dans le temps pour une utilisation ultérieure. En effet leurs teneurs en sucre diminuent rapidement après arrachage ou coupage. Les racines de Betteraves sont lavées, découpées en cossettes. Ces dernières subissent une extraction des sucres à l'eau chaude par diffusion. La canne à sucre, subit un découpage suivi d'un broyage puis un pressage **(Riess, 2012)**.

La **figure I.12** illustre le procédé de production d'éthanol à partir de betterave sucrière. Les jus d'extraction appelés jus verts peuvent être utilisés directement pour la fermentation par ***Saccharomyces cerevisiae*** durant la campagne sucrière. Cette levure a la capacité d'hydrolyser le saccharose et ainsi de libérer les deux sucres simples dont il est composé, qui sont le glucose et le fructose. Ces sucres simples sont fermentescibles. Il s'agira ensuite de distiller le vin obtenu pour récupérer l'éthanol. Les jus clairs, sirops et mélasses sont issus respectivement des étapes de clarification, évaporation et cristallisation. La phase de clarification est effectuée par chaulage. Le jus chaulé sera ensuite carbonaté puis subira un second chaulage et une seconde carbonatation. Sous l'action de la chaux, les acides minéraux et un certain nombre de matières organiques, comme les pectines et les protéines, sont transformés en sels insolubles. Il se forme un précipité qui entraîne les impuretés en se déposant. Le chaulage entraîne l'élimination presque totale du fer. Le fer peut catalyser des réactions d'oxydations entrainant la formation de couleur et mener à la formation de sucres blanc-grisâtre, il est donc indésirable pour la production de sucre. La fraction liquide, appelée jus clair est alors récupérée. Le sirop correspond au jus clair est concentré par évaporation de l'eau. Le saccharose représente alors

plus de 90 % de la matière sèche totale. Le passage de sirop à mélasse consiste en une cristallisation du sucre, ce sont donc les autres constituants qui sont concentrés et le sucre lui est en partie éliminé. Le but de cette opération est de former la masse-cuite (sucre refroidi) par cristallisation du sucre contenu dans le sirop. L'introduction de très fins cristaux dans le sirop amorce la cristallisation du sucre, qui se propage spontanément. L'essorage permettra de séparer d'une part le sucre cristallisé et la mélasse **(Riess, 2012).**

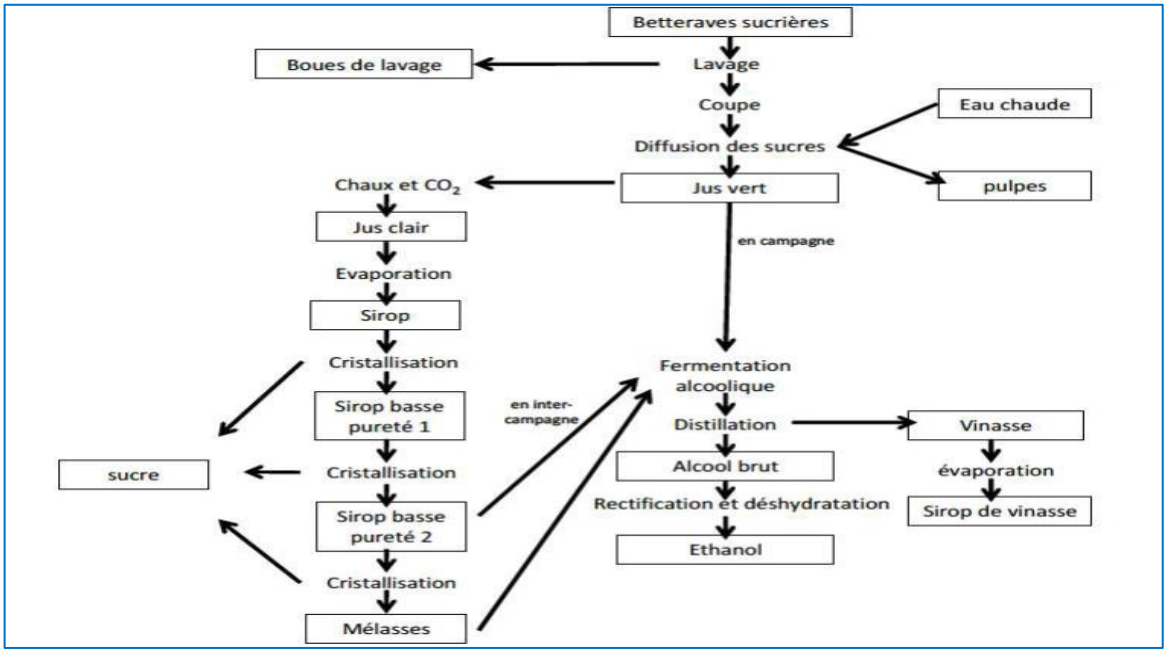


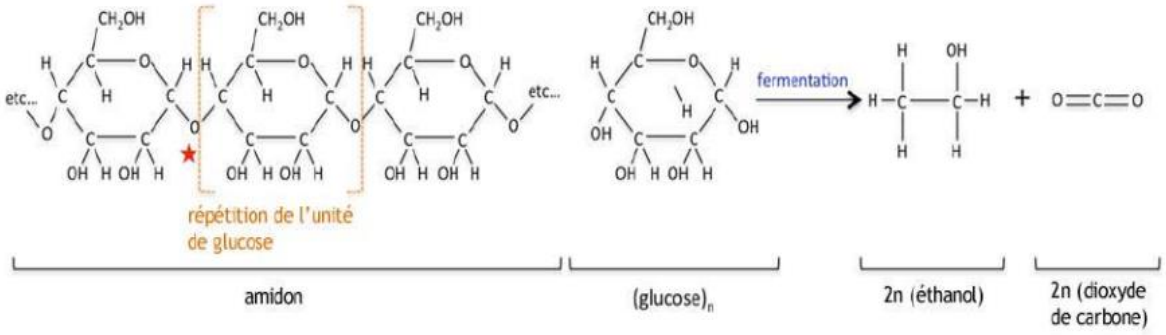
Figure I.12 : Recyclage des sous-produits de l'industrie sucrière dans la production du Bioéthanol (Riess, 2012).

2/ A partir des plantes amylacées :

Le maïs est la plante la plus utilisée pour la production d'éthanol aux Etats-Unis d'Amérique. Cependant, cette plante, grande consommatrice en eau, est bien moins adaptée aux étés généralement secs de l'Europe. Néanmoins d'autres plantes sont utilisables comme le blé et l'orge (moins gourmande en eau en été), la pomme de terre ou encore le manioc ; ce dernier est particulièrement bien adapté au climat tropical. Les réserves d'amidon dans les céréales s'effectuent dans leurs graines. Celles-ci étant pauvres en eau, elles peuvent être stockées et utilisées ultérieurement. Ce n'est pas le cas pour la pomme de terre ou le manioc qui sont riches en eau et doivent donc être transformés rapidement après récolte **(Riess, 2012)**.

A l'instar des jus de betterave, la composition des jus sucrés à partir d'amidon peut varier selon les procédés utilisés, selon les variétés de plantes utilisées ou encore selon les sols. Cependant dans ce cas, l'influence de la technique utilisée pour obtenir les jus sucrés est encore

plus importante. En effet, l'amidon contenu dans les plantes n'est ni fermentescible, ni accessible directement, il doit donc être transformé en glucose par un procédé consiste de prétraitement enzymatique. Le traitement enzymatique passe par une liquéfaction en utilisant des α-amylases libérant du glucose et d'oligosides de 2 à 7 unités (maltose, maltotriose et surtout d'α–dextrines), puis une saccharification par la glucoamylase qui conduit à la libération du glucose **(Riess, 2012) (Figure I.13)**. Le glucose libéré est converti en éthanol comme suit :



Apres fermentation, l'éthanol est récupéré par distillation, rectifié et concentré. Toute la vinasse (résidu de la distillation) est séparée par le biais de décanteurs centrifuges en grains humides et en vinasse légère. La vinasse légère est concentrée en sirop par le biais de la vaporisation. Les grains humides, ou drêches contiennent du sucre non-converti, des protéines et des fibres. Ils sont séchés et utilisés pour l'alimentation animale. Le sirop de vinasse peut être mélangé avec les grains humides avant le séchage thermique **(FigureI.13)**.

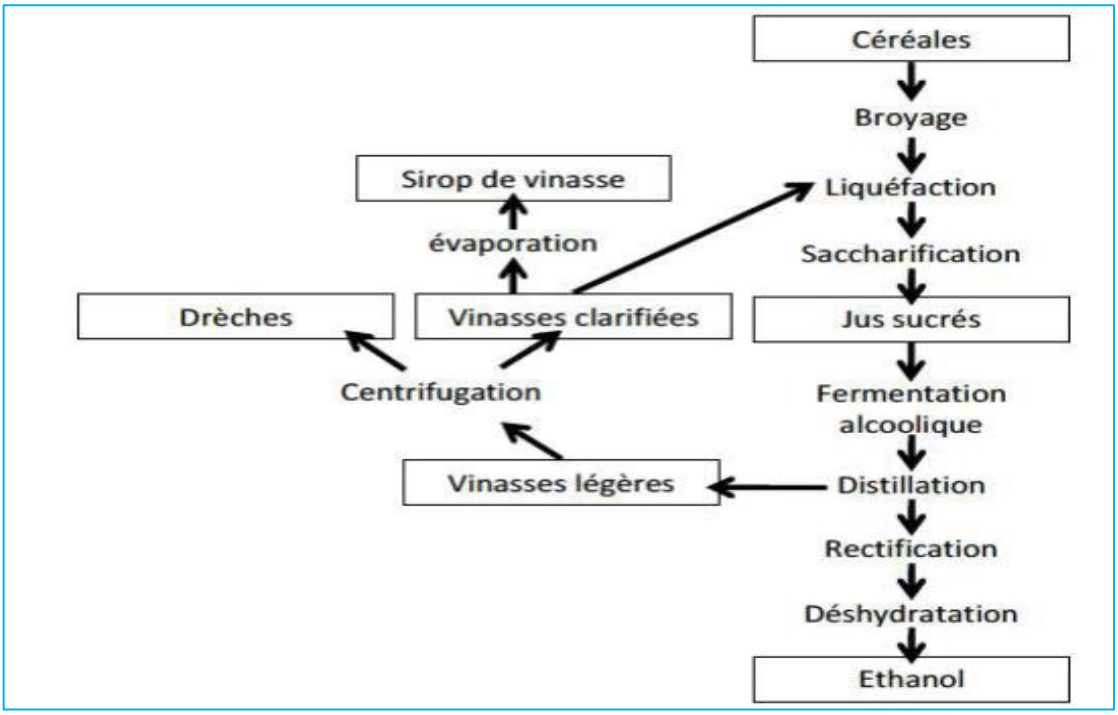


Figure I.13 : Procédé de production du Bioéthanol à partir des céréales (Riess, 2012).

3/ A partir des résidus lignocellulosiques (Ogier. J-C et al, 1999) :

La **figure I.14** représente les principales étapes de la conversion des matériaux lignocellulosiques en éthanol, selon deux variantes : l'une principalement associée à l'obtention des sucres fermentescibles par voie chimique, l'autre par voie enzymatique à l'aide des cellulases. Dans le second cas, un prétraitement s'avère nécessaire pour faciliter les étapes ultérieures d'hydrolyse. Ce prétraitement peut être mécanique, thermique ou chimique, ou bien la combinaison de deux ou trois de ces types d'action.

Les produits résultant du prétraitement, qui peuvent être éventuellement séparés, sont une solution d'hémicelluloses ou de pentoses et un résidu solide principalement constitué de cellulose et de lignine. L'optimisation de ce type de prétraitement va se traduire par la libération des sucres de la fraction hémi cellulosique, essentiellement des pentoses, en minimisant la genèse de produits de dégradation non fermentescibles. En ce qui concerne l'hydrolyse enzymatique de la cellulose, il est crucial, d'un point de vue économique, de diminuer les quantités d'enzymes utilisées.

Apres fermentation (des hexoses et des pentoses), l'éthanol est séparé par distillation, il en résulte alors la vinasse lignine.

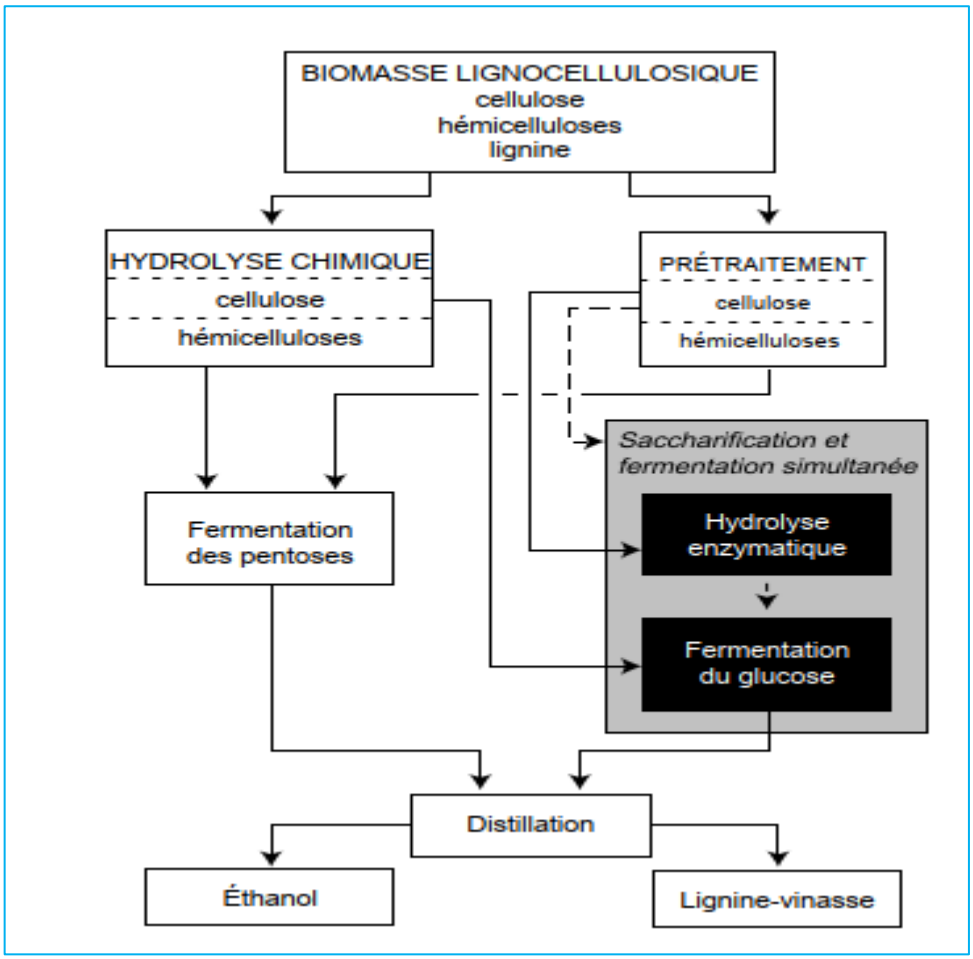


Figure I.14 : Schéma simplifié de la production d'éthanol à partir de biomasse lignocellulosique (Ogier. J-C et al, 1999).

III.6 Domaines d'utilisation du Bioéthanol :

L'éthanol peut être commercialisé sous forme anhydre (éthanol à 100 % en volume appelé aussi alcool absolu), ou à différentes concentrations dans l'eau, principalement à 95%, et pour des usages antiseptiques à 70%.

Pour les usages autres qu'alimentaires, des dénaturants sont ajoutés. L'éthanol dénaturé que l'on trouve également dans le commerce sous le nom d'alcool à brûler, est de l'éthanol dans lequel on a dissous divers produits pour le rendre impropre à la consommation **(INRS, 2007)**.

Le bioéthanol peut être utilisé, sous certaines conditions, comme carburant dans les moteurs à essence, soit de 5 à 20% dans les moteurs à essence sans modification, de 85 à 100% dans des moteurs à essence spécifiquement adaptés. En outre, l'éthanol peut être converti en divers produits de base de l'industrie chimique, tels, l'éthylène et l'éther éthyle tertio-butyle (ETBE), conventionnellement, produits à partir du pétrole. Ce dernier est mélangé à raison de 15% à l'essence, ce qui permet d'augmenter l'indice d'octane du carburant. Contrairement à

l'éthanol, il ne favorise pas l'évaporation des carburants et n'absorbe pas l'humidité de l'air **(Kara Ali. M., 2014) (Figure I.15)**.

L'éthanol est utilisé dans l'industrie pharmaceutique comme milieu de réaction, comme agent d'extraction, comme agent de nettoyage. Il l'est aussi comme solvant, pour la fabrication d'antibiotiques, de vaccins, de tablettes, comprimés et vitamines. Les caractéristiques physico-chimiques de l'éthanol en font un excellent support de médicaments incluant les traitements contre la toux ou les décongestifs **(Figure I.15)**.

L'alcool pharmaceutique est surtout connu pour son caractère désinfectant, qu'il soit présent sous forme liquide ou de gel. L'éthanol est également utilisé dans de nombreux déodorants, lotions, savons, nettoyants liquides et shampoings. Pour certaines utilisations en parfumerie : atomiseurs, laques capillaires, il est nécessaire d'utiliser de l'alcool surfin déshydraté **(Site 5) (Figure I.15)**.

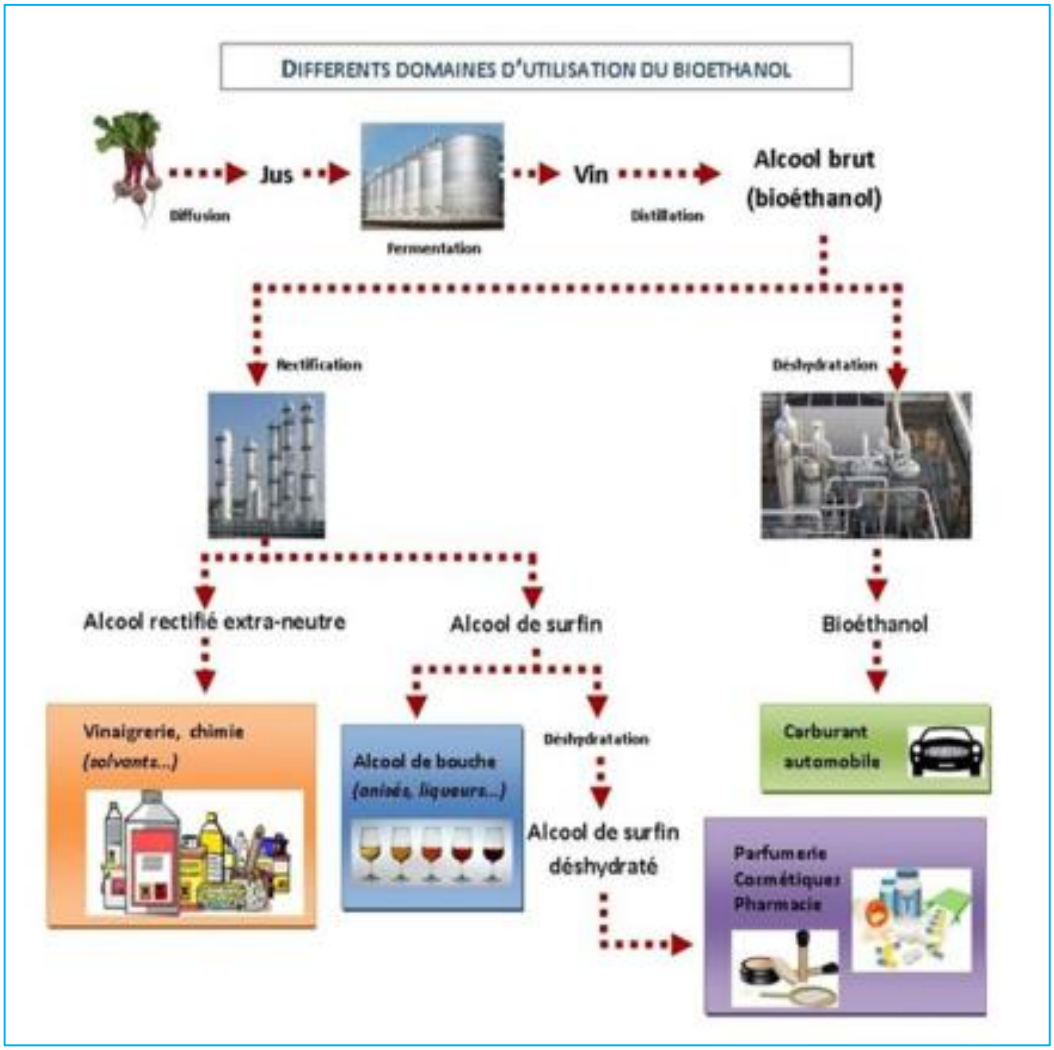


Figure I.15 : Domaines d'utilisation du Bioéthanol (Cherifi. N et Benaissa. F, 2020).

Chapitre 2 :

VALORISATION DES HUILES USAGÉES DANS LA PRODUCTION DU BIOEDIESEL et DERIVES.

I. ENTREE SUR LES HUILES DOMESTIQUE :

I.1 Définition des huiles :

Une huile est un corps gras qui est à l'état liquide à température ambiante et qui ne se mélange pas à l'eau. Les huiles sont des liquides gras, visqueux, d'origine animale, végétale (que l'on trouve principalement dans les noix, les graines et les semis), minérale ou synthétique. Elles se différencient des graisses qui sont pâteuses dans les conditions normales d'utilisation. Les huiles végétales et animales sont essentiellement constituées de triglycérides, c'est-à-dire des esters de glycérol et d'acides gras qui se différencient par la nature et le pourcentage relatif d'acides gras **(FigureII.01) (site 6)**.

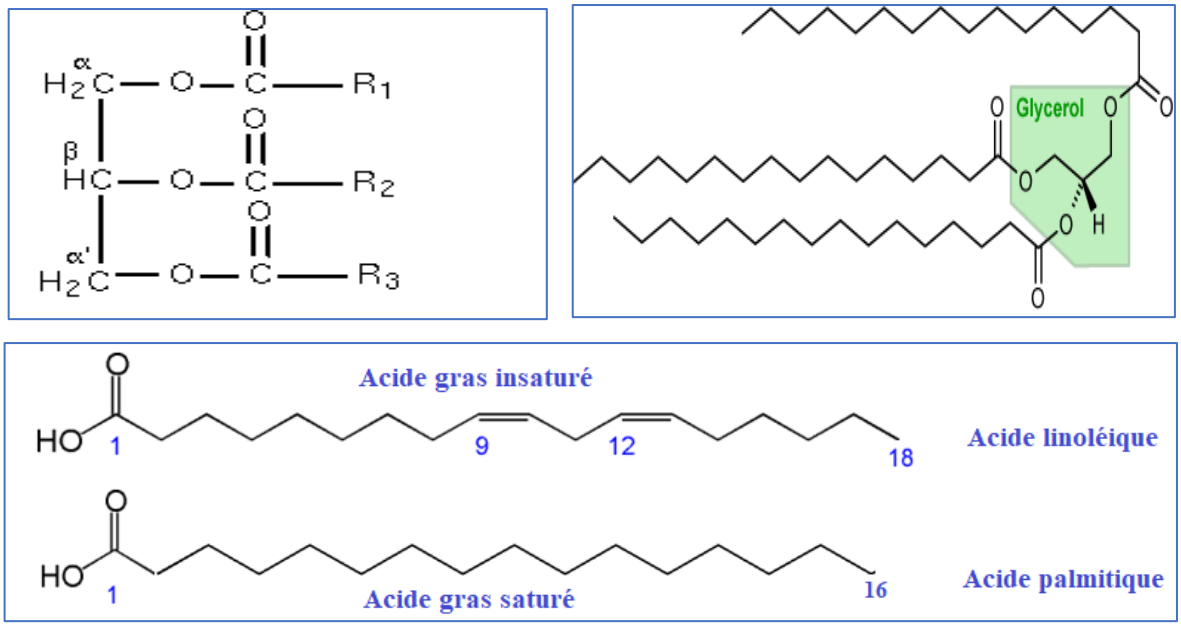


Figure II.01 : Composition essentielle des huiles végétales et animales (site 6).

I.2 Types des huiles :

Il existe plusieurs types d'huiles. Selon l'origine de l'huile, nous pouvons citer :

I.2.1 Les huiles végétales :

Une huile végétale est composée à 99% de lipide **(Figure II.01)**, pas de glucide, pas de protide et très peu ou pas de cholestérol. Quelques vitamines et antioxydants liposolubles complètent le pourcentage restant (1%) **(Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022)**.

Les **huiles alimentaires,** d'origine végétale sont fabriquées dans les *huileries* par pressage des graines d'oléagineux **(site 6)**. Les principales huiles végétales, en termes de production alimentaire- **huiles alimentaires-** sont : huile d'arachides, de colza, de germe de mais, de soja, de tournesol et de noix **(Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022)**.

Les **huiles végétales à usage technique**, sont des huiles à usage industriel : huile de colza érucique, huile de lin, huile de ricin par exemple **(Site 6)**.

Les huiles de cosmétique Comme l'huile d'amande douce, d'argan, coco, jojoba, avocat…sont utilisées depuis la nuit des temps comme les alliés beauté. En effet, elles possèdent de nombreuses propriétés bénéfiques (vitamines, acide gras) et s'adaptent à tous les types de peau. Elles pourront être utilisées directement sur la peau, comme sérum, dans un masque, un baume, une crème pour les cheveux **(Site7)**.



Figure II.02 : L'huile de cosmétique

1/ Production et consommation des huiles végétales alimentaires dans le monde :

La production mondiale d'huiles végétales a été de 156.3 millions de tonnes en 2012 avec une croissance de 30% à 2020. Cette croissance proviendra des pays asiatique (en l'occurrence Malaisie, Indonésie et la chine), l'Argentine, l'Union européenne, le Brésil, le canada, la Fédération de Russie et l'Ukraine.

L'huile de palme arrive en tête de la production mondiale globale (33%) devant l'huile de soja, de colza et de tournesol qui viennent avec des pourcentages voisins de la moitié des deux premières citées **(Blibek. A et khider. S, 2016).**

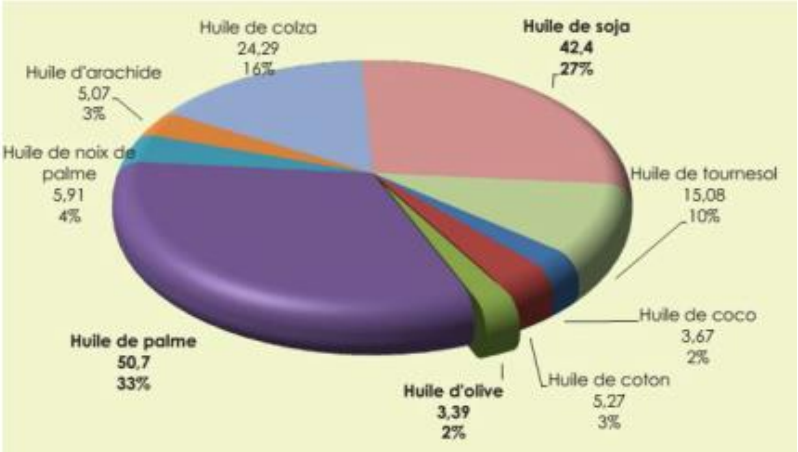


Figure II.03: Productions mondiales des principales huiles végétales par rapport à la production globale (2011/2012) (Blibek. A et khider. S, 2016).

Par contre la consommation totale d'huile végétale qui avoisine les 140 millions de tonnes dont 113 millions pour l'alimentation humaine (81%) et environ 15% utilisée pour le biodiesel **(Blibek. A et khider. S, 2016)**.

2/ Production et consommation des huiles végétales alimentaires en Algérie :

Apres l'indépendance la consommation nationale en huiles végétales n'a pas cessé d'augmenter. En 2009, la consommation nationale en huile végétale s'établissait à un peu plus de 12 kg/personne, par contre elle était de 17 kg/personne en Tunisie et 12 kg/personne au Maroc. L'huile d'olive, produite traditionnellement ne représente que 13% de cette consommation. Elle est largement supplantée par l'huile de soja (49%), de tournesol (13%), de colza (7%) et d'arachide (5%) **(Blibek. A et khider. S, 2016)**.

Entre 2022 et 2023, le Ministre du commerce algérien a déclaré que les unités de production d'huile de table produisaient entre 4.433 tonnes/jour et 4600 tonnes/jour de cette matière. La capacité de distribution a été de plus de 2000 tonnes/jour, un chiffre qui dépasse les besoins du marché national en huile de table qui oscillent entre 1 600 et 1 800 tonnes par jour **(Site 8 : L'économiste maghrébin, 2023 ; Site 9 : Echoroukonline, 2022)**.

I.2.2 Les huiles animales :

Sont aussi utilisées dans l'industrie, en peinture, en savonnerie ou en pharmacie. Les principales huiles et graisses animales sont : saindoux (graisse de porc), suif (graisse de bœuf et de mouton), huile de cheval, graisse d'oie **(Site 6)**.

I.2.3 Les huiles minérales :

Sont obtenues par distillation de la houille, du pétrole ou de certains schistes bitumineux et servant essentiellement comme lubrifiants des organes mécaniques, des machines et des moteurs. Elles sont également souvent utilisées dans les produits cosmétiques **(Site10)**.

I.3 Les huiles usagées :

Sont toutes les huiles qui sont devenues impropres à l'usage auquel elles étaient initialement destinées. On compte trois catégories d'huiles usagées :

A) Les huiles noires : sont fortement dégradées et contaminés, ce sont des huiles de moteur ou des huiles industrielles **(Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022)**.

B) Les huiles claires sont peu contaminées, mais chargées en d'eau et en particules, ces huiles proviennent des transformateurs, des turbines et des circuits hydrauliques **(Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022)**.

C) Les huiles alimentaires usagées (domestique) : sont les huiles qui ont été utilisées comme matière première dans les processus de cuisson des restaurants, cantines, friteries, cat rings, industries alimentaires, etc...

Il s'agit d'huiles souvent coagulées à température ambiante, et contaminées par de l'eau et des imputées de toutes natures (papiers, chiffons, résidus alimentaires …) en plus de composés partiellement oxydés sous l'effet du chauffage en présence d'air et des composés polymérisés ou hydrolysés sous l'effet du chauffage en présence d'eau. Parmi les huiles alimentaires usagées les huiles de friture sont les plus abondantes **(Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022** ; **Meghzili. F, 2022)**.

I.3.1 Les huile de fritures (Aouchar. K. Guermache. B, 2017) :

La friture est l'une des plus anciennes méthodes de cuisson des aliments ou l'huile alimentaire est utilisée comme vecteur de la chaleur qui altère l'aliment et s'accumule de composés potentiellement toxiques au fil du temps. Les huiles de friture sont des huiles stables à la chaleur, riches en acide gras saturés et mono insaturés. Les huiles recommandées pour la friture (frites, chips, beignets…).

- Huile d'arachide (point de fumée 240°C)
- Huile de colza (point de fumée 230°C)
- Huile de maïs (point de fumée 230°C)
- Huile d'olive raffinée (point de fumée 225°C)

L'usage fréquent des huiles de friture à haute température peut produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité nutritionnelle des aliments, mais peuvent aussi être à l'origine de la formation de composés chimiques ayant des effets néfastes sur la santé du consommateur. Dans ce cas, l'huile de friture devient impropre à la consommation. Ce déchet est considéré comme Spécial, non dangereux, mais elle ne doit pas être mélangé avec les ordures ménagères, ni déversée dans l'évier de cuisine ou dans la nature.

I.3.2 Les sources des huiles de fritures usagées (Aouchar. K. Guermache. B, 2017) :

Elles proviennent essentiellement :

- Des industries agroalimentaires,
- Des métiers de bouche (traiteurs, charcutiers),

- De la restauration collective (hôpitaux, restaurants universitaires, hôtels, …),
- Des habitations individuelles.

I.3.3 Impact des huiles de friture usagées :

1/ Sur l'environnement (Blibek. A et khider. S, 2016 ; Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022) :

A/ L'air : Les huiles de friture usagées n'ont pas beaucoup d'influence sur l'air sauf lorsque ces huiles sont mélangées ou jetées avec les déchets ménagers et incinérés à l'air libre, ce qu'il peut engendreur des rejets atmosphériques polluants.

B/Le sol : Lorsqu'elles sont déversées dans la nature, elles influencent le sol en modifiant sa composition chimique ce qui peut rendre ce sol non fertile à long terme et endommager le système racinaire des plantes. Et aussi, elles augmentent la salinité et varient le pH, ce qui affecte directement ou indirectement la croissance des plantes.

C/L'eau : L'huile est moins dense par rapport à l'eau, elle va donc flotter et rester à la surface en formant une sorte de couche ou pellicule imperméable qui empêche l'oxygène de pénétrer. Elles engendrent donc sur le milieu aquatique des nuisances comme les mauvaises odeurs dues généralement à la fermentation des graisses qui représentent près de 38 % de la demande chimique en oxygène (DCO). Ce qui asphyxie la flore et la faune aquatique. Une petite quantité de cette huile adhère aux branchies et à la peau de poissons, ce qui perturbe leur mode de vie.

2/ Sur les réseaux d'assainissements et station d'épuration (STEP) :

Le déversement des huiles usagées dans les égouts n'est pas une solution puisque ces dernières causent des dégâts multiples **(Blibek. A et khider. S, 2016 ; Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022) :**

- Du fait de leur solidification à température ambiante, les graisses entrainent des problèmes d'obstruction des réseaux d'assainissement ce qui engendre l'apparition des mauvaises odeurs, des cafards et des rongeurs. De plus, ces dépôts graisseux créent des zones anaérobies où prolifèrent des micro-organismes générateurs d'hydrogène sulfuré (H.S) (odeur d'œuf pourri), hautement toxique pour le personnel égoutier, dangereux pour l'environnement et extrêmement inflammable et l'acide sulfurique, très corrosif et donc responsable des phénomènes de dégradation des matériaux.
- Des Perturbations de fonctionnement des stations d'épuration qui se fait avec un traitement bactérien aérobie alors que les huiles provoquent un environnement anaérobie.

3/ Sur le compostage :

Est une opération durant laquelle des déchets organiques sont dégradés par des microorganismes dans des conditions aérobies, en présence de l'oxygène et d'humidité et sont transformé en humus riche en éléments nutritifs (azote, phosphore, éléments nutritif indispensables à la croissance des végétaux). La présence d'huiles végétales usagées dans les déchets endommage l'opération de compostage car elles nuisent au phénomène de biodégradation du compost, puisqu'elles diminuent les échanges gazeux et ainsi altèrent l'activité des micro-organismes impliqués dans ce processus **(Site 11 : Launay-Chevallier, 2022).**

4/ Sur l'économie :

Les impacts causés par les huiles ne se limitent pas sur l'environnement seulement puisque tous les dégâts vont se refléter sur l'économie. Exemple, la réparation des carneaux bouchés ou rupturés nécessitent des investissements, le processus de déshuilage dans les STEP consomme de l'énergie et la décontamination des sols aux rivières touchées par ces huiles demande beaucoup d'argent **(Blibek. A et khider. S, 2016 ; Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022).**

I.4 Solution à la pollution due aux huiles usagées :

Certains citoyens mettent leurs huiles de fritures usagées dans des bouteilles qui sont jetées avec les ordures, et ne peuvent pas être récupérées, elles seront incinérées avec le reste des déchets ménagers, alors qu'elles auraient pu être valorisées en produits éco-concepts. D'autres jettent tout simplement leurs huiles dans la nature. Ces huiles sont néfastes pour l'environnement et peuvent pénétrer dans le sol et polluer les nappes. D'autres encore se débarrassent de leurs huiles dans les canalisations en les jetant dans les éviers, les WC ou les égouts, ce qui provoque un risque de boucher les canalisations et causer des problèmes sur les réseaux d'assainissement et la station d'épuration. Ces quantités trop importantes d'huiles ne peuvent malheureusement pas être valorisées que comme source d'énergie pour l'incinération des déchets ménagers, donc pourquoi nous ne cherchons pas d'autres solutions qui permettent ***la valorisation*** de ces huiles de friture usagées ? mais avant tout il faut collecter le maximum des huiles usagées au lieu de les jeter **(Aouchar. K. Guermache. B, 2017)**.

La valorisation des huiles usagées permet de réduire la pollution et les risques environnementaux et économiques associés à leur élimination. De plus, cela permet d'obtenir des huiles pures qui peuvent être réutilisée à nouveau ou de produire de nouveaux produits à

partir des matières premières recyclées. De nombreux avantages sont à signaler à différents niveaux :

Sur la Protection de l'environnement :

- Elimination des mauvaises odeurs et des gaz toxiques dans les tuyauteries,
- Amélioration du fonctionnement des bacs d'aération en diminuant l'asphyxie des bactéries chargées d'épurer l'eau.
- Réduction des émissions de gaz à effet de serre : le recyclage des huiles domestiques usagées pour produire du biocarburant peut réduire les émissions de gaz à effets de serre en évitant l'utilisation de combustibles fossiles.

Sur l'économie :

- Eviter l'augmentation du cout d'entretien des systèmes d'assainissement et des stations d'épuration.
- Rivaliser sur le marché mondial avec des produits à des prix raisonnables.
- Economiser de l'argent en évitant d'acheter de nouveaux produits (usage des produits recyclés).

Sur la santé :

- Empêcher la propagation de micro-organismes nocifs pour la santé ce qui réduit les risques de maladies liées à la pollution de l'environnement et les accidents d'asphyxie et de toxicité dues à la présence de gaz toxiques dans les réseaux d'assainissement.
- Prévention des risques d'incendie, car les huiles usagées sont inflammables et peuvent favoriser les incendies.

II. METHODES DE TRAITEMENT

II.1 Définition du recyclage et la valorisation :

II.1.1 Le recyclage :

Le recyclage est un procédé de traitement des déchets (industriels ou ménagers) de produits arrivés en fin de vie, qui permet de réintroduire certains de leurs matériaux dans la production de nouveaux produits. Le recyclage est une forme de gestion des déchets qui réduit la quantité de déchets envoyés dans les décharges, en économisant les ressources naturelles et en réduisant l'impact environnemental de la production **(Site 12).**

II.1.2 La valorisation :

La valorisation est un terme générique recouvrant le recyclage des matières organique et non organique en produit énergétique ou par la réutilisation dans plusieurs domaines **(Blibek. A et khider. S, 2016 ; Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022)**. C'est tout opération dont le résultat principal est que les déchets servent à des fins utiles en substitution à d'autres substances, matières ou produits qui auraient été utilisés à une fin particulière, ou que des déchets soient préparés pour être utilisés à cette fin, y compris par le producteur de déchets **(Meghzili. F, 2022)**.

II.1.3 La relation entre le recyclage et la valorisation :

La valorisation et le recyclage sont deux concepts connexes, mais différents, dans la gestion des déchets. Ainsi, le recyclage peut être considéré comme une forme de valorisation, car il permet de récupérer des matériaux précieux à partir des déchets et de les réutiliser, mais que la valorisation peut inclure d'autres méthodes en plus du recyclage. En général, la valorisation est considérée comme une approche plus holistique et durable pour la gestion des déchets, car elle prend en compte les avantages économiques, environnementaux et sociaux de la récupération des déchets.

II.2 Types de la valorisation (Blibek. A et khider. S, 2016 ; Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022) :

II.2.1 Valorisation matière :

Il est possible de récupérer et réutiliser de nombreux matériaux que l'on trouve dans les déchets pour fabriquer de nouveaux produits du même type ou d'un type différent. Dans ce type on peut utiliser plusieurs techniques pour donner une deuxième vie aux déchets. Les procèdes se résument comme suit :

- **Recyclage :** le ou l'un des matériaux du déchet, après transformation, devient la matière première d'un nouveau produit.
- **Réemploi :** le produit usagé, après réparation ou remise à l'état neuf, est à nouveau utilisé pour le même usage ou un usage différent.
- **Régénération :** le déchet, après transformation, retrouve la même caractéristique physico-chimique et peut être utilisé comme une matière vierge.

II.2.2 Valorisation énergétique :

Valorisation énergétique désigne l'utilisation des déchets combustibles en tant que moyen de production d'énergie, par incinération directe, ou par tout autre procédé, mais avec récupération de la chaleur. La valorisation énergétique consiste à utiliser le pouvoir calorifique du déchet en le brûlant et en récupérant cette énergie sous forme de chaleur ou d'électricité.

II.2.3 Valorisation chimique :

Pour certains déchets, en complément de la valorisation énergétique et de la valorisation matière, les recherches portent aujourd'hui sur la valorisation chimique. Cette approche consiste, avec des traitements appropriés, à redonner les constituants de base, c'est-à-dire soit les monomères de départ, soit même le produit pétrochimique de base (le naphta ou pétrole raffiné et distillé). Les produits obtenus permettent une utilisation dans les mêmes conditions que les matières premières vierges. Pour les plastiques, la principale technique envisagée est celle de la dépolymérisation qui permet de séparer deux constituants de base du PET (seul plastique traitable aujourd'hui par dépolymérisation).

II.2.4 La valorisation biologique :

Ce mode de traitement s'adresse aux déchets organiques ou fermentescibles qui présentent la propriété d'être des substances biodégradables, c'est-à-dire dire qu'une action bactérienne, naturelle ou induite, les décompose assez rapidement en molécules simples. Cette dégradation peut se dérouler en milieu aérobie (présence d'oxygène) compostage, ou anaérobie (absence d'oxygène) méthanisation. À titre d'exemple : une tonne de fermentescibles après transformation, fournit 100 m3 de biogaz et 250 Kg de compost**.**

II.3 Gestion des huiles alimentaires, Etape 1 : Collecte et Prétraitement.

Les huiles de fritures utilisées comme matière première dans les processus de cuisson des restaurants, cantines, friteries, industries alimentaires sont collectées et prétraitées avant d'être valorisées en les transformant en matières premières destinées à la production de plusieurs produits **(Saidi. A et Salmi. N, 2019)**.

II.3.1 Collecte des HDU (Aouchar. K. Guermache. B, 2017) :

La collecte des huiles domestiques usagées peut être effectuée par des centres de recyclage ou de gestion des déchets locaux.

• **Les centres de recyclage** : Ces centres acceptent souvent les huiles domestiques usagées. Il

suffit de les apporter dans un conteneur étanche et de les déposer dans les bacs prévus à cet effet.

• **Les points de collecte** : Dans certaines villes, des points de collecte sont mis en place pour recueillir les huiles, généralement situés dans des parkings ou centres commerciaux. Les consommateurs y déposent leurs huiles dans des conteneurs étanches, ensuite transférées dans des citernes spécifiques par le personnel du site. Une fois remplies, ces citernes sont vidées par aspiration dans des camions collecteurs spécialisés (Figure II.04).

• **Les services de collecte** : Certaines entreprises assurent la collecte directe des huiles usagées à domicile, sur les lieux de travail ou aux points de collecte, avant de les transporter vers des centres de traitement. Les huiles y sont ensuite soit incinérées, soit transformées en matières premières secondaires (MPS) destinées aux filières de valorisation (Figure II.04).

Cependant, il convient de noter que ce système structuré de collecte des huiles domestiques usagées n'est pas encore véritablement opérationnel en Algérie, où les initiatives restent encore limitées ou à l'état de projet pilote dans certaines localités.

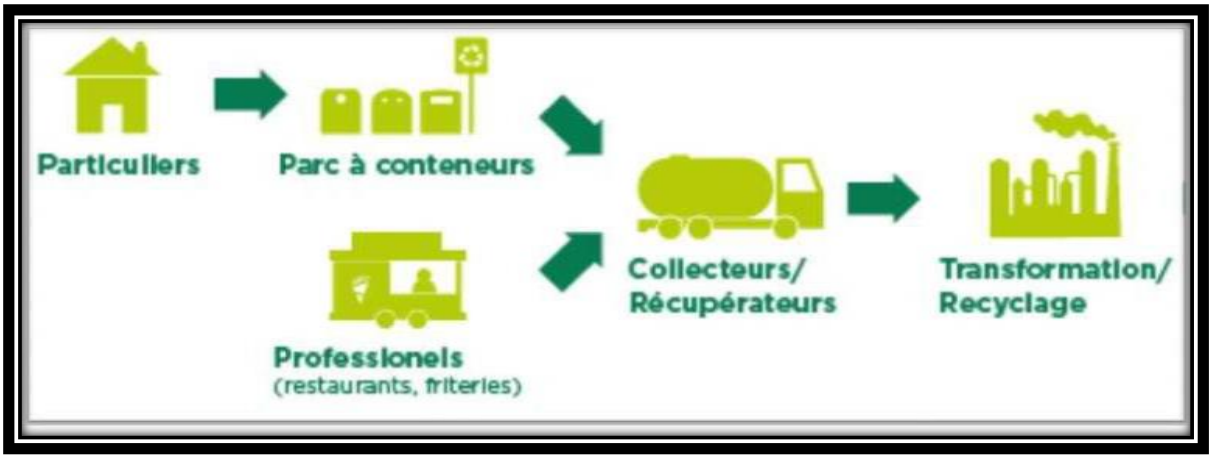


Figure II.04 : Collecte les huiles domestiques usagées
(Aouchar. K. Guermache. B, 2017).

II.3.2 Traitement préalable des HDU :

Apres collecte, au niveau des centres de recyclage ou de traitement, les huiles seront mélangées et débarrassées de l'eau et des matières solides. Elles seront aussi prétraitées afin d'obtenir une matière première secondaire destinée à la valorisation (Alimentation animale, production de savon, production d'énergie, production de biodiesel et de glycérol) :

1/ Présélection et Stockage (Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022) :

Une fois les huiles usées collectées et déposées au centre de traitement, on effectue, avant la vidange, une présélection en fonction de leurs caractéristiques physico-chimiques (couleur, acidité et peroxydes). Les meilleurs produits en termes de qualité remplissent les conditions suivantes :

- Couleur < 37 FAC
- Taux d'acidité <10
- Taux de peroxydes < 15 meq/Kg

La présélection des huiles usées facilite les actions du processus de valorisation et permet par la même occasion d'obtenir des produits de meilleure qualité.

Les huiles usagées sont ensuite stockées dans des récipients étanches et à l'abri de la chaleur, de la lumière directe du soleil et de l'humidité pour éviter la contamination et la détérioration **(Figure II.05)**.



Figure II.05 : Les citernes de stockage avec des capacités différentes.

2/ Filtration : cette étape a pour but l'élimination des matières les plus volumineuses, les impuretés telles que les restes alimentaires, les débris et les particules avant de traiter les huiles usagées. Cela peut être fait en utilisant des filtres en papier ou en tissu, puis un traitement postérieur à l'eau chaude afin de clarifier complètement l'huile à traiter **(Saidi. A et Salmi. N, 2019 ; Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022 ; Meghzili. F, 2022)**

3/ Neutralisation : en cas d'huiles très acides, une étape de neutralisation peut être nécessaire pour ajuster le pH. Cela peut être fait en ajoutant des substances telles que la soude caustique ou de la chaux.

4/ Décantation et filtration : après la neutralisation, les huiles doivent être décantées pendant quelques heures, on sépare les huiles de l'eau et du reste des impuretés, on les pompe, puis on

procède à une seconde filtration et à une nouvelle décantation. A chaque nouvelle décantation, les huiles obtenues sont de plus en plus pures **(Saidi. A et Salmi. N, 2019 ; Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022 ; Meghzili. F, 2022)**.

5/Purification : Il s'agit de circuler l'huile la plus impure dans un réacteur à température élevée. L'huile est soumise à une agitation continue qui entraînera l'évaporation de l'eau éventuellement toujours présente. Cette eau sera ensuite éliminée via un condensateur **(Saidi. A et Salmi. N, 2019 ; Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022 ; Meghzili. F, 2022)**. Un thermoplongeur est utilisé pour chauffer l'huile et la purifier complètement pour devenir une matière brute pure (**Meghzili. F, 2022).**

Les étapes de prétraitement des huiles usagées à l'unité de traitement sont résumées dans la **figure II.06**.

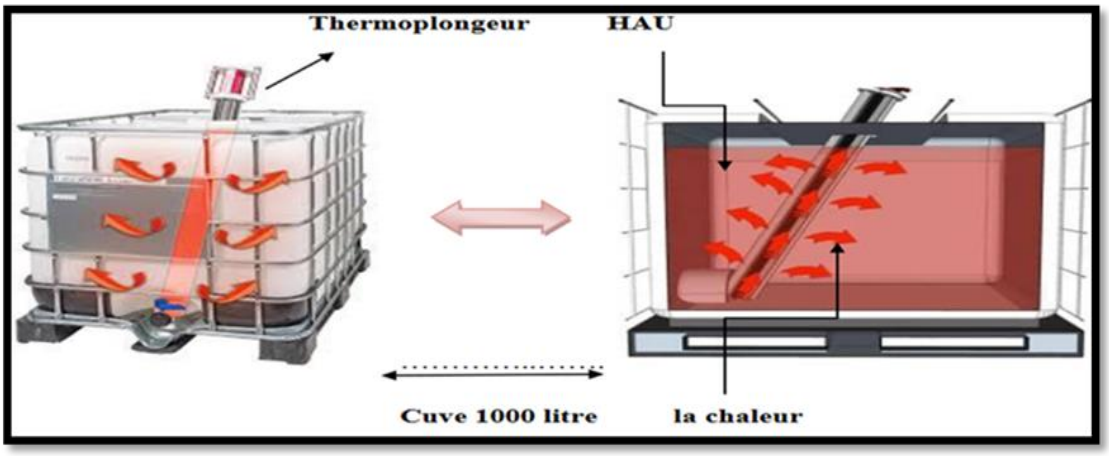


Figure II.06 : Installation d'un thermoplongeur IBC (Meghzili. F, 2022).

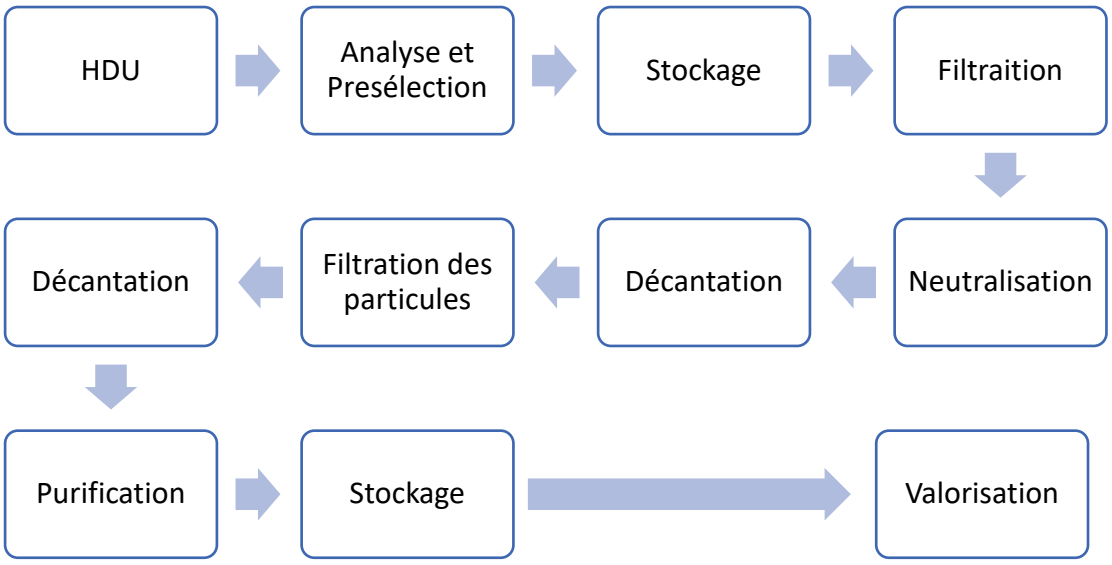


Figure II.07 : Prétraitement des huiles domestiques usagées.

II.4 Gestion des huiles alimentaires, Etape 2 : Valorisations

Parmi les types de valorisation que nous avons déjà mentionnée, nous allons expliquer certaines des techniques les plus importantes qui concernent la valorisation chimique (par des traitements chimiques et enzymatiques), la valorisation biologique (méthanisation) et énergétique.

II.4.1 Les méthodes de traitement chimique (Valorisation chimique)

Le recyclage chimique des huiles domestiques est une autre forme de valorisation des déchets qui utilise des procédés chimiques pour décomposer les huiles usagées en produits chimiques de valeur. Ce type permet de produire des produits chimiques de haute qualité qui peuvent être utilisés dans une variété d'application. Dans cette partie, on expliquera les méthodes de traitement chimique les plus importantes.

1/La pyrolyse (Site 13 : MRA Consulting Group, 2022) (Figure II.08) :

La pyrolyse est une méthode de traitement thermochimique qui consiste à chauffer des composés organiques en l'absence d'oxygène. L'environnement de non combustion entraîne la destruction de liaisons moléculaires, ce qui modifie les propriétés chimiques et physiques des

huiles usagées. Les fractions légères sont condensées pour être collectées. Les gazoles non condensables peuvent être ainsi collectés.

Le processus de pyrolyse permet d'obtenir des produits de haute qualité (un solide carboné, une huile et un gaz), chacun ayant des propriétés et des utilisations différentes. Selon la température, la proportion des trois composés résultants est différente. Des catalyseurs peuvent également être utilisés pour mieux contrôler les spécifications des produits finis. Le gaz de pyrolyse peut être utilisé pour la production d'électricité ou de chaleur, tandis que le charbon actif peut être utilisé comme adsorbants pour la purification de l'eau et des gaz, ou comme amendements du sol pour améliorer sa fertilité. Les combustibles liquides recueillis peuvent être utilisés dans plusieurs applications industrielles de chauffage.



Figure II.08 : Unité de pyrolyse à l'échelle communautaire

(Site 13 : MRA Consulting Group, 2022)

2/ L'hydrolyse chimique :

L'hydrolyse des huiles alimentaires usagées est une méthode de traitement qui consiste à décomposer les triglycérides présents dans les huiles alimentaires en glycérol et en acides gras libres en présence d'eau **(Figure II.09)**. Cette méthode est souvent utilisée pour récupérer le glycérol, pour la production de biocarburants et de savons **(Hafrad. M et Hamiteche. N, 2020)**.



Figure II.09: Réaction d'hydrolyse.

A/La saponification (production de savon par lipo-chimie) :

Les lipides peuvent être hydrolysés à chaud (80 à 100 °C) et en milieu alcalin (en présence de potasse ou de soude) pour donner l'alcool et l'acide gras qui se retrouve alors sous

la forme de sel (savon). L'indice de saponification est un des paramètres qui permet d'apprécier la qualité d'une l'huile végétale **(Hafrad. M et Hamiteche. N, 2020)**.

La production de savon est l'une des premières applications de la lipo-chimie, ou oléo-chimie. Actuellement, il existe de nombreuses recettes pour faire du savon, aussi bien en comprimés qu'en liquides, aromatisé avec des parfums délicats et aussi pour laver les vêtements ou la vaisselle **(Hafrad. M et Hamiteche. N, 2020)**.

Aujourd'hui on peut fabriquer du savon avec de l'huile usagée. Cela permet :

- de réduire la quantité de déchets d'huile dans l'environnement et donc contribuer à la réduction de la pollution.
- de réduire le cout de la fabrication. Les savons obtenus sont donc moins chers que les savons fabriqués à partir des huiles neuves.
- de créer des emplois et de générer des revenus pour les communautés locales en appliquant une production à petite échelle.

B/ Transestérification et production de Biodiesel :

La transestérification ou alcoolyse est la réaction chimique qui permet d'obtenir le biodiesel ou c'est le passage d'état d'huile végétale à celui d'ester alkylique d'huile végétale usagée. La transestérification est un procédé dans lequel les huiles végétales usagées sont mélangées à froid à un alcool (éthanol ou méthanol) en présence d'un catalyseur. Si l'alcool est le méthanol on a une méthanolyse, si l'alcool est l'éthanol on a une éthanolyse. Dans la réaction globale, 3 moles d'esters et une mole de glycérol sont produites à partir d'une mole de triglycéride (**Fernando S et al, 2007) :**

Triglycéride + 3 méthanols = 3 ester méthylique d'acide gras + glycérol

La réaction se produit en milieu alcalin et à basse température, entre (20 et 50) ºC. Les catalyseurs alcalins les plus utilisés sont l'hydroxyde sodique, potassique **(Ben abdi. N et Semssoum. L, 2022).**

Le procédé passe par les étapes suivantes **(Aouchar. K et Guermache. B, 2017 ; Alessandro. R, 2018) (Figure II.10)** :

- ***La transestérification :*** Les triglycérides se transforment en esters méthyliques (biodiesel), et on obtient comme sous-produits un mélange de glycérol (glycérine), de méthanol résiduel et d'acides gras.

- ***La décantation :*** Le biodiesel et la glycérine sont séparés par décantation. Ce dernier est plus dense que le biodiesel qui se décante dans le fond du récipient. La décantation peut s'effectuer dans le réacteur par gravité, dans des décanteurs statiques ou par des centrifugeuses pendant un temps allant de deux à trois heures.

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

- ***La purification :*** La purification des esters est réalisable par passage sur la colonne de rot à vapeur remplie d'un absorbant sélectif ou un lit de résines échangeuses d'ions.

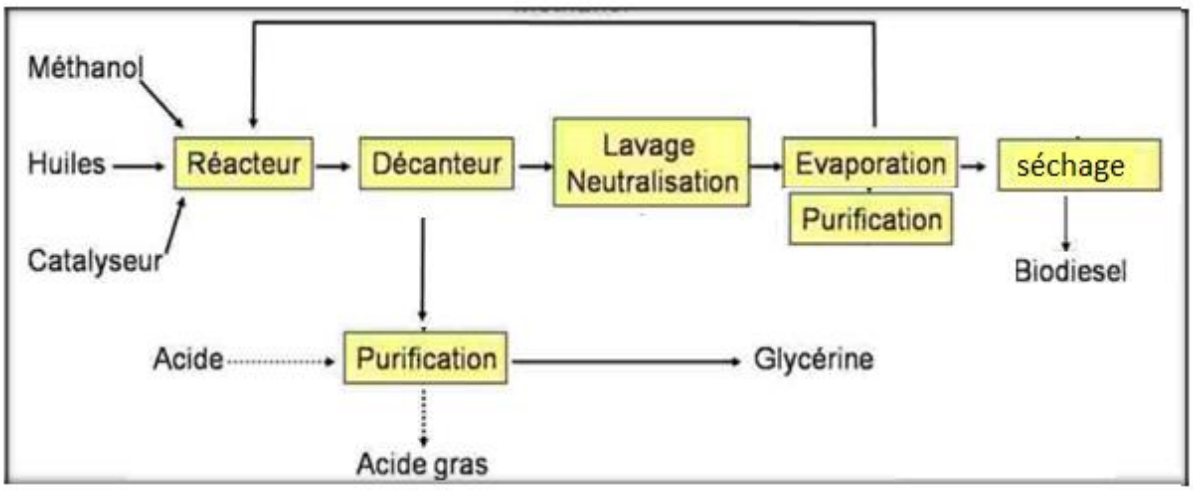
- ***Le séchage*** : Permet d'évacuer l'eau présente. Elle est le plus souvent réalisée par chauffage à une forte température de séchage pouvant atteindre 140°C du biodiesel lavé.

Le biodiesel est une alternative écologique durable au carburant fossile, il permet :

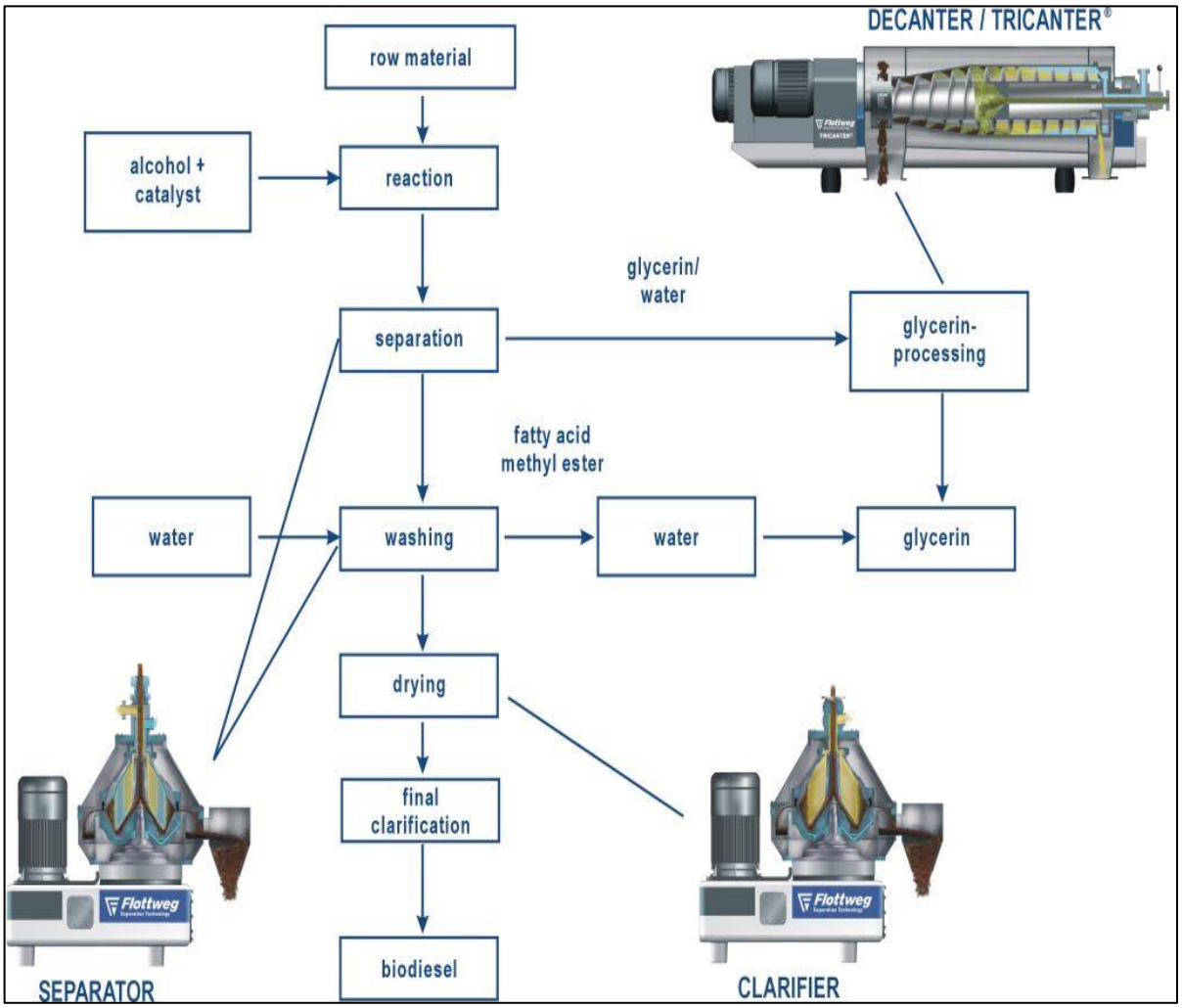
- de remplacer les carburants fossiles et réduire la dépendance énergétique vis-à-vis des pays producteurs de pétrole et de préserver les ressources énergétiques non renouvelables, comme le pétrole,

- de diminuer les émissions de gaz à effet de serre et ainsi contribuer à la lutte contre le changement climatique,

- d'utiliser des huiles alimentaires recyclées en énergie permet en outre d'éviter l'exploitation des terres agricoles pour des fins autres qu'alimentaires.



(Aouchar. K et Guermache. B, 2017).



(Site 14 : Societé flottweg, 2023)

FigureII.10 : Schéma de la fabrication du biodiesel.

Enfin, La glycérine obtenue est un sousproduit de haute valeure ajoutée . Elle peut être utilisée **(Site 15)**:

- en alimentation comme humectant (pour retenir l'humidité), solvant , émulsifiant, stabilisant et épaississant dans une large variété de produits alimentaires tels que sucreries, boissons, biscuits/gâteaux, et quelques produits surgelés.
- dans la production des cosmétiques comme agent hydratant, solvant et lubrifiant. Utilisée dans les dentifrices, les bains de bouche, les crèmes hydratantes, les produits capillaires et les savons.
- en pharmaceutiques. Comme agent Hydratant qui améliore l'onctuosité et la lubrification des préparations pharmaceutiques. Elle est Utilisée dans les suppositoires, les sirops contre

la toux (expectorants).Utilisée comme traitement de fond dans la maladie de Ménière pour fluidifier les liquides des canaux vestibulaires. Utilisée en dernière intention par voie intra-veineuse comme traitement contre l'hypertonie oculaire, notamment dans le cadre des glaucomes aigus par fermeture de l'angle. Elle constitue un des 4 composants de base du gel hydroalcoolique.

- elle peut également être utilisée comme biocarburant et peut donc contribuer à la réduction des émissions de gaz à effet de serre en évitant l'utilisation de combustibles fossiles..

C/L'hydrogénation (Site 16) :

L'hydrogénation est une réaction chimique correspondant à l'addition d'hydrogène sur des composés organiques insaturés qui comportent au moins deux atomes de carbone liés par une double ou une triple liaison. Lorsqu'un composé insaturé est traité avec de l'hydrogène à une température adéquate et en présence de catalyseurs, tels que des métaux finement divisés comme le nickel, le platine ou le palladium, la liaison multiple est rompue et un atome d'hydrogène se lie à chaque atome de carbone **(Figure II.11)**.

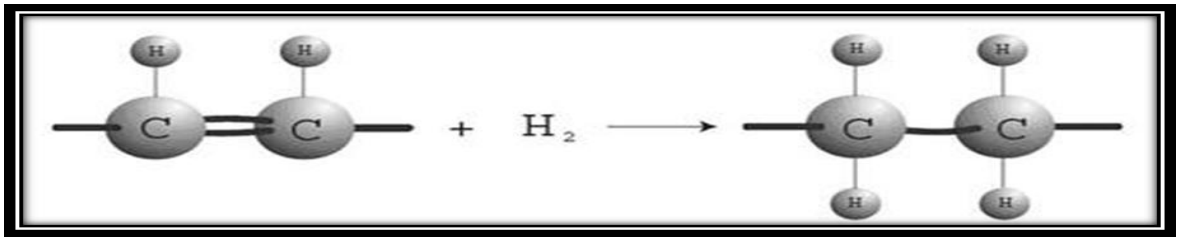


Figure II.11: Principe de l'hydrogénation.

La réaction d'hydrogénation est industriellement mise en œuvre pour les huiles végétales, pour la production de graisses comestibles comme la margarine à une température d'environ 200 °C, en présence de nickel finement divisé, et sous une pression de 3 à 4 ATM d'hydrogène. Les huiles sont des esters d'acides gras insaturés ; les graisses solides sont des composés saturés. Ce traitement donne aux huiles un point de fusion plus haut, ce qui les rend solides à température ambiante **(Site 17 : Laborde. L et Martial. A, 2009)**.

En ce qui concerne les huiles alimentaires usagées, l'hydrogénation peut être utilisée pour régénérer ces huiles et les rendre réutilisables. Lorsque les huiles sont utilisées pour la friture ou la cuisson à haute température, elles peuvent subir une dégradation qui les rend impropres à la consommation. L'hydrogénation peut aider à restaurer les huiles endommagées en transformant les acides gras insaturés en acides gras saturés plus résistants à l'oxydation et

permet aussi d'obtenir une graisse solide : produit final moins cher, plus résistant et a une consistance plus crémeuse.

II.4.2 Les méthodes de traitement enzymatique (Valorisation chimique) :

Un traitement enzymatique est une méthode qui utilise des enzymes (biocatalyseurs) pour produire des biocarburants ou d'autres produits utiles. Il existe différentes méthodes de traitement enzymatique :

1/ L'hydrolyse enzymatique :

Cette réaction met en jeu un substrat insoluble ou peu soluble dans un milieu aqueux avec une enzyme soluble. Il est donc nécessaire que la réaction s'effectue en présence d'agents émulsifiants qui permettront la fabrication de micelles. La réactivité des lipases va dépendre de la nature de substrat (mono, di ou triacylglycérol), de la nature des acides gras (chaîne courte moyenne ou longue, présence ou non d'instauration), et de la stéréochimie du substrat **(Hafrad. M et Hamiteche. N, 2020)**.

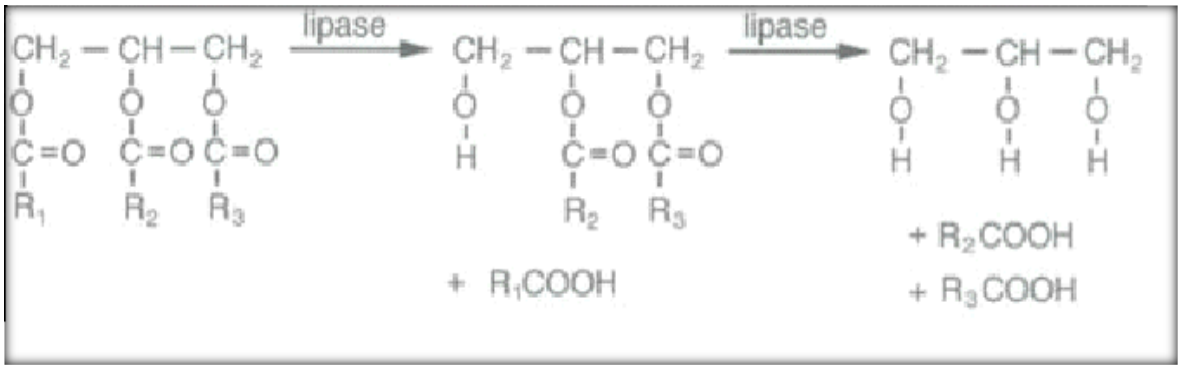


Figure II.12 : Réaction d'hydrolyse enzymatique.
(Hafrad. M et Hamiteche. N, 2020).

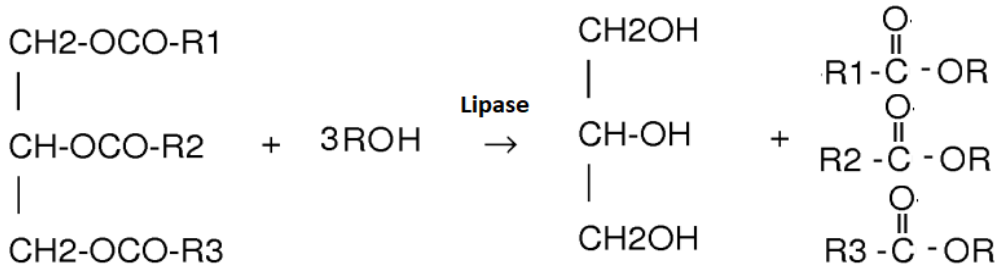
2/ Production de biodiesel par Estérification et Transestérification enzymatiques :

L'estérification enzymatique des huiles domestiques usagées est un processus qui utilise des enzymes (Catalyseurs biologiques) appelées Lipases pour convertir les acides gras libres (AGL) présents dans les huiles usagées en esters d'acides gras (biodiesel) et l'eau :

$$RCOOH + R'OH \Leftrightarrow RCOOR' + H2O$$

Dans le cas des huiles usagées, l'estérification enzymatique permet de valoriser les AGL libérés lors de la dégradation de l'huile. Ces derniers sont responsables de l'acidification de l'huile et rendent impossible son utilisation en tant que comestible.

La transestérification enzymatique utilise aussi les lipases pour transformer les acides gras des triglycérides en esters méthyliques ou éthyliques (biodiesel).



Les deux méthodes sont réalisées simultanément avec les mêmes enzymes (les lipases) : les HDU sont d'abord purifiées pour enlever les impuretés et les résidus alimentaires, puis mélangées avec un alcool et une solution tampon contenant la lipase. L'***avantage*** de ces méthodes est qu'elles peuvent être réalisées à une température ambiante et sans ajout de produits chimiques nocifs pour l'environnement (Catalyseurs alcalins ou acides) et produisent un biodiesel de qualité supérieure **(Moussavou Mounguengui. R .W, 2014).**

.

3/Production de Sucroesters par Estérification et Transestérification enzymatiques (Denis. C, 1997) :

Les sucroesters sont des composés issus de l'estérification d'une ou plusieurs fonctions hydroxyles d'un sucre par un acide gras ou un dérivé d'acide gras (esters méthyliques d'acide gras par exemple). Ils possèdent donc à la fois une partie hydrophile, due au sucre, et une partie hydrophobe provenant de la chaîne carbonée de l'acide gras. Ce sont donc des molécules présentant des propriétés tensioactives qui peuvent être classées sous la nomenclature de tensioactifs non-ioniques.

L'obtention d'esters de sucre et d'acide gras par voie chimique se déroulent rapidement (en quelques heures) et mènent à des degrés de conversion élevés, souvent supérieurs à 90%. Par ailleurs, elles peuvent être effectuées avec une gamme très large de substrats (mono-, di-, tri saccharides, acides gras de longueur de chaîne variable). Malgré ces avantages, la synthèse chimique présente plusieurs limitations. Même en travaillant sous pression réduite, une température supérieure à 100°C est nécessaire pour que la catalyse soit efficace. Pour ces températures, une caramélisation du sucre peut survenir. Des procédés de purification performants sont donc nécessaires. Des traitements au charbon activé ou au peroxyde d'hydrogène sont par exemple utilisés pour décolorer les milieux. De plus, certaines synthèses sont réalisées dans des solvants toxiques (DMF, DMSO). Les méthodes d'éliminations de ces solvants doivent donc être très efficaces afin de réduire leurs concentrations à quelques ppm si

les sucroesters doivent être utilisés dans certains secteurs d'activités (cosmétologie, pharmacologie). Enfin, certaines niches de produits requièrent l'obtention de produits purifiés aux propriétés parfaitement définies. Or, que les synthèses chimiques n'étaient généralement pas spécifiques, si bien qu'elles conduisent à la formation de mono, di, ..., polyesters de sucres, dont la séparation n'est pas toujours aisée. Afin de pallier ces différents inconvénients, la synthèse par voie enzymatique semble prometteuse. Son principe repose sur l'utilisation d'hydrolases (Lipase, protéases), placées dans des milieux non conventionnels, pour qu'elles catalysent des réactions de synthèses. Le terme de milieu non conventionnel décrit un milieu présentant une faible teneur en eau (inférieure à 1%).

La synthèse enzymatique de sucroesters consiste à mettre un sucre et un acide gras (ou dérivé) en présence d'une enzyme **(Figure II.13)** afin de former une liaison ester. Le milieu réactionnel doit renfermer une teneur en eau permettant à l'activité enzymatique de subsister tout en déplaçant l'équilibre thermodynamique de la réaction dans le sens de la synthèse. Plusieurs paramètres influencent cette réaction enzymatique tels que : la nature du solvant, la source de l'enzyme, sa forme : libre ou immobilisée, la nature chimique des substrats osidiques et lipidiques, le rapport molaire : sucres/acides gras et la nature de la réaction. L'estérification directe et la transestérification diffèrent par la nature du donneur d'acyle (acide gras ou ester d'acide gras).

A titre d'exemple, Les mono- oléates de fructose **(Figure II.13)** sont de très bons tensioactifs**.** Ils occasionnent une réduction importante des tensions de surfaces et interfaciales, y compris pour de faibles concentrations. Leur concentration micellaire critique, qui correspond à la concentration à partir de laquelle ces molécules s'organisent sous forme de micelles, est de $2{,}4\ 10^{-4}$ M. Le pouvoir moussant dès mon oléates de fructose, déterminé par fouettement de solutions aqueuses, est intéressant. En effet, même si la quantité de mousse formée est moins importante que celle obtenues avec les autres tensioactifs testés (SDS, alkylpolyglycosides), la stabilité de la mousse formée est élevée. Le pouvoir émulsifiant de ces molécules a été démontré. Il apparaît que ces molécules stabilisent parfaitement des systèmes biphasiques lorsqu'elles sont solubilisées préalablement dans la phase organique.

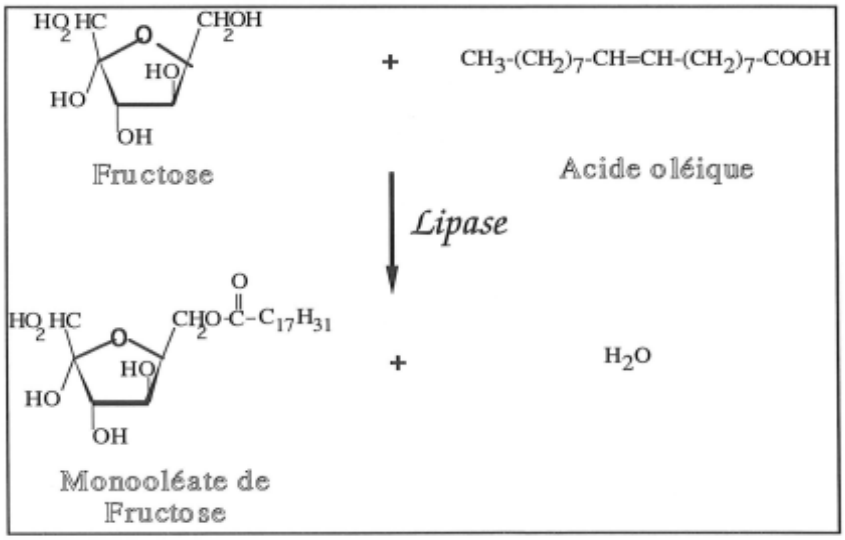


Figure II.13: Synthèse enzymatique d'ester du fructose et d'acide oléique (Denis. C, 1997).

4/ L'oxydation enzymatique :

C'est une méthode qui utilise des enzymes pour oxyder les acides gras insaturés présents dans les HDU en composés utiles tels que des tensioactifs, des polymères et des résines. Ils mettent en jeu un enchainement de réactions radicalaires, conduisant à la formation d'hydro peroxydes qui se décomposent par la suite.

Les deux enzymes principalement impliquées sont la lipoxygénase et la cyclooxygénase ; la lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé et aboutit à la formation d'hydro peroxydes. La cyclooxygénase est une lipoxygénase qui incorpore deux molécules d'oxygène au niveau d'un acide gras insaturé pour former des hydro peroxydes spécifiques. L'oxydation enzymatique se produit même à basse température. Durant le stockage à l'état congelé l'activité enzymatique est ralentie. Cependant, une fois la décongélation amorcée et des températures de 0°C à 4°C atteintes, cette activité reprenne et s'accentue **(Hafrad. M et Hamiteche. N, 2020)**.

II.4.3 La valorisation biologique : Méthanisation (Aouchar. K et Guermache. B, 2017) :

La méthanisation, ou digestion anaérobie, est un processus basé sur la dégradation de la matière organique par des micro-organismes en absence d'oxygène et de lumière dans des cuves hermétiques (digesteurs) en milieu sec ou liquide. Cette transformation de la matière produit :

- un biogaz composé majoritairement de méthane (CH_4, 50 à 70%), de dioxyde carbone (CO_2, 20 à 50%) et d'eau (H_2O). Quelques gaz traces peuvent également être présents (NH_3, N_2, H_2S).
- un digestat, produit liquide ou solide composé de matières organiques non dégradées et de minéraux.

Le biogaz peut être ensuite valorisé de différentes façons (production d'électricité, de chaleur, de carburant, …), tout comme le digestat qui est utilisé en compostage.

Le potentiel méthanogène est le volume de méthane biogaz produit lors de la dégradation anaérobie en présence de bactéries et d'un échantillon initialement introduit, exprimé dans les conditions normales de température et de pression (CNTP : 0°, 1013 hPa). Les substrats à fort potentiel méthanogène sont particulièrement recherchés. L'industrie agro-alimentaire produit d'importantes quantités de déchets fermentescibles. Parmi eux les huiles alimentaires usagées douées d'un fort pouvoir méthanogène de 261-784 m^3CH_4/t MB. Aujourd'hui, les entreprises tentent de valoriser ces déchets in- situ. Idéalement, leur localisation doit se trouver à moins d'une quarantaine de kilomètres de l'unité de méthanisation.

II.4.4 La valorisation énergétique (Blibek. A et khider. S, 2016) :

Les huiles alimentaires usagée ou (huiles de fritures) peuvent aussi servir à la combustion dans la production d'électricité. Ce procédé consiste à utiliser le pouvoir calorifique des huiles et graisses de friture usagées en les brûlant et en récupérant cette énergie sous forme de chaleur ou d'électricité.

Pour démontrer l'importance de l'huile de friture comme source d'énergie. La ville de Saint-Etienne en France a décidé des juin 2016 d'éclairer son stade la nuit par de l'électricité produite de la combustion des huiles de fritures récupérées.

II.5 Gestion des huiles alimentaires, Etape 3 : Devenir des produits après traitements chimiques et enzymatiques :

Après le processus de traitement enzymatique ou chimique, afin d'obtenir un produit pouvant être utilisé dans diverses industries, il doit passer par plusieurs étapes selon des critères particuliers :

1/La purification : Les produits finis sont purifiés pour éliminer les impuretés et les résidus de la réaction. Cette étape peut inclure la filtration, la distillation, l'extraction liquide-liquide, l'adsorption et la chromatographie.

2/ Le conditionnement : Les produits finis sont conditionnés pour une utilisation ultérieure. Cette étape peut inclure le remplissage en conteneurs, l'étiquetage et la mise en stockage.

3/ La distribution : Les produits finis sont distribués aux utilisateurs finaux, tels que les raffineries, les industries chimiques ou les producteurs de biocarburants.

PARTIE EXPÉRIMENTALE

I. Objectif et lieu de travail :

Ce travail a été mené au niveau du laboratoire d'analyse physicochimique de l'université Yahia Farés de Médéa, avec une adaptation des protocoles et des méthodes analytiques selon les moyens disponibles.

L'étude s'est articulée autour de la valorisation de divers déchets organiques, à savoir : les épluchures de pommes de terre, les déchets de raisins ainsi que les huiles usées issues des fritures. Ces matières premières ont été utilisées pour la production de bioéthanol et de biodiesel avec leurs sous-produits.

Les procédés ont été réalisés à l'échelle de laboratoire, incluant les étapes de prétraitement physique, de prétraitement enzymatique (si nécessaire) suivi de la production soit par fermentation alcoolique dans le cas de l'éthanol ou par un procédé chimique : une Trans estérification pour le biodiesel. En fin les process se termine par la séparation et la rectification des produits : par distillation et une concentration pour l'éthanol ; une décantation, un lavage et un séchage pour le biodiesel. Une caractérisation physico-chimique des produits finis a été réalisée afin de certifier leurs identités chimiques.

Toujours dans la même échelle et progressivement, les essais ont été élargis vers une production à plus grande capacité (cas du diesel et l'éthanol à partir du raisin) dans l'objectif d'évaluer la faisabilité du passage du laboratoire vers une échelle semi-pilote et la possibilité d'extrapoler les productivités obtenues à l'échelle laboratoire aux plus grandes échelles.

II. Matériels et produits utilisés

L'ensemble des équipements, verreries, produits chimiques ont été sélectionnés en fonction des objectifs de chaque protocole. Les tableaux suivants présentent le matériel et les produits utilisés. Les Enzymes sont indiquées dans les parties concernées par les traitements enzymatiques.

Tableau III.1 Verrerie et petit matériel utilisé.

Matériel de verrerie et de laboratoire
Béchers, Fioles jaugées, Erlenmeyers, Cristallisoirs…
Tubes à essai, Verre de montre, Entonnoirs, Réfrigérant (condenseur), …
Éprouvettes Pipettes classiques et micropipettes, Pipettes Pasteur
Barreaux magnétiques, Spatules, Poires, Thermomètres, Chronomètre, Pinces métalliques,

Tableau III.2 Appareillages et équipements

Appareil	Marque/Modèle
Agitateur magnétique	Heidolph MR Hei-standard
Balance analytique	Sartorius
Spectrophotomètre UV-Visible	UV mini 1240 – SHIMADZU
Spectrophotomètre IR avec transformé de Fourrier	« Agilent Cary 660 FTIR »
pH-mètre	Hanna
Bain-marie	Memmert
Autoclave	Memmert
Chauffe-ballon	-
Centrifugeuse	EBA20
Dispositif de distillation	Jeulin
Incubateur	-
Réfractomètre	-

Tableau III.3 Produits chimiques utilisés

Produit chimique	Formule	Firme/Fournisseu
Méthanol	CH_3OH	Fisher Chemical
Éthanol	C_2H_5OH	Chem-lab
Hydroxyde de potassium	KOH	Biochem Chemophar
Acide chlorhydrique	HCl	Honeywell
Acide sulfurique	H_2SO_4	-
NaOH (0.01N)	NaOH	-
Bichromate de potassium (0.1M)	$K_2Cr_2O_7$	-
Phénolphtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	Carlo Erba
Phénol	C_6H_5OH	
Solution tampon (pH 5.8)	K_2 HPO4/KH_2PO4	-
Amidon (solutions variées)	$(C_6H_{10}O_5)n$	Carlo Erba
Iode	I_2	-
Iodure de potassium	KI	Chem-lab
Extrait de levure	-	-
Glucose	$C_6H_{12}O_6$	-
Divers sels minéraux	$CuSO_4$, $ZnSO_4$, $MnSO_4$, etc.	-

III. Méthodes, Résultats et Discussions :

III.1 Valorisation des huiles usagées :

III.1.1 Collecte des huiles :

Les huiles usagées utilisées pour produire le biodiesel ont été récupérées à partir des divers établissements de restauration situés dans la daïra de Médéa, Algérie. Par la suite, les huiles collectées ont été mélangées et grossièrement filtrées grâce à un filtre destiné à retirer les grosses particules solides et les impuretés qui pourraient se trouver dans l'huile pendant la cuisson. Les huiles filtrées sont transvasées dans des fûts et conservées dans un garage à température ambiante en attendant leur utilisation.



Figure III.01 : Collecte, mélange et filtration.

III.1.2 Traitement préalable de l'huile usagée :

Il faut signaler que ce projet a commencé déjà par notre équipe par les travaux de **HADJ ALI Hicham et Mr. KHECHEKHOUCHE Abdelouahed, 2021** et par les travaux de **ABIDATE Med Karim et AMMI Imed, 2023.** Depuis, les protocoles de prétraitement et d'analyse des huiles ont été établi.

L'étape de prétraitement des huiles usagées comprend trois phases :

1/Filtration fine :

En premier lieu, l'huile collectée et grossièrement filtrée a subi une 2ème filtration plus fine. A l'échelle laboratoire nous utilisons du papier filtre. Cette phase est essentielle pour garantir l'uniformité du milieu réactionnel lors de la fabrication du biodiesel et réduire au minimum la présence de composés susceptibles d'entraîner des réactions secondaires.



Figure III.02 : Filtration fine des huiles.

2/ Chauffage :

La seconde phase du processus de prétraitement implique la diminution de l'humidité présente dans l'huile. À cette fin, l'huile a été chauffée dans un four à convection à 60 °C pendant une heure. Cette température contribue à supprimer toute humidité potentiellement présente dans l'huile. Il s'agit d'une étape cruciale à la production du biodiesel, car l'eau peut perturber le processus de transestérification, entraînant des rendements réduits et un biodiesel de qualité inférieure. Il est primordial de ne pas sur-prolonger le temps de séjour de l'échantillon dans

l'étuve afin d'empêcher toute altération de la matière grasse par des processus d'oxydation ou de polymérisation.

3/Adsorption :

Lors de la troisième phase, nous avons réalisé une purification de l'huile par adsorption sur le marc de café avec un rapport de 5g /300ml d'huile à température ambiante. Le mélange est agité deux heures afin d'assurer un contact adéquat entre les résidus de café et l'huile. Par la suite, nous avons laissé reposer le mélange pendant une heure, durant laquelle le résidu de café s'est accumulé au fond du bêcher. Ensuite, la couche d'huile a été méticuleusement séparée, puis transférée dans un autre récipient propre. Enfin, l'huile a été à nouveau filtrée.



Figure III.03: Purification de l'huile usagée filtrée et déshydratée par adsorption sur le marc de café.

III.1.3 Caractérisation physico-chimique de l'huile :

1/La densité relative :

A/Définition :

La densité relative (également appelée poids spécifique ou masse volumique) se réfère au rapport entre la masse d'un volume donné d'huile à 20°C et la masse d'un volume équivalent d'eau distillée à cette même température. La densité fournit des informations sur la catégorie à laquelle une huile se rattache. Il faut toujours que la densité reste inférieure à 1 ; celle-ci dépend non seulement de la mise en place, mais également de l'oxydation ou de polymérisation (la densité augmente avec leur intensification). Le concept repose sur la mesure de poids à température uniforme pour des volumes identiques d'huile et d'eau, l'indication se fait en grammes par millilitre (g/ml) ou en kilogrammes par litre (kg/L).

B/Mode opératoire :

- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Mesurer la masse du pycnomètre vide.
- Remplir le pycnomètre avec un volume V (15 ml) d'eau distillée et mesurer la masse du pycnomètre remplie d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Remplir le pycnomètre avec le même volume V (15 ml) d'huile, et mesurer la masse du pycnomètre remplie d'huile.

C/ Expression des résultats :

La densité relative est donnée par la formule si-dissous :

$$\boldsymbol{d} = (\boldsymbol{m2}–\boldsymbol{m0}) / (\boldsymbol{m1}–\boldsymbol{m0}).$$

m0 : la masse du pycnomètre vide.

m1 : la masse du pycnomètre remplie d'eau distillée.

m2 : la masse du pycnomètre rempli d'huile.

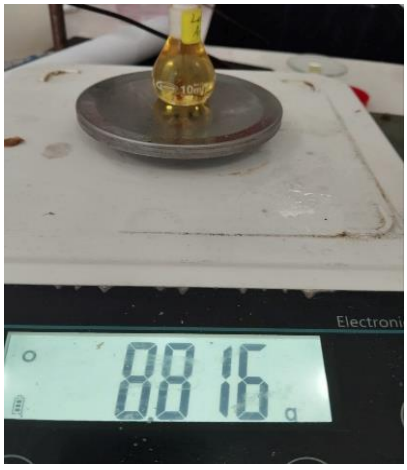


Figure III.04 : Mesure de la densité relative

2/Étude de la viscosité cinématique de l'huile par viscosimètre Kalstein :

L'objectif de cette recherche est d'évaluer la viscosité d'un fluide à l'aide d'une échelle de viscosité fiable adaptée aux conditions de mesure. Nous avons :

- Viscosité dynamique (η) : elle se mesure en centipoise (cP) et correspond à la résistance d'un liquide face à une force de cisaillement.
- Viscosité cinématique (v) : il s'agit du quotient de la viscosité dynamique par la densité du fluide. Elle est exprimée en centistokes (cSt).

A/Matériel utilisé

- Viscosimètre rotatif Kalstein
- Rotors de différents types (LV, RV...)
- Thermomètre pour le contrôle de la température
- Échantillon de fluide à tester.
- Balance de précision pour la mesure de la densité.

B/Approche méthodologique :

- Préparation du liquide : Placer l'échantillon dans le bécher et réguler sa température.
- Sélection du rotor : Basé sur l'éventail de viscosité anticipé.
- Début de la prise de mesure : Le rotor se meut dans le liquide à une vitesse sélectionnée (RPM).
- Interprétation de la viscosité dynamique (η) : Présentée directement sur le dispositif.
- Calcul de la viscosité cinématique (v) : Ceci se fait en effectuant la division de η par la densité du fluide mesurée.
- Examen du pourcentage de charge (couple) : Pour la validité, on considère les valeurs allant de 10% à 90%.
- Graphique : Viscosité cinématique (cSt) représentée en fonction de la vitesse (RPM).

C/ Interprétation :

- Un fluide newtonien démontrera une viscosité constante sur l'ensemble de la gamme des vitesses.
- Un fluide non newtonien affichera un changement de viscosité en fonction de la vitesse.

La plage stable (10-90% de charge) indique les vitesses où la mesure est fiable.



Figure III.05: Mesure de la Viscosité.

3/Indice de réfraction :

A/Définition et Principe :

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée faisant circuler de l'air dans l'huile maintenue à température constante. Il est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des huiles.

B/ Mode opératoire :

Les mesures sont effectuées au réfractomètre d'ABBE, à une température de 20°C, la méthode suivie est celle décrite dans la norme AFNOR T 60-212 **(AFNOR, 1984)** :

-Laver les prismes du réfractomètre à l'éther de pétrole ;

-Les essuyer avec un chiffon propre très doux ;

-Verser entre les prismes 2 à 3 gouttes d'huile ;

-Déplacer la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule ;

-Lire l'indice de réfraction de l'huile à T°C=20°C.

4/Indice d'acide :

A/ Définitions :

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras (Lion P H, 1955). L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaines d'acides gras des triglycérides.

B/ Principe :

Le principe consiste à neutraliser les acides gras libres contenant dans l'huile, par une solution d'hydroxyde de potassium, en présence d'un indicateur coloré. Cette réaction peut être présentée par l'équation suivante :

$$R - COOH + KOH = R - COOK + H2O$$

C/ Mode opératoire :

- Peser environ 1 g d'huile dans une fiole conique ;
- Ajouter un volume de 5 ml d'éthanol à 95% ;
- Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine, et homogénéiser le mélange ;

- Remplir la burette graduée d'une solution d'hydroxyde de potassium (0.1 N) ;
- Commencer le titrage par l'ajout de KOH goutte à goutte jusqu'au virage de couleur vers le rose persistant.

D/ Expression des résultats :

L'indice d'acide est calculé selon la formule **:**

$$IA \text{ (en mg KOH / g d'huile)} = V \times M \times N / P$$

V : volume de KOH nécessaire au titrage (en ml) ;
M : masse molaire de KOH (M=56.11 g/mol) ;
N : Normalité de KOH (0.1 N) ;
P : la masse de la prise d'essai d'huile (en g).

5/Indice de Saponification :

A/ Définition :

L'indice de saponification correspond au nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. Cette valeur est d'autant plus élevée que les acides gras sont de faible poids moléculaire.

B/ Principe :

La saponification est une réaction chimique transformant un ester en ions carboxylate et un alcool. Il s'agit en fait de l'hydrolyse d'un ester en milieu basique. Cette réaction permet la synthèse du savon.

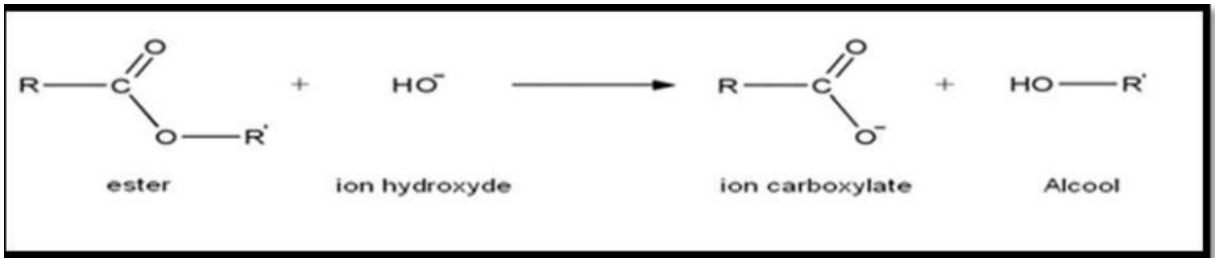


Figure III.06: La réaction de saponification.

C/ Mode opératoire :

- Peser 2 g d'échantillon (huile).
- Ajouter 25 ml d'hydroxyde de potassium alcoolique (0.5 N) dans un ballon.

- Le ballon est surmonté d'un réfrigérant à reflux.
- Chauffer l'échantillon à 80°C pendant 1h 30min.
- Laisser refroidir jusqu'à température ambiante.
- Ajouter quelques gouttes d'indicateur phénolphtaléine (couleur rose).
- Remplir la burette avec une solution d'acide chlorhydrique (0.5 N).
- Commencer le titrage jusqu'à la disparition de la coloration.
- Faire parallèlement un essai à blanc.
- Noter les volumes d'HCl.

L'indice de saponification est donné par la formule établie ci-dessous :

$$\boldsymbol{IS}\ \textbf{(en mg KOH / g d'huile)} = (\boldsymbol{V0}–\boldsymbol{V1}) \times \boldsymbol{N} \times \mathbf{56.1} / \boldsymbol{m}$$

IS : indice de saponification ;

V0 : volume d'HCl pour le titrage à blanc (en ml) ;

V1 : volume d'HCl pour le titrage d'échantillon (en ml) ;

N : normalité d'HCl ;

m : la masse d'échantillon (en g).

III.1.4 Résultats de la Caractérisation physico-chimique de l'huile :

Les résultats des différents tests sur notre huile usagée après traitement sont illustrés sur le **tableau III.04** Les mêmes tests ont été aussi réalisés pour une huile commerciale (Elio).

Tableau III.04 Résultats de la Caractérisation. 1

Echantillons	Indice de réfraction	Densité	Viscosité (mm^2 /s)	Indice d'acide (mg KOH/g)	Indice de saponification (mg KOH/g)
Huile commerciale (Elio)	**1.472**	**0.919**	**40**	**1.676**	**106**
Huile usagée non traitée	**1.474**	**0,92**	**48**	**1,67**	**115**
Huile usagée traitée	**1.475**	**0.915**	**48**	**0.552**	**109.3**

D'après les résultats du **Tableau III.04** nous remarquons que les caractéristiques : Indice de réfraction, densité, viscosité, de l'huile commerciale sont très proches de celles de l'huile

usagée non purifiée. Cela veut dire que nous partons déjà à partir d'une huile qui n'est pas trop dégradée par l'effet de la température lors de son usage.

L'indice d'acide est fonction d'acides gras libres et caractérise l'état d'altération de l'huile par hydrolyse. Les résultats démontrent que l'huile pure choisie comme référence **(Elio de 3eme choix)** présente une acidité comparable par rapport aux huiles usagées (issues de plusieurs marques commerciales) et qui sont oxydées et contiennent des acides gras libres formés durant la cuisson ou le stockage.

La présence d'acides libres est un paramètre qui fait diminuer le rendement en biodiesel, car leurs saponifications induit à la formation de savon qui diminue le rendement de la transestérification et provoque des problèmes au cours de la séparation du diesel.

Dans ce contexte, les indices (acide et saponification) de notre huile usagée sont élevés ; c'est la raison pour laquelle nous avons opté pour sa purification par adsorption sur le marc de café. Le traitement diminue les indices d'une manière remarquable principalement l'indice acide (passage de 1,67 à 0,55) ce qui montre que le marc de café a adsorbé les acides gras libres présent dans l'huile usagée, ce qui la rend favorable à la transestérification.

III.1.5 Protocole expérimental de synthèse de Biodiesel par transestérification de l'huile usagée :

1/A petite échelle (Echelle 100g) :

A/Méthode de la transestérification :

Dans un ballon triol d'une capacité de 500 ml, auquel est adapté un réfrigérant et un thermomètre, on introduit la quantité nécessaire d'huile afin de la chauffer à la température désirée sous agitation magnétique. La température étant stabilisée, une solution de potasse dans le méthanol (MeOH + KOH) préalablement préparée est ajoutée à l'huile sous agitation.

Les paramètres optimaux pour la synthèse de biodiesel ont été choisis sur la base des travaux de **HADJ ALI Hicham et Mr. KHECHEKHOUCHE Abdelouahed, 2021** et les travaux de **ABIDATE Med Karim et AMMI Imed, 2023 (TableaIII.05).**

Tableau III.05 : Conditions optimales de production du biodiésel.

Paramètre	Valeur Optimale
Rapport massique (méthanol / huile)	¼
Température (°C)	50
Durée (Heures)	2
Masse de KOH (g)	0.75 / 100g d'huile

Une masse de 100 grammes d'huile a été introduite dans un ballon tri-col et chauffée à 50 degrés. Nous avons ensuite ajouté 0,75 gramme de KOH dissoute dans 25 grammes de méthanol sous agitation pendant 2 heures.



Figure III.07 : Montage utilisé dans la transestérification

À la fin de la réaction, le produit de la réaction de transestérification est transféré dans une ampoule à décanter afin de séparer le glycérol du biodiesel. La décantation s'effectue pendant 24 heures afin d'atteindre l'équilibre. Par la suite, le biodiesel est lavé plusieurs fois avec de l'eau distillée chaude (trois fois ou plus). La séparation des phases organique supérieure (biodiesel) et inférieure (glycérol, eau, autres…) a été menée pendant 12h. Le biodiesel récupéré est par la suite séché par distillation. Les produits (deux phases) obtenus sont pesés afin de déterminer le rendement pondéral de la réaction.

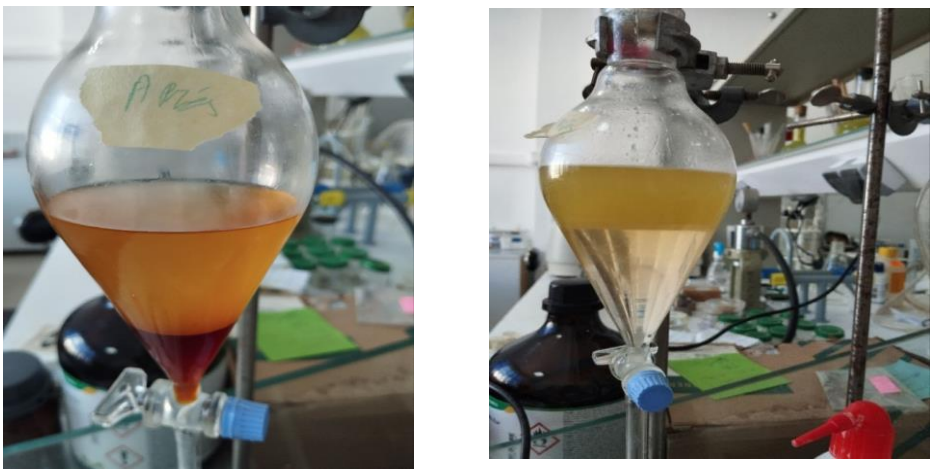


Figure III.08 : Séparation de phase par décantation et lavage du biodiesel

B/ Calcul du Rendement de la production de biodiesel :

Le rendement de la réaction R (%) est le rapport entre la masse du Biodiesel (séparée, lavée et séchée) et la masse de l'huile utilisée. Il se calcule par la formule suivante :

$$R\ (\%) = (m_{biodiesel}/m_{huile})\ x100$$

C/ Caractérisation du Biodiesel :

En plus des tests de caractérisation déjà fait pour l'huile et qui seront reproduit pour le biodiesel, nous ajoutant les tests suivant :

Point de congélation :

Le point de congélation indique précisément la température de solidification d'un liquide ou d'une substance contenant de l'eau dans des conditions données, avec un changement de pression ou de température par exemples. La congélation, la cristallisation, la gélification ou la solidification sont les inverses de l'ébullition ou la liquéfaction.

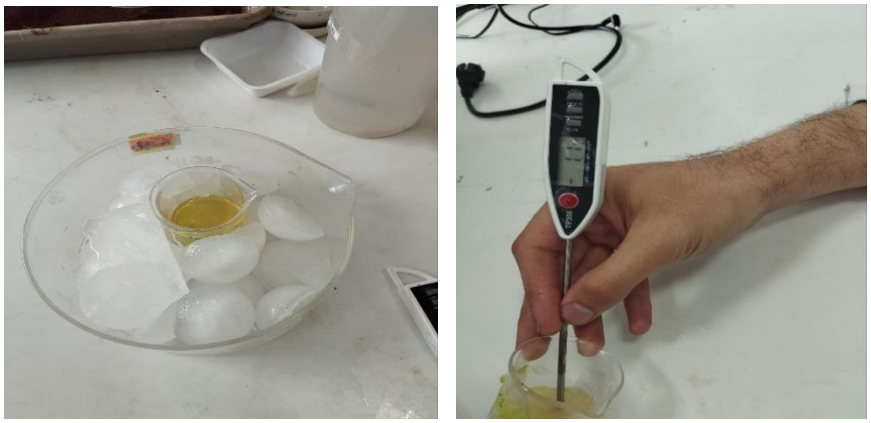


Figure III.09 : Méthode de mesure du point de congélation

Test de flamme :

- Plonger une mèche en coton dans un creuset contenant un peu de carburant (huile, biodiesel).

-Enflammer la mèche et comparer les flammes.

Observations

-L'huile donne une flamme légèrement fuligineuse

-Le biodiesel donne une flamme quasi invisible.



Figure III.10: Test de flamme.

Spectre infrarouge :

Le spectre d'adsorption se présente sous forme d'un graphique portant la transition T en fonction de la longueur d'onde λ exprimée en μm ou du nombre d'onde 1/λ noté γ et exprimé en cm^{-1}. La transmission est fréquemment exprimée en pourcentage, elle est donnée par le rapport : T=I/I0. Elle est liée à l'absorbance A (densité optique) par la relation suivante :

$$A=\log (1/T) = \varepsilon . l . C$$

I0 : Intensité de la radiation incidente.

I : Intensité de la radiation après absorption.

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

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

C : Concentration de la substance analysée en mol.dm.

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

On peut enregistrer le spectre d'un corps à l'état gazeux, liquide, solide ou en solution :

-Si le corps est à l'état liquide, un film est déposé entre deux pastilles de KBr ou de NaCl. Balayant le domaine de fréquence entre 4000 et 600 cm^{-1}.

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

D/ Résultats :

Le **TableauIII.06** résume les résultats de la caractérisation de trois échantillons de diesel issus de la transestérification des 3 huiles : l'huile Elio, l'huile usagée avant traitement et l'huile usagée après traitement.

Tableau III.06: Résumé de la caractérisation des biodiesels produit à Echelle 100g. 1

	Indice de réfractions	**Densité**	**Indice Acide (mg KOH/g)**	**Indice de saponification (mg KOH/g)**	**Point de congélation**	**R (%)**
Biodiesel -Huile non purifiée	1.456	0.896	2.2	171	-1.1	76.901
Biodiesel- Huile purifiée	1.457	0.816	1.66	189	-1.1	93.18
Biodiesel -Elio	1.456	0.901	1.103	144	-1	78.05

En se basant sur les résultats du **Tableau III.06** il est évident que la réaction de transestérification a réussi à produire le biodiesel avec une densité plus faibles (0,816 à 0,90)

par rapport celles des huiles (aux environs de 0,92). Les indices de réfraction des biodiesels obtenus sont plus faibles que ceux enregistrés pour leurs huiles correspondantes.

Il faut noter que l'huile purifiée a permis d'obtenir un biodiesel ayant la densité la plus faible avec un rendement appréciable (93.18%) par rapport à l'huile commerciale et l'huile usagée non traitée. Ceci a un rapport direct avec leur acidité élevée qui a provoquée des réactions secondaires de saponification diminuant ainsi le rendement de la transestérification. La formation du savon dérange le processus de séparation du diesel **(Figure III.11)**.



Figure III.11: Formation du savon lors du lavage du diesel issu de l'huile Elio.

Dans l'ensemble, la modification observée de la densité met en évidence l'impact positif de la réaction sur les propriétés du carburant, aboutissant à un biocarburant plus léger et mieux adapté pour une performance optimale du moteur.

Nous tenons à signaler que nous n'avons pas pu mesurer la viscosité de nos biodiesel à cause du petit volume de nos échantillons produit à petite échelle.

Les spectres IR obtenus pour les trois types de diesels sont représentés sur les **figures III. 12, 13** et **14** Pour une comparaison, les 3 spectres sont superposés sur la **figure III. 15.**

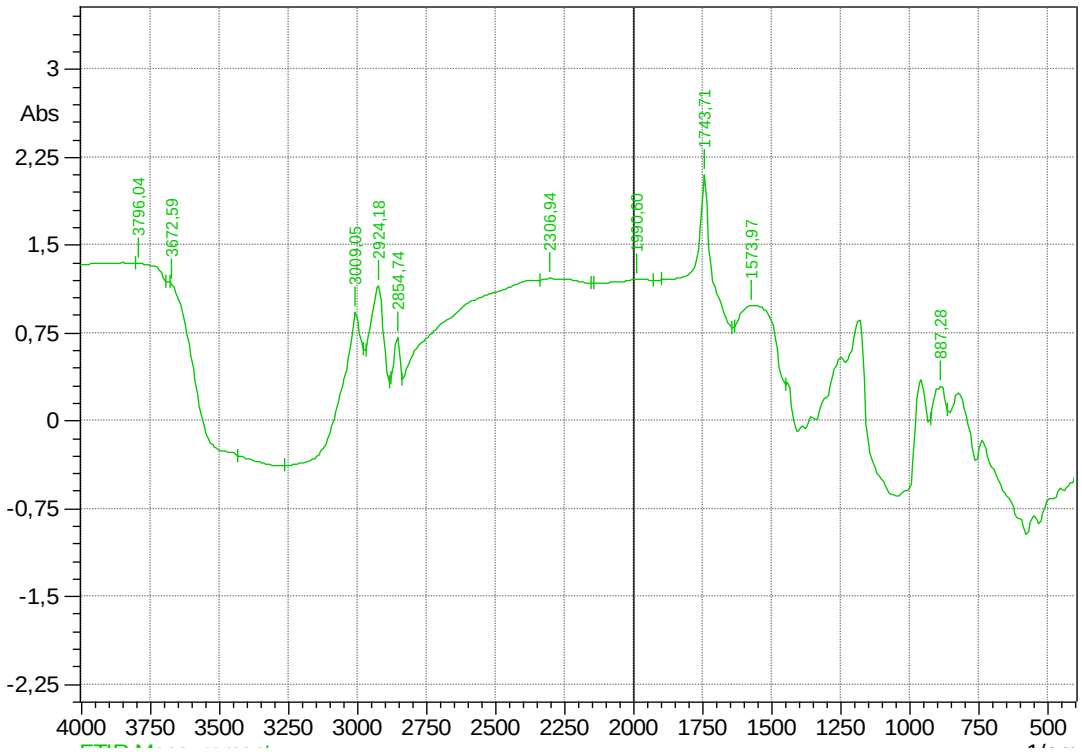


Figure III.12: Spectre IR pour le Biodiesel issu d'Elio. 1

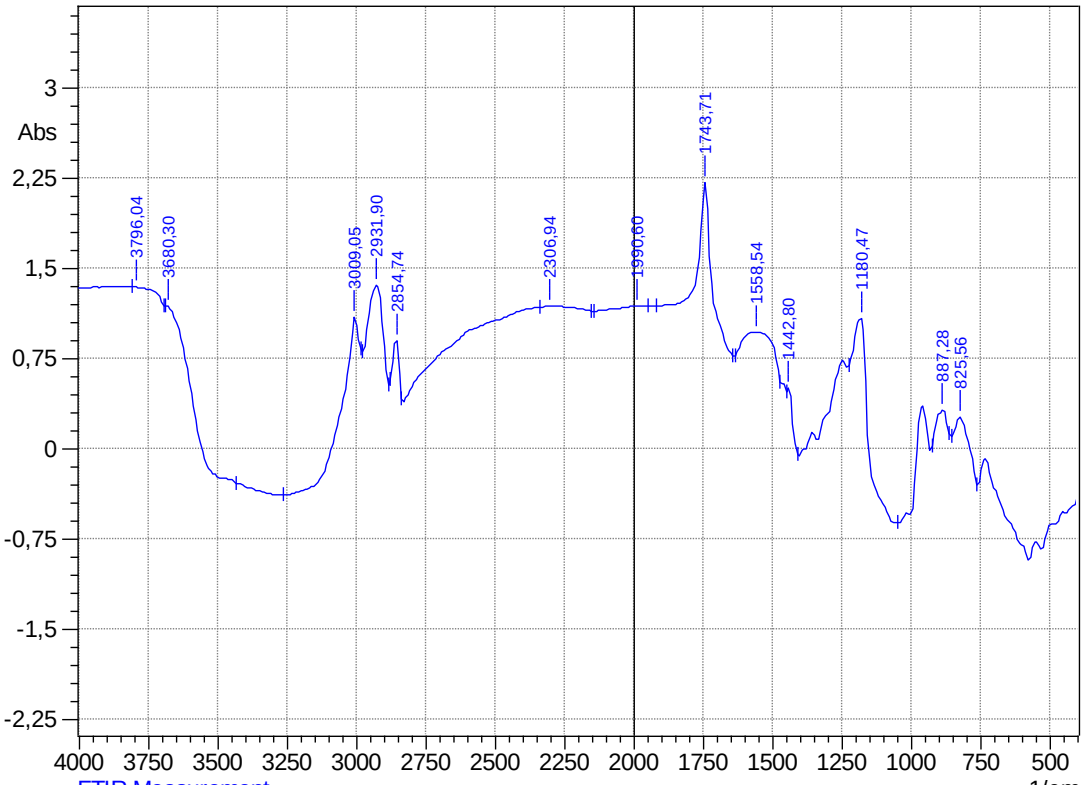


Figure III.13: Spectre IR pour le Biodiesel de l'huile usagée non purifiée. 2

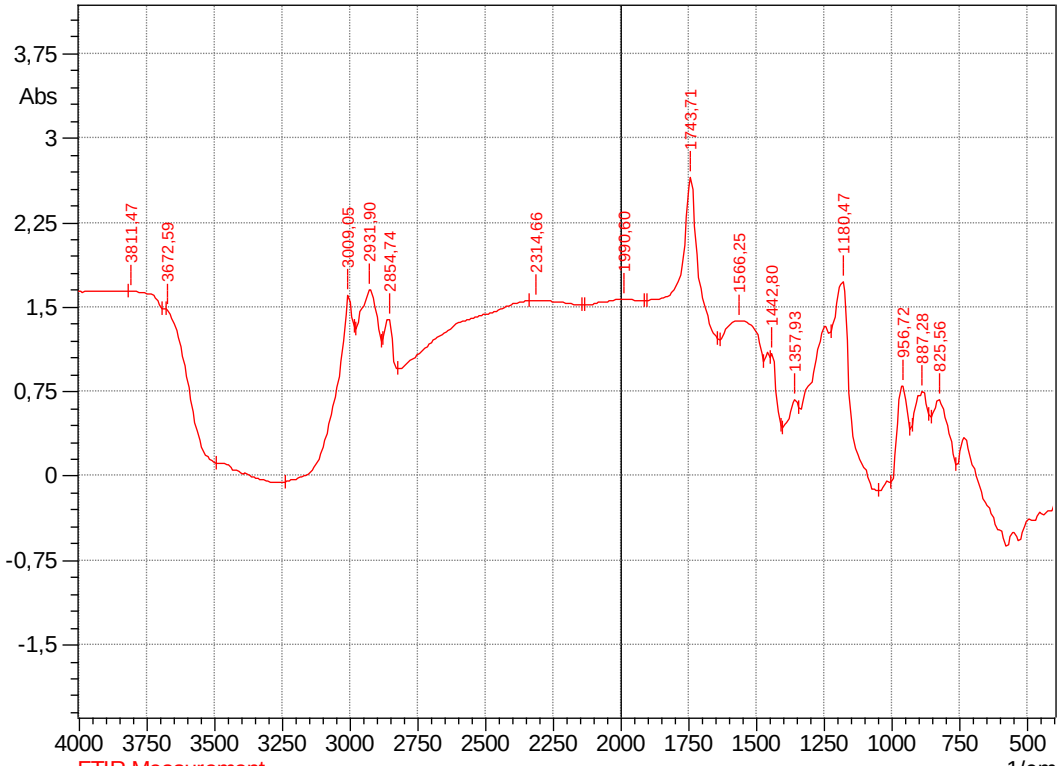


Figure III.14: Spectre IR pour le Biodiesel de l'huile usagée purifiée. 3

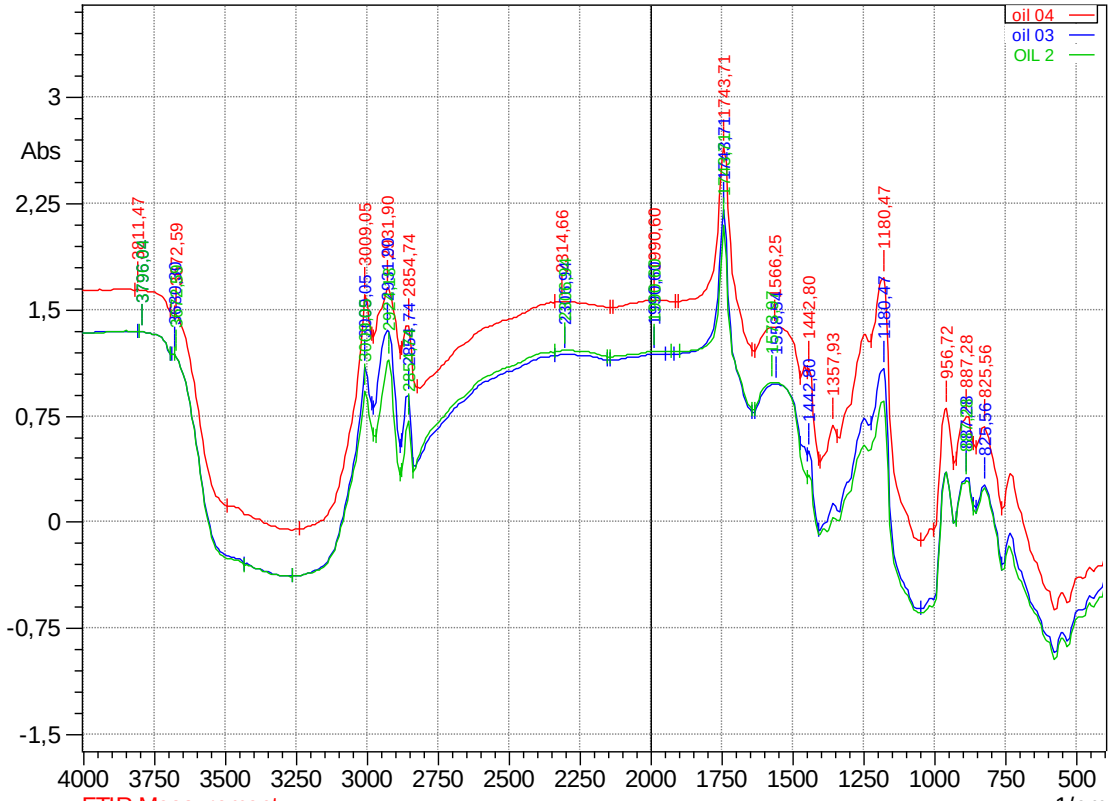


Figure III.15: Spectre IR pour le Biodiesel issu des trois huiles. 4

D'une façon générale : les 3 spectres sont identiques attestant l'identité du diesel produit. La nature de l'huile utilisée n'a donc pas d'effet sur la structure du produit fini. Par contre elle sur le rendement :

Le spectre du diesel issu de l'huile Elio présente :

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 3672.59, 3796.04 cm^{-1} représentant les liaisons O-H.

-une forte intensité des bandes d'absorption situées à 2924.18 et 2854.74 cm^{-1}. Ces bandes indiquent la liaison C-H des groupements -CH2- et –CH3

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 1743.71 et 1573.97 cm^{-1}. Ces bandes indiquent la liaison C=O des esters.

Le spectre du diesel issu de l'huile non traitée :

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 3680.30, 3796.04 cm^{-1} représentant les liaisons O-H.

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 2931.90 et 2854.74 cm^{-1}. Ces bandes indiquent la liaison C-H des groupements -CH2- et –CH3

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 1743.71 et 1558.54 cm^{-1} Ces bandes indiquent la liaison C=O des esters.

Le spectre du diesel issu de l'huile traitée :

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 3672.59, 3811 cm^{-1} représentant les liaisons O-H.

-une forte intensité des bandes d'absorption situées à 2931.90 et 2854.74 cm^{-1}. Ces bandes indiquent la liaison C-H des groupements -CH2- et –CH3

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 1743.71 et 1566.25 cm^{-1} Ces bandes indiquent la liaison C=O des esters.

1/ Mise à l'échelle de la synthèse de Biodiesel (1kg d'huile) :

Pour la synthèse de biodiesel à une plus grande échelle, un bocal en verre d'une capacité 1,5 litre a été choisi. Un couvercle munit de deux trous a été conçu pour insérer le réfrigérant et pour introduire les matières premières ou le thermomètre pour mesurer la température du mélange.

A/ Méthode :

Une masse de 1000 grammes d'huile a été introduite dans le bocal. Le chauffage a été maintenu à 50 degrés. Nous avons ensuite ajouté 7,5 gramme de KOH dissous dans 250 grammes de méthanol en gardant sous agitation pendant 2 heures.



Figure III.16 : Montage utilisé pour la mise en échelle 1Kg.

À la fin de la réaction, le produit de la réaction de transestérification est transféré dans une ampoule à décanter afin de séparer le glycérol du biodiesel. La décantation s'effectue pendant 24 heures afin d'atteindre l'équilibre. Par la suite, le biodiesel est lavé plusieurs fois avec de l'eau distillée chaude (trois fois ou plus). Suite à la séparation des phases organique supérieure (biodiesel) et inférieure (glycérol, eau, autres…) pendant 12 heures, le biodiesel est récupéré et séché. Après filtration, les produits (deux phases) obtenus sont pesés afin de déterminer le rendement pondéral de la réaction.

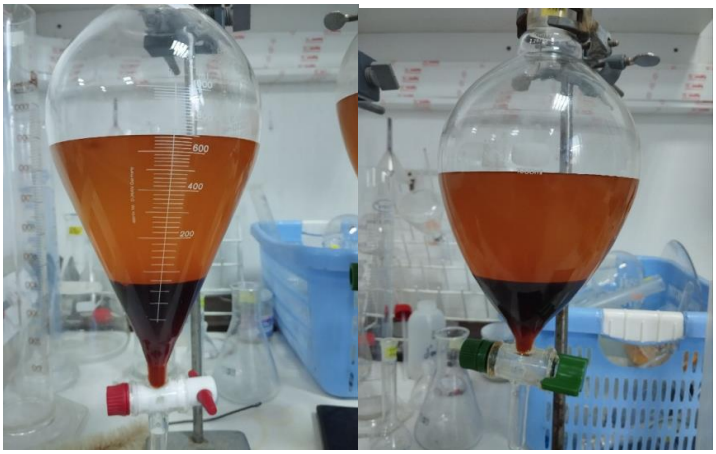


Figure III.17: Décantation du biodiesel

B/ Résultats :

Le **Tableau III.07** résume les résultats de la caractérisation du diesel issus de la transestérification de l'huile traitée à une échelle 1Kg. Nous notons une baisse dans la densité

et la viscosité par rapport à l'huile traitée. L'un des inconvénients les plus connus de l'utilisation de l'huile végétale comme carburant est sa viscosité élevée. Cette réduction offre plusieurs avantages dans l'utilisation du carburant, notamment une amélioration de l'efficacité de combustion, une meilleure atomisation et une meilleure dispersion dans l'air, ainsi qu'une amélioration de l'écoulement et de la distribution du carburant dans le système moteur.

Le rendement à la mise en échelle est pratiquement conservé (91% par rapport à 93%), la petite différence est due à l'apparition de la saponification avec l'agrandissement de la masse de l'huile **(Figure III.18).**

Tableau III.07 Résultats de la Caractérisation des biodiesels produit à échelle 1kg. 2

Rendement (%)	Densité	Indice Acide (mg KOH/g)	Indice de réfraction	Indice de saponification (mg KOH/g)	Point de congélation	Viscosité (mm^2 /s)
91	0.905	1.122	1.4567	170	-1	5.21



Figure III.18: Formation du savon lors de la mise à l'échelle 1Kg.

Le spectre IR du diesel obtenu à partir de cette échelle est représenté sur la **figure III.19** Il présente :

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 3556.85, 3834.61 cm^{-1} représentant les liaisons O-H.

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 2924.18 et 2854.74 cm^{-1}. Ces bandes indiquent la liaison C-H des groupements -CH2- et –CH3

- une forte intensité des bandes d'absorption situées à 1743.71 et 1512.24 cm^{-1} Ces bandes indiquent la liaison C=O des esters.

Le spectre est identique à celui obtenu pour l'échelle 100g attestant l'identité du diesel produit.

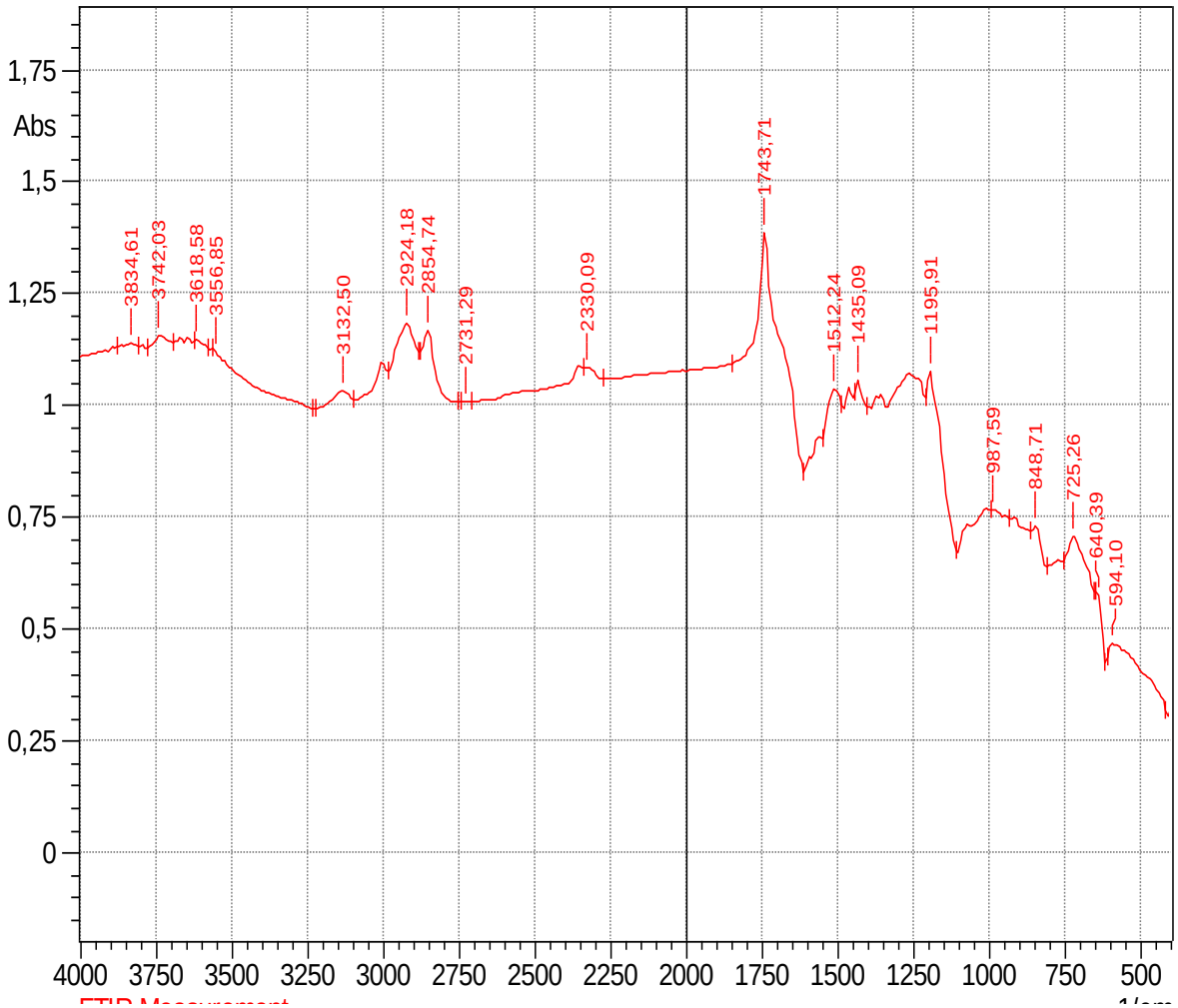


Figure III.19: Spectre IR pour le Biodiesel issu d'huile usagée purifie à échelle 1kg.

3/ Synthèse de Biodiesel à échelle 4kg d'huile :

A/ Méthode :

Un récipient en cuivre de 6 litres dont le couvercle est perforé de deux trous, l'un pour le réfrigérant et l'autre utilisé pour l'alimentation en matière première ou l'insertion de thermomètre.

Nous avons versé 4 kg d'huile dans un bocal en verre et nous l'avons chauffé à 50 degrés. Nous avons ensuite ajouté 30 grammes de KOH dissous dans 1000 grammes de méthanol avec agitation pendant 2 heures.

.

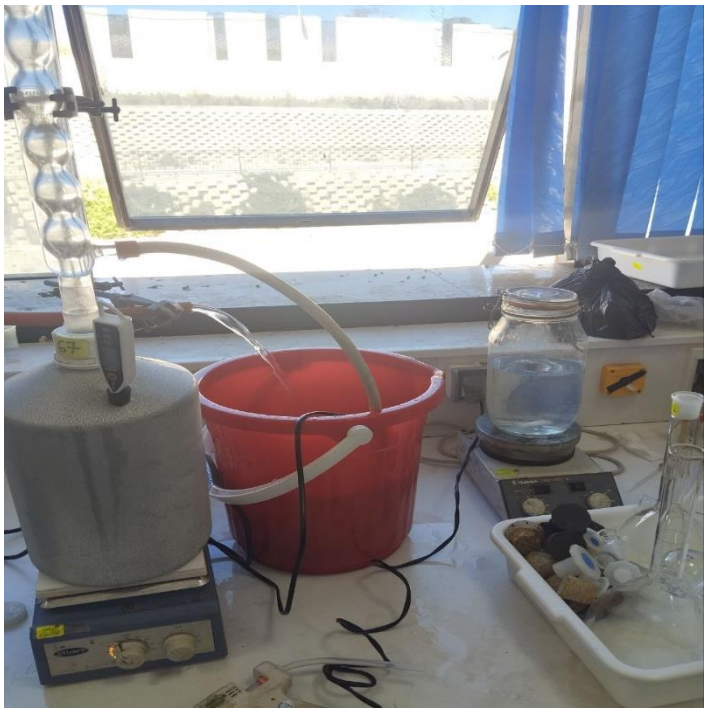


Figure III. 20: Montage utilisé dans la mise en échelle 4Kg.

B/ Résultats et Discussion :

Le **Tableau III.08** résume les résultats de la caractérisation du diesel issus de la transestérification de l'huile traitée à une échelle 4Kg.

Tableau III.08 : Résultats de la caractérisation des biodiesels produit à Echelle 4 Kg.

Rendement (%)	Densité	Indices Acid (mg KOH/g)	Indice de réfraction	Indice de Saponification (mg KOH/g)	Point de congélation	Viscosité (mm^2 /s)
91.23	0.901	1.123	1.4567	178	-0.9	5.21

Dune facon générale le rendement aisi que les caracteristiques du diesel sont conservés avec la mise en échelle.

La comparaison des propriétés physico-chimiques à celles de la norme EN 14214 et du la norme ASTM D 6751 montre **(Tableau III.08)** :

-Densité : La valeur de la densité du biodiesel produit se trouve dans la fourchette des normes européennes, dont la valeur varie entre 0,86 à 0,9 g/cm3.

-**Viscosité :** Nous remarquons que la viscosité du biodiesel produit ne dépasse pas les deux normes.

-**Indice de réfraction :** Les valeurs de l'indice de réfraction du biodiesel produit est conforme aux deux normes.

- Indice acide : Cet indice est par contre hors norme, ceci est dû à l'interférence de l'acide acétique utilisé dans la solution de lavage du biodiesel. Une amélioration de cette étape est souhaitable dans les prochains travaux afin de maitriser l'acidité de notre Biodiesel.

Tableau III.09 : Normes du biodiesel (ABIDATE M. K et AMMI. I, 2023).

Paramètre	Biodiesel (Norme ASTM D 6751)	Biodiesel (Norme EN 14214:2012)
Indice de réfraction	1.460 - 1.480	1.460 - 1.480
Point d'ecoulment (°C)	-	-
Indice d'acide (mg/g)	0.5 max	0.5 max
Indice d'iode	120 max	120 max
Densité (g/cm³)	-	0.860-0.900
Viscosité cinématique (mm²/s)	1.9-6	3.5-5
Point de trouble (°C)	-	Selon l'emplacement et la saison

En conclusion :

La mise à l'échelle du procédé de valorisation de l'huile usagée pour la synthèse de biodiesel a permis d'obtenir un produit acceptable avec un rendement constant avoisinant 91% en gardant les mêmes caractéristiques physico-chimiques.

4/ Le Glycérol : Sous-produit de la production du Biodiesel :

Durant la fabrication du diesel pour les trois échelles, il en résulte un autre produit de la réaction de transestérification qui est le glycérol : un composé brut de couleur brunâtre.

Il faut signaler que nous avons entamé sa purification. Pour le moment les résultats ne sont pas encore satisfaisants (Résultats non montrés) **(Figure III. 21)**



Figure III.21: Glycérol brut après un essai de purification.

5/ Bilan et productivité annuelle de la chaine de diesel :

En tenant en considération les conditions optimales, et que le rendement est conservé avec la mise en échelle le bilan annuel par échelle est détaillé sur **le tableau III .09 :**

Tableau III.10 : Bilan annuel de la production de biodiesel à partir de l'huile usagée purifiée ou traitée.

	Echelle laboratoire	Echelle semis-pilote Volume utile : 50-70L	Echelle industrielle Volume utile =1000-1300L.
Masse-huile	**4Kg (notre cas)**	**50 kg**	**1000 Kg**
V huiles	**4,34 L**	**54 L**	**1087L**
Masse-Diesel	**3,64 Kg**	**45,5 Kg**	**910 Kg**
V diesel	**4 L**	**50,5 L**	**1011L**
Temps par cycle	**24h**	**24h**	**24h**
Nombre de cycle /année (300 jours)	**300 cycles**	**300 cycles**	**300 cycles**
Productivité annuelle (L/ans)	**1200L /an**	**15150 L=15m^3 /an**	**303300 L=300 m^3/an**

Pour les deux échelles supérieures : semi-pilote et industrielle, la productivité est très importante Plus l'échelle est grande plus la productivité est importante, plus la rentabilité des charges du projet est garantie.

III.1.6 Valorisation de l'huile usagée pour la production artisanale de savon :

Pour fabriquer du savon, nous avons mélangé une mesure de soude (NaOH) avec deux mesures d'eau et huit mesures d'huile usagée brute (grossièrement filtrée et non traitée). Nous avons d'abord mélangé l'eau et la soude, puis laissé refroidir. Nous avons ensuite ajouté progressivement l'huile sous agitation continue jusqu'à obtention d'une consistance homogène et formation du savon. La pâte du savon ainsi fraiche est ensuite mise dans des moules pour conditionnement et séchage **(figure III.22)**.



Figure III.22 :Fabrication artisanale du savon.

III.2 Valorisation des épluchures de pomme de terre :

III.2.1 Collecte du déchet :

Dans le cadre de cette étude, une grande quantité de matière a été récupérée, provenant de sources différentes. Une partie a été collectée auprès du **foyer des étudiants** de l'université de Médéa. La collecte a été aussi réalisée à partir des restaurants et des préparateurs de la pomme de terre épluchée. L'utilisation de chaque catégorie sera précisée ultérieurement.



Figure III.23: collection des épluchеurs de pomme de terre.

La valorisation des déchets agroalimentaires, notamment ceux riches en amidon comme les pelures de pommes de terre, représente une alternative durable pour la production de bioéthanol. L'efficacité de la fermentation dépend fortement de la nature du substrat utilisé et de la méthode de traitement appliquée. Par exemple :

- les substrats riches en **sucres simples** (comme les fruits fermentés) sont rapidement fermentescibles,
- tandis que les substrats riches en **cellulose ou en amidon complexe** (comme les pelures de pommes de terre) nécessitent souvent un **prétraitement** pour libérer les sucres fermentescibles.

Dans ce contexte, notre travail expérimental vise à comparer deux approches différentes de traitement biologique dans le but de produire du bioéthanol :

1. **Le Prétraitement microbien** qui consiste à une attaque microbienne-principalement fongique- des épluchures avant de les faire fermenter avec de la levure.
2. **Le Prétraitement enzymatique** des pelures de pommes de terre par (liquéfaction + saccharification) en utilisant deux enzymes : l'alpha-amylase et la glucoamylase.

L'objectif principal est de déterminer laquelle des deux méthodes permet la meilleure libération des sucres et donc la production la plus efficace d'éthanol, tout en évaluant les avantages et les limites de chaque approche.

III.2.2 Valorisation des épluchures par voie Enzymatique :

Cette valorisation correspond à la production de bioéthanol par l'action de la levure *Saccharomyces cerevisiae*, à partir des sucres fermentescibles générés suite aux étapes de liquéfaction et de saccharification de l'amidon extrait des épluchures de pommes de terre.

1/ Caractérisation moyenne des épluchures de pommes de terre :

A/Objectif :

Cette étape vise à déterminer les pourcentages moyens d'eau et d'amidon contenus dans les résidus de pomme de terre fraîche.

B/Méthodologie :

Détermination de la teneur en eau :

On prélève 100 g de déchets de pomme de terre moyen (sous formes d'épluchures issues de plusieurs sources : restaurants et foyer universitaire), que l'on découpe en petites lamelles. Ces dernières sont soigneusement rincées à l'eau, puis soumises à un séchage à 105 °C jusqu'à obtention d'un poids constant. Le taux d'humidité est ensuite calculé à l'aide de la formule suivante :

$$\textbf{T eaux (\%) = (PF– PS) / PF} \quad \textbf{…… (1)}$$

Où :

T eaux (%) : Teneur en eau, en pourcentage.

PF : Poids des épluchures de pomme de terre fraiches (avant séchage) en g.

PS : le poids sec des épluchures de pomme de terre (après séchage) en g.

Détermination de la teneur en amidon :

- Broyer 100 g d'épluchures de pommes de terre avec une certaine quantité d'eau.
- Filtrer le broyat, puis récupérer le résidu solide (retentât), le remettre dans un peu d'eau, re-broyer, puis filtrer de nouveau.

- Rassembler les filtrats obtenus, laisser l'amidon décanter, éliminer l'eau surnageant, puis sécher l'amidon à 105 °C jusqu'à obtention d'un poids constant (noté **PS amidon**).
- Sécher également le retentât à 105 °C jusqu'à poids constant. Cette masse représente les résidus cellulosiques (fibres insolubles dans l'eau), notée **PS retentât**.

Les pourcentages d'amidon et de résidus sont ensuite calculés selon les formules suivantes :

Teneur en amidon (%) = (PS amidon / Poids frais des épluchures) × 100 …… (2)

Teneur en résidus (%) = (PS retentât / Poids frais des épluchures) × 100 …… (3)

C/ Résultat et Discussion :

La teneur en eau moyenne des épluchures de pommes terres calculée selon l'équation (1) est de 89.6 %. Selon l'équation (2) 6.2 % représente le taux moyen de l'amidon. La quantité des fibres est estimée de 4,2 % selon l'équation (3) **(Figure III.24)**.

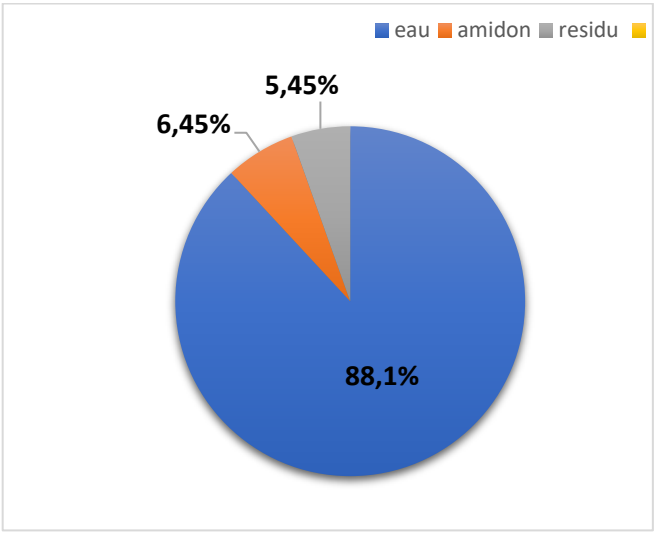


Figure III.24: Composition moyenne des épluchures de la pomme de terre.

Nos résultats concordent bien avec les données bibliographiques. Selon un rapport du FAO (Organisation des nations unies pour l'alimentation) **(FAO, 2008)**. La teneur en eau au niveau de la pomme de terre fraîche est estimée de 80%, alors que la quantité d'hydrates de carbones est aux environs de 20% (cellulose +amidon) dont 60% à 80% environs d'amidon. D'autres auteurs signalant des taux de 78% et 19% pour l'eau et les glucides respectivement

confirme aussi que la pomme de terre contient à maturité une moyenne de 77,5% d'eau. La matière sèche exprimée en pourcentage de la matière fraîche est formée principalement de glucide totaux (19,4% ; principalement amidon, saccharose, glucose, fructose, cellulose brut et substances pectiques). Nos résultats concordent aussi avec ceux trouvés par **Khelil Cherfi. Z et Sadfi. N, 2021** ainsi que **Cherifi. N et Benaisssa. F.Z, 2020** qui ont trouvé des pourcentages identiques en eau, en amidon et en résidus au niveau des épluchures de pommes de terre récoltés en Algérie.

Selon **Taleb. L et Benkessirat. A, 2024,** un pourcentage en amidon de 6% se répète beaucoup lorsqu'on travaille sur des échantillons moyens prélevés sur au moins trois sources. Cependant, il faut signaler que ce pourcentage peut aller jusqu'aux environs de 8-9%, résultat similaire à celui trouvé par **Boumenir et Azzouzi, 2019** (8,5%). Il peut aussi être inférieur à 6% (aux environ de 4%).

2/ Calcul de l'activité alpha-amylase :

A/ Objectif :

Dans cette section, l'objectif est de déterminer l'activité de l'alpha-amylase en mesurant sa vitesse maximale, dans les conditions optimales déjà établies par **Abdesselam. I et Bennia. N, 2016**, à savoir un pH de 6 et une température de 55 °C. Nous avions un flacon de la BAN Alpha-amylase qui datait de 10 ans. Il est donc nécessaire d'évaluer son activité résiduelle afin de pouvoir quantifier le volume d'enzyme nécessaire à hydrolyser l'amidon de notre déchet. Selon les travaux antérieurs (depuis **Abdesselam. I et Bennia. N, 2016** jusqu'à **Taleb. L et Benkessirat. A, 2024**), plusieurs concentrations ont été testées donnant une saturation à 30 g/L. Cette concentration est donc la plus adaptée pour déterminer la vitesse maximale (V-MAX).

B/ Méthodologie :

Le suivi de la réaction enzymatique se base sur la quantification de l'amidon résiduel à différents temps de la réaction, en utilisant une courbe d'étalonnage préalablement établie **(Annexe 02)**. Le protocole expérimental est le suivant :

1. Préparer 100 ml d'une solution d'amidon à 30 g/L dans un tampon pH 6, puis l'incuber dans un bain-marie à 55 °C.
2. A l'atteinte de la température désirée, ajouter 0,5 ml d'enzyme alpha-amylase diluée au 1/1000,

3. Prélever 1 ml du milieu réactionnel aux temps suivants : 0 min, 5 min, 10 min, 15 min et 30 min. Chaque échantillon est immédiatement dilué dans du HCL 0,1 N pour arrêter la réaction enzymatique et permettre la mesure de l'amidon restant.
4. Ajouter 2,4 ml d'idoine (0,001 N) à 1 ml du mélange final.
5. Incuber les mélanges à l'abri de la lumière pendant 15 minutes, puis mesurer l'absorbance à 620 nm.
6. À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer les concentrations d'amidon correspondant aux différents temps de prélèvement, en tenant compte des facteurs de dilution appliqués.

C/ Résultat et Discussion :

Ce protocole permet de déterminer l'activité de l'alpha-amylase en mesurant la diminution progressive de la concentration en amidon au cours du temps. Une diminution régulière de l'absorbance à 620 nm indique que l'enzyme agit efficacement sur le substrat. Elle est donc encore fonctionnelle malgré la longue durée de conservation (10 ans).

Les résultats représentés sur la **Figure III.25** montrent une diminution de la concentration de l'amidon avec le temps. La quantité d'amidon est pratiquement dégradée à la moitié (15g/L) au bout de 30min. Un plateau d'équilibre s'installe au-delà de ce temps.

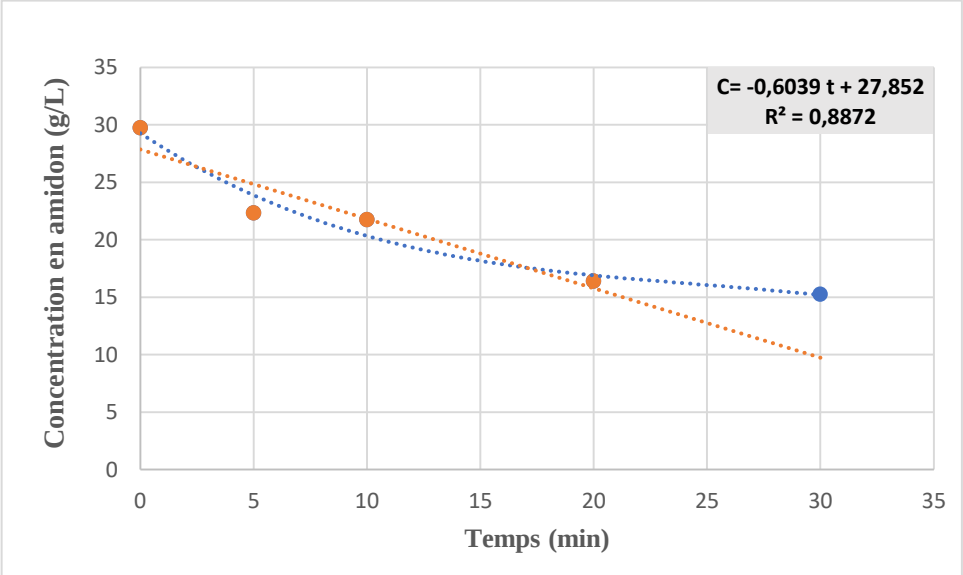


Figure III.25: Cinétique de dégradation de l'amidon par la BAN α-amylase à pH6, T°=55°C pour une concentration initiale en amidon de 30g/L.

Les courbes de saturation obtenues durant les travaux antérieurs, en traçant les vitesses initiales en fonction des concentrations initiales en amidon, ont confirmé qu'une concentration de 30 g/L permet d'atteindre la vitesse maximale de l'alpha-amylase, selon le modèle de Michaelis-Menten.

Ainsi, cette étape n'a pas été répétée dans le présent travail : nous jugeons que la vitesse maximale de notre alpha-amylase constitue la pente de la droite de régression de la phase linéaire de la cinétique de l'enzyme tracée pour une concentration en substrat de 30 g/L, dans les conditions optimales (pH 6, 55 °C). *Vmax est donc estimée de 0,6 g/L/min.*

Bilan du test de l'activité enzymatique :

- **Vmax= 0.6 g/L/min**, ce qui correspond à **0.06 g/min/100 ml**.
- La quantité d'enzyme diluée au 1/1000 utilisée est de **0.5 ml / 100 ml** de volume réactionnel.
- La vitesse exprimée en g d'amidon hydrolysé/min/volume d'enzyme est donc : **0.06 g/min ÷ 0.5 ml = 0.12 g/min/ml d'enzyme diluée au 1/1000**
- L'activité enzymatique par **ml d'enzyme pure** : **0.12 × 1000 = 120 g/min/ml**
- Conversion en **mg/s/ml** : **120,000 mg/min/ml ÷ 60 = 2000 mg/s/ml.**
- En **unités CEIP** (mg/10 s/ml) : **2000 × 10 = 20.000 CEIP/ml d'enzyme pure**

Notre activité reste aussi inférieure à celle trouvée par **Khelil chorfi et Sadfi, 2021** (44333,33CEIP/ml), **Boumenir et Azzouzi, 2019** (44000CEIP /ml), **Reghmit et Boughazi, 2023 (44333.33 CEIP/ml)** et enfin **Taleb. L et Benkessirat. A, 2024** (36500 CEIP/ml). En comparaison, l'activité actuelle a **nettement diminué** pour atteindre **20 000 CEIP/ml**, ce qui représente une **réduction de plus de 50 %**. Cette diminution significative de l'activité enzymatique peut s'expliquer par **l'ancienneté ou la dégradation de l'échantillon enzymatique** durant le stockage prolongé.

Ces résultats permettent donc de quantifier le volume d'enzyme à introduire dans un système expérimental contrôlé afin d'assurer sa performance en tenant compte de l'activité enzymatique résiduelle actuelle.

3/ Confirmation des conditions optimales de l'attaque enzymatique :

A/Liquéfaction des épluchures de la pomme de terre

Historique :

Selon des travaux antérieurs, l'application de la catalyse enzymatique directement sur l'amidon non soluble pose des problèmes, car le substrat est inaccessible aux alphas amylases :

Selon **Absesslam et Bennia, 2016** la liquéfaction totale d'une solution d'amidon soluble à 30g/L s'effectue en 2h dans les conditions optimales : pH op=6, T°op=55°C, un rapport E/S≈ 30 CEIP/g d'amidon. Cependant, une liquéfaction totale d'une solution d'amidon non soluble (de maïs et de riz) à 30g/L n'a pas été obtenue qu'après trois cycles de « dispersion- liquéfaction ». Il faut rappeler que la dispersion est un traitement thermique à 130°C sous pression pendant 1h. Cette méthode a été utilisée pour solubiliser l'amidon lors des tests de l'activité alpha-amylase.

Selon **Boumenir et Azzouzi, 2019** l'essai de liquéfaction sur la pomme de terre fraiche broyée montre que son amidon à 30g/L résiste à l'hydrolyse enzymatique dans les conditions optimales (pH op=6, T°op=55°C, un rapport E/S≈ 30 CEIP/g d'amidon) à cause de son insolubilité. Le résultat est identique même en augmentant le rapport E/S jusqu'à 6000 CEIP/g d'amidon. Ces auteurs ont cédé au traitement thermique de l'amidon. La dispersion à 130°C avait un effet nettement positif sur la qualité de la liquéfaction. L'amidon est totalement hydrolysé au bout de 1H30min à 2H, dans les conditions optimales à un rapport E/S= 250CEIP/ g d'amidon quel que soit sa charge dans le milieu d'hydrolyse. L'optimisation du traitement thermique a montré que les faibles températures (100°C) sont adéquates aux faibles charges (15g/L) alors que les fortes températures (130°C) sont efficaces pour les grandes charges (60g/L).

Selon **Khelil cherfi et Sadfi, 2021** ont réussi à réduire le temps du traitement thermique à 15min : l'amidon est totalement hydrolysé par la BAN-alpha-amylase au bout de 1H30min à 2H, dans les conditions optimales suivantes à un rapport E/S= 300CEIP/ g d'amidon quel que soit sa charge dans le milieu d'hydrolyse (**30g/l, 60g/1, 120 g/L)** ce qui correspond à **(500, 1Kg, 2Kg MF/L)**.

Enfin, selon **Reghmit. H Boughazi. N, 2023 ;** la liquéfaction réalisée à 55°C avec un rapport de 300 CEIP/g d'amidon a permis une hydrolyse complète en 1h30 à 2h pour les faibles charges. Cependant, aux fortes charges en matière fraîche (**2Kg MF/L)** le milieu était plus visqueux, ce qui a perturbé l'agitation. L'utilisation d'erlenmeyers plus grands a amélioré la fluidité et donc la liquéfaction.

En conclusion, nous adoptons dans notre travail les conditions déjà optimisés par ces travaux antérieurs :

- le traitement physique consiste à **une cuisson sous pression** pendant **15min**, suivie d'un **broyage** dans un tampon pH=6.

- la liquéfaction s'effectue à **pH=6**, à **55°C, pour un rapport alpha-amylase /amidon=300CEIP / g d'amidon.**

-Nous travaillons directement en milieu fortement chargé **(200g MF /100 ml càd 2Kg MF/L)**.

Méthode :

Les épluchures de pomme de terre collectées à partir du foyer universitaire sont tout d'abord nettoyées à l'eau pour éliminer toutes les impuretés, égouttées puis séchées avec du papier absorbant.

Une estimation de la quantité d'amidon a été réalisée selon le protocole décrit en **section 1** (**Caractérisation des épluchures de pommes de terre),** il est de **6,2%.**

Pour préparer 100ml d'une suspension d'amidon dispersé aux alentours de 120g/L, il faut cuire, sous pression (à 130°C dans une cocotte-minute pendant 15min), une quantité de 200g d'épluchât frais dans un volume suffisant d'eau. Filtrer les épluchures cuites et les broyer dans 100ml de tampon pH, puis transférer le broyat dans un erlenmeyer.



Figure III.26: Les étapes de préparation et de traitement des épluchures.

La liquéfaction de l'amidon consiste à son hydrolyse en chaines glucidiques plus courtes qu'on appelle dextrines. Elle se fait généralement soit par hydrolyse acide ou enzymatique. Notre objectif est d'appliquer un procédé vert en testons en priorité la catalyse enzymatique par rapport au traitement chimique qui est polluant et coûteux (usage d'acide et de l'énergie).

La liquéfaction suit le protocole suivant :

- Incuber les suspensions préparées à 55°C pendant 5 min dans un bain marie sous agitation afin de stabiliser la température à l'intérieur du milieu réactionnel.

- Commencer l'hydrolyse en ajoutant à la suspension 2,5ml d'alpha-amylase diluée (1/10) ce qui permet de maintenir le rapport optimal aux alentours de 300CEIP/g. Cette quantité est même suffisante pour une charge maximale de 8-9% en amidon.

- Prélever 1ml du milieu réactionnel chaque 1h et ajouter 2ml de HCl (0.2N) pour arrêter la réaction. Le suivie de l'hydrolyse s'effectue en testant directement le milieu avec 2.4 ml d'iodine (0,001N).

L'examen de la couleur s'effectue directement sur une plaque à fond blanc jusqu'à changement de la couleur bleu violacé au jaune (couleur du réactif) **(Figure III. 27)**

Résultats et Discussion :

Toutes les suspensions ont été complètement hydrolysées en un temps compris entre 1h30 et 2h. Toutefois, puisqu'on travaille avec des broyats à forte teneur en matière fraîche (200 g/100 ml) la viscosité du milieu est élevée ce qui a gêné l'agitation du milieu. Ce problème a été un peu réduit par l'utilisation des erlenmeyers de plus grand volume, ce qui a permis de maintenir un temps d'hydrolyse constant de 2 heures **(Figure III.27.** L'agitation par secouage dans un bain-marie est peu adaptée pour les charges élevées. Une agitation rotative est donc recommandée pour le traitement de milieux plus denses et de volumes plus importants.

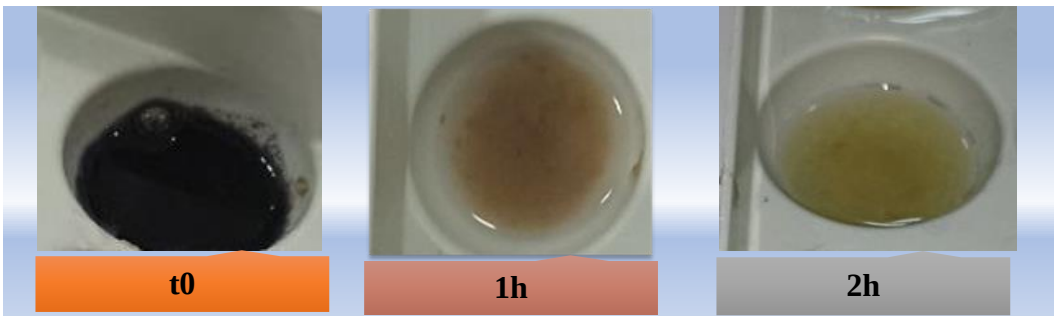


Figure III.27: Résultats de la liquéfaction des épluchures de pommes de terre fraîches à 200g MF/100ml dispersées à 130°C.

B/ Saccharification : Confirmation des conditions optimales de pH et de température :

Objectif :

Cette partie a pour objectif de terminer l'hydrolyse de l'amidon des épluchures de pomme de terre déjà liquéfiées par l'alpha-amylase. La liquéfaction donne des dextrines qui seront par la suite attaqués par la glucoamylase qui libère du glucose : L'α–amylase est efficace pour réduire l'amidon en plus petites chaines mais elle n'est pas capable de terminer l'hydrolyse jusqu'aux sucres fermentescibles. Il faut donc utiliser le processus de saccharification par la glucoamylase qui transforme les sucres complexes issus de la liquéfaction (Dextrines) en sucres plus simples tels que le glucose.

La saccharifocation se deroule dans un bain marie thermostaté sous agitaion **(Figure III.28).**

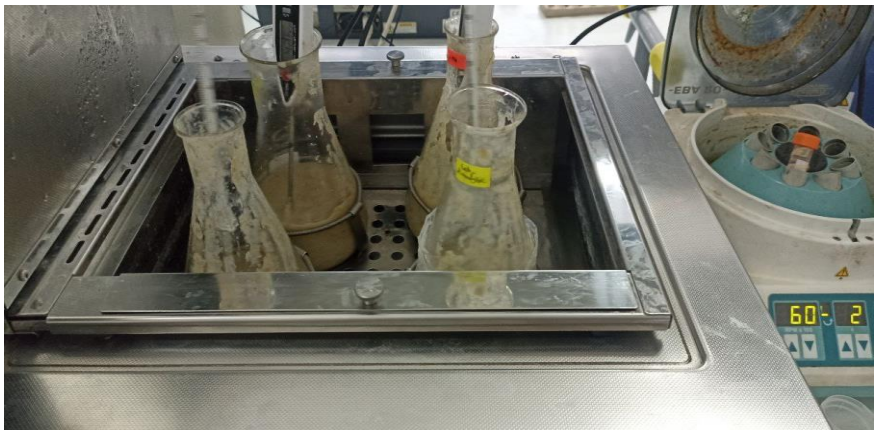


Figure III.28 Saccharification des épluchures de pomme de terre dispersées et liquéfiée.

Selon le fournisseur de la glucoamylase (*Sunson industry group*), l'activité de cette enzyme est maximale dans une moyenne de température de 61°C et un pH moyen de 4,4. Pour plus de vigilance, nous avons opté de vérifier ces points optimaux pour une charge maximale en MF dispersée et liquéfiée **(200g MF/100ml).**

Selon **Taleb. L et Benkessirat. A, 2024,** la saccharification en utilisant une glucoamylase de Palm Angel dans les conditions optimales (pH=5, T°=60-65°C), pendant 3 heures a donné un rendement moyen de 91% pour un rapport optimal de 0.67g de glucoamylase par gramme d'amidon liquéfié soit 43000 UI/g.

Pour cela, nous avons opté à utiliser une masse de 1,5g de glucoamylase par 100ml de milieu réactionnel : quantité supposée suffisante même pour une charge maximale de 8-9% d'amidon si les conditions d'agitation en milieu fortement chargé le permettent.

Méthode :

Afin de confirmer le pH optimal, des quantités de glucoamylase de 1,5g ont été ajoutées aux suspensions liquéfiées après rectification du pH à 4.4, 5 et à 6 et stabilisation de la température à 61°C ± 2°C.

Pour confirmer la température optimale, des quantités de glucoamylase de 1,5g ont été ajoutées aux suspensions liquéfiées après rectification du pH à son optimum (pH=4,4). Deux températures ont été testées (61 et 50) ± 2°C.

La saccharification a été réalisée au bain marie sous agitation pour une durée de temps de 2h. Pour chaque suspension un prélèvement final a été réalisé afin de doser le glucose libéré durant 2h selon la méthode décrite en **Annexe 01**.

Cette approche comparative nous a permis de mieux évaluer l'effet des paramètres physico-chimiques sur l'efficacité de la saccharification et de proposer des conditions optimisées tenant compte de l'activité réelle de l'enzyme.

Résultats et Discussion :

L'étude comparative des concentrations en glucose libéré ainsi que les rendements de saccharification obtenus aux différents pH (4, 5 et 6) durant 2h de saccharification est représentée sur la (**FigureIII.29)**

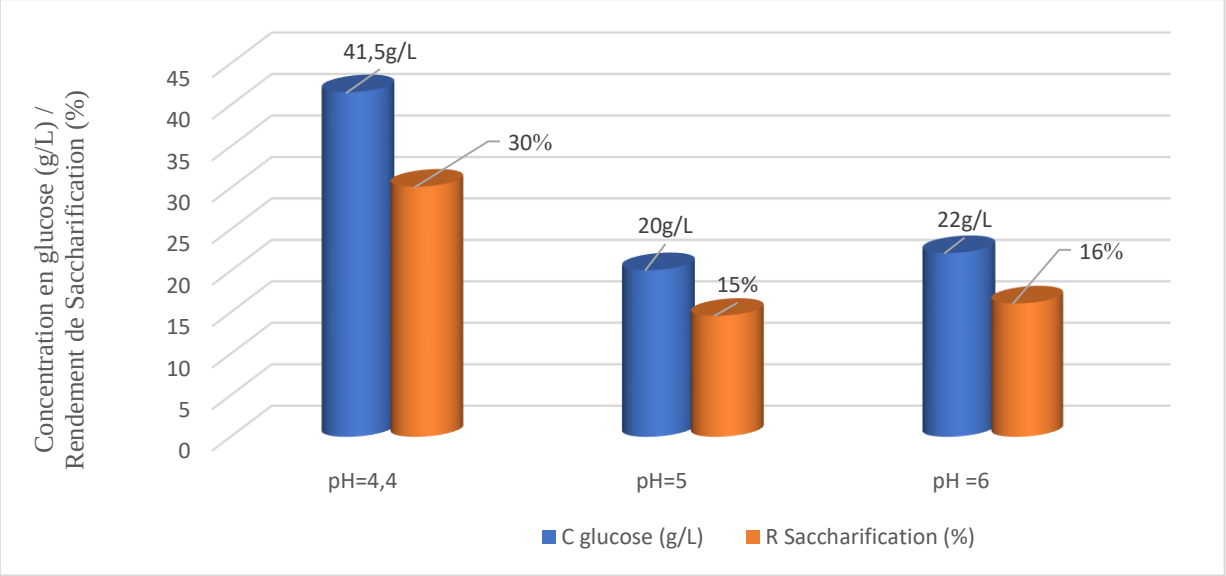


Figure III.29: Rendement de saccharification des épluchures de pomme de terre (200g MF/100ml), dispersées et liquéfiées en variant le pH du milieu.

La figure III.29 montre une influence significative du pH sur l'activité de la glucoamylase. Le rendement le plus élevé a été observé à **pH 4,4**. À **pH 5 et pH 6**, la saccharification est nettement moins efficace : la quantité de glucose libérée ainsi que les rendements sont réduits de 50%. Le pH optimal est donc égal à 4,4.

Ces observations soulignent l'importance de travailler dans une plage de pH optimale pour garantir une activité maximale de la glucoamylase, en particulier dans des milieux à forte charge en matière fraîche.

L'effet de la température sur l'efficacité de la saccharification a été évalué en comparant les résultats obtenus à 50 °C et à 63 °C pour un pH optimal de 4,4. Les résultats sont représentés sur **la figure III.30**

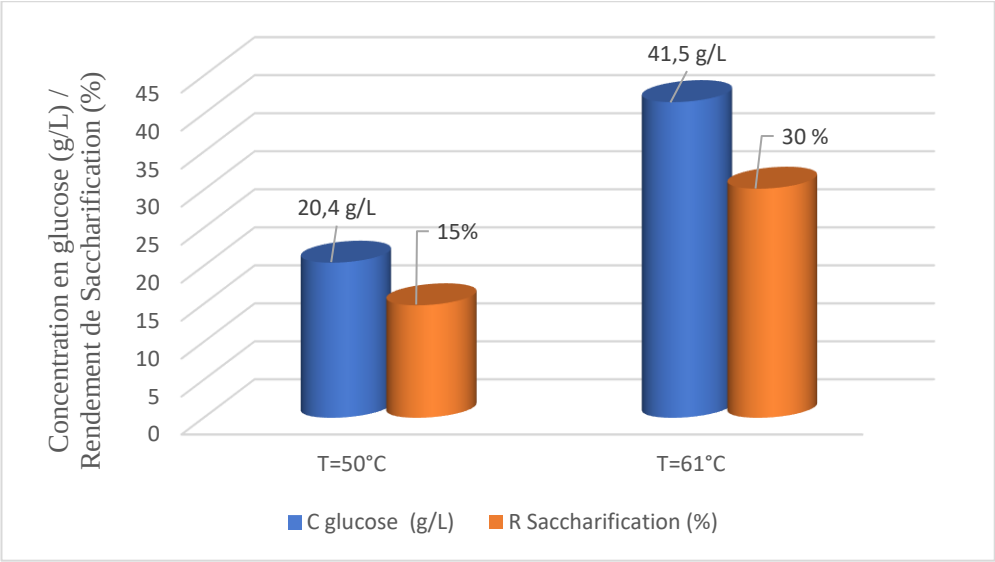


Figure III.30: Rendement de saccharification des épluchures de pomme de terre (200g MF/100ml), dispersées et liquéfiées en variant la température.

En augmentant la température de 50°C à 61 °C (± 2°C), une amélioration significative de la concentration du glucose libéré et du rendement de saccharification a été observée (du simple au double) en raison d'une augmentation de la vitesse de réaction. Une température de 61 ± 2°C est donc optimale.

En conclusion, les conditions optimales de pH et de température annoncées par le fournisseur de l'enzyme sont donc confirmées.

C/ Saccharification (suite) : Détermination du rapport E/S en milieu chargé :

Afin de confirmer le rapport E/S optimal, des quantités variables de glucoamylase : 1.5g/100ml (15g/l), 2g/100ml (20g/l), 2.5g/100ml (25g/l), 3g/100ml (30g/l), ont été ajoutées aux suspensions liquéfiées après rectification du pH à 4.4 et stabilisation de la température à 61°C ± 2°C.

La saccharification a été réalisée au bain marie sous agitation pour une durée de temps de 4h. Durant ce temps, des prélèvements ont été réalisés à des temps définis afin de doser le glucose libéré selon la méthode décrite en **Annexe 01**.

Résultats et Discussion :

Les résultats en **figure III.31**montrent qu'une augmentation de la concentration enzymatique libère plus de glucose (de 63 g/L à 96 g/L), améliorant ainsi le rendement de 46%

jusqu'à 70% (obtenu pour 30g de glucoamylase/L), traduisant une meilleure disponibilité catalytique pour la dégradation de l'amidon liquéfié. La concentration en glucose est maximale à partir de 3 heures pour les fortes concentrations en glucoamylase ; cependant pour les faibles teneurs en glucoamylase, l'équilibre n'est pas atteint au bout de 3 heures, il dépasse même 4 heures de catalyse.

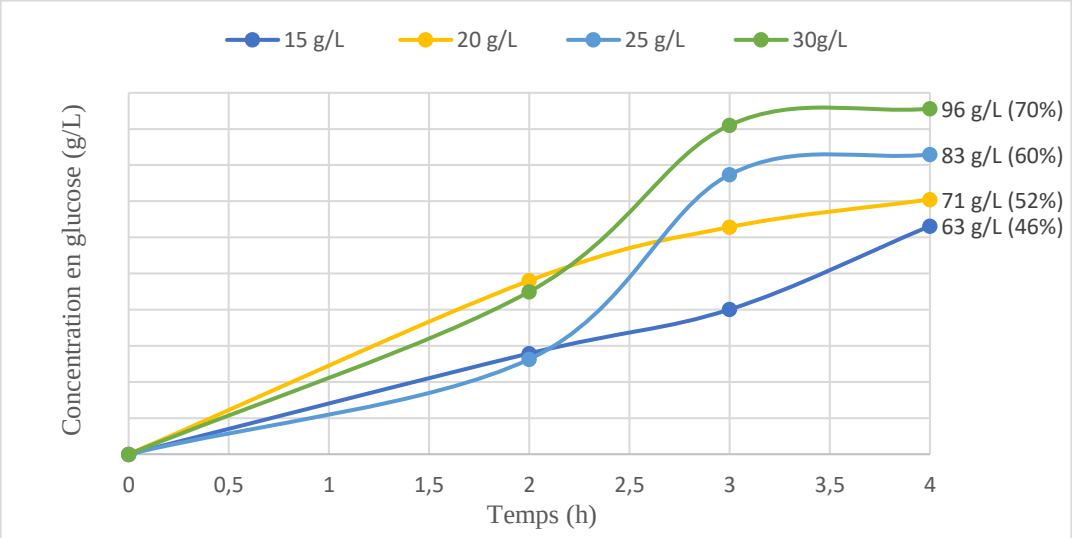


Figure III.31: Cinétique de libération du glucose, Concentration finales en glucose et rendements de saccharification obtenus pour les différentes concentrations en glucoamylase pour la charge maximale (200g MF/100ml).

Cependant, au-delà de 30 g/L, le gain en rendement devient économiquement non rentable. Ainsi, l'ajout de quantités supérieures à 30 g/L ne représente pas un avantage significatif sur le plan économique ou enzymatique. Cela confirme l'importance d'optimiser le ratio enzyme/substrat afin d'éviter un gaspillage d'enzyme.

En tenant compte de l'activité déclarée par le fournisseur (500.000 UI/g) et du pourcentage d'amidon contenu dans ce lot (6,2%), une concentration en glucoamylase de 30g/L offre un rapport E/S de 121000 UI/g (0,24g GA/g amidon ou 0,015g/g MF). Sur le plan massique le rapport est plus petit car l'enzyme est plus concentrée. Sur le plan activité GA, le rapport est plus important que celui trouvé par **Taleb. L et Benkessirat. A, 2024** (43000 UI /g). Cette différence **est** probablement liée à la différence du comportement des deux types d'enzyme en milieux chargé. Elle peut être due aussi à une activité glucoamylase réelle

inferieure à l'activité déclarée. Ceci est très probable vu les conditions de livraison depuis la Chine jusqu'à l'Algérie sans conditions adéquates de conservation.

4. Production de bioéthanol dans les conditions optimales :

A/ Traitement enzymatique des épluchures de pommes de terre :

Dans cette partie deux séries de suspensions de charges différentes provenant de 2 lots de déchets différents sont dispersées à 130 °C pendant 15min, broyés, liquéfiées et saccharifiées dans les conditions optimales :

- **5 suspensions 200g MF/100ml (2 Kg MF/L)** liquéfiées à **pH 6**, à **55** °C avec **2,5 ml d'alpha-amylase diluée au 1/10** et saccharifiées avec **3g/100ml (30g/L)** de glucoamylase à **pH 4,4** et à **61°C ± 2°C** durant **4h**, ce qui nous offre aussi un traitement de 1Kg d'épluchures.
- 10 suspensions de **100g MF/100ml (1Kg MF/L),** liquéfiées à **pH 6**, à **55** °C avec **1,25 ml d'alpha-amylase diluée au 1/10** et saccharifiées avec **1,5 g/100ml (15 g/L)** de glucoamylase à **pH 4,4** et à **61°C ± 2°C** durant **4h**, ce qui nous offre un traitement de 1Kg d'épluchures.

En parallèle, une masse de 100g d'épluchures est prise à partir de chaque lot, broyée et filtrée afin de sécher l'amidon décanté et déterminer la charge réelle de ce lot. Le lot de la série **(2 Kg MF/L)** est à 6,2% et le lot de la série **(1Kg MF/L)** est à 9,3%.

Résultats :

Au cours de la liquéfaction, toutes les suspensions ont été complètement hydrolysées en un temps compris entre 1h30 et 2h (Exemple de la charge 100g de MF /100ml en **figure III.32.**



Figure III.32: Résultats de la liquéfaction des épluchures de pommes de terre fraîches à 100 g MF/100ml (1Kg MF/L) dispersées à 130°C.

La **Figure III.33**représente les concentrations moyennes en glucose libéré ainsi que les rendements de saccharifications moyens obtenus à partir des mélanges de suspension de mêmes charges après attaque enzymatique.

La saccharification **(Figure III.33)** est réalisée avec un rendement concluant (100 %) en milieu peu chargé (**1Kg MF/L)** et pourtant la quantité de glucoamylase a été calculée uniquement par rapport à la matière fraiche (0,015g/g MF) et aussi en supposant que ce lot possède un taux d'amidon est proche de la moyenne 6% ce qui offre un rapport E/S de 125000 UI/g (0,25g GA/g amidon). En tenant en considération le taux réel d'amidon le rapport E/S corrigé en milieu peu chargé devient plus bas (80600 g de glucoamylase/g d'amidon). Ce rapport est très efficace, pourtant il est faible par rapport à celui mis au point en milieu chargé.

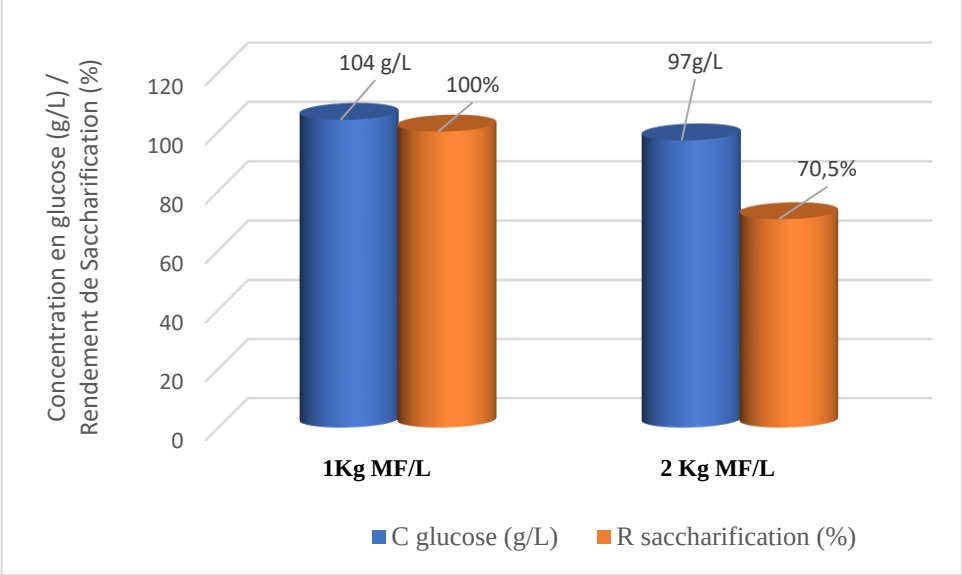


Figure III.33: Concentration finales en glucose et rendements de saccharification obtenus pour les différentes charges en matières fraiches (2Kg MF/L et 1Kg MF/L) dans les conditions optimales.

B/ Fermentation des épluchures traitées

Méthode :

Apres traitement thermique, broyage, liquéfaction et saccharification, les suspensions de mêmes charges sont mélangées dans un grand erlenmeyer de fermentation. Le pH est ajusté à 5 et le mélange est autoclave à 120°C pendant 20min **(Figure III.34)**. Ce mélange est considéré comme milieu de culture destiné à la fermentation : il n'est pas additionné de sources d'azote,

ni de source de phosphore, car les épluchures contiennent des éléments qui peuvent servir de sources alternatives.



Figure III.34: Autoclave utilisée pour la stérilisation.

Le milieu de fermentation est ensemencé aseptiquement, devant un bec Bunsen, avec de la levure boulangère à raison de 1 g pour 100ml **(Figure III.35)**. Ainsi, pour un volume total équivalent à 500 ml généralement obtenu par le mélange du contenu de cinq erlenmeyers de prétraitement une quantité de 5 g de levure est utilisée. Les milieux ensemencés sont placés sous agitation dans un agitateur secoueur. Des prélèvements réguliers (3 ml) sont effectués tout au long de la fermentation afin de mesurer le pH, la biomasse sèche, ainsi que la concentration résiduelle en glucose. La fin de la fermentation est confirmée lorsque le glucose est entièrement consommé.



Figure III.35 Ensemencent des milieux obtenus à partir des épluchures traitées devant un bec Bunsen.

Résultats et discussion :

Il convient de noter que toutes les charges ont été traitées dans des conditions optimales, permettant une liquéfaction et une saccharification efficaces, avec des rendements dépendants de la charge du milieu en matières fraiches. Ainsi, la production d'éthanol, tant en termes de taux que de rendement et de durée de fermentation, dépend principalement de la richesse du milieu en glucose et en éléments favorables à l'activité fermentaire. La qualité de la levure, en tant qu'organisme de bioconversion, constitue également un facteur déterminant. L'évolution des paramètres suivis à savoir le pH, la concentration en glucose et la biomasse sèche durant la fermentation des deux charges testées est illustrée dans la **Figure III.36 et III.37.**

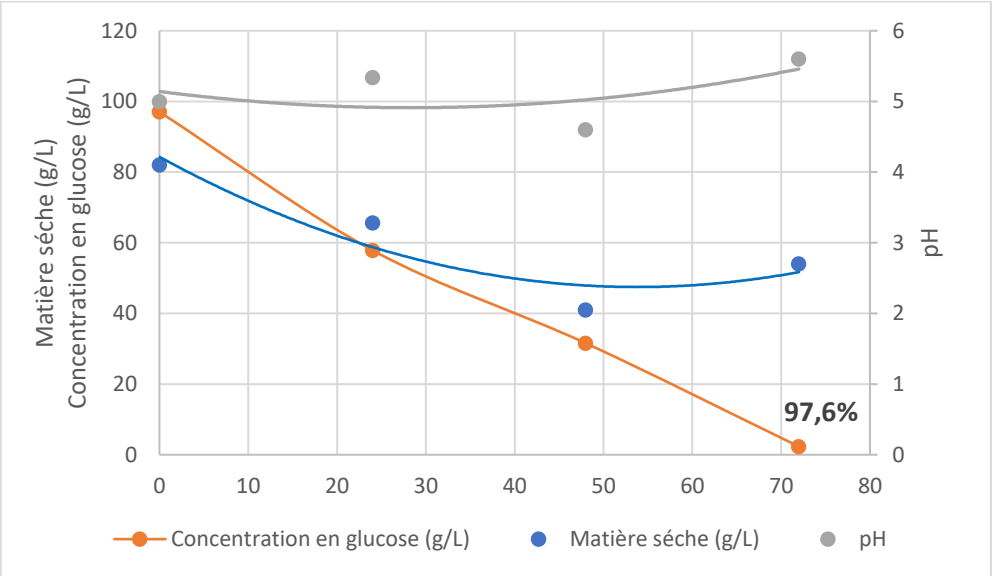


Figure III.36: Evolution des différents paramètres mesurés (S, pH et X) durant la fermentation de la charge 2Kg MF/100ml liquéfiées et saccharifiées.

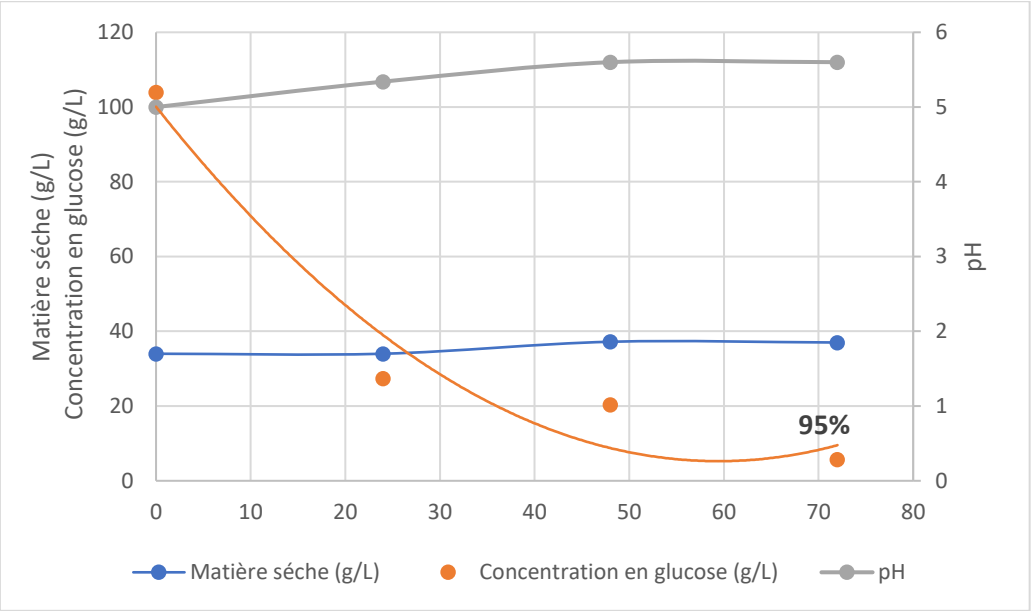


Figure III.37: Evolution des différents paramètres mesurés (S, pH et X) durant la fermentation de la charge 1Kg MF/100ml liquéfiées et saccharifiées.

D'une façon générale et pour les deux fermentations **(Figure III.36 et III.37.)**, la quantité de glucose est consommée au bout de 72 heures aboutissant à taux de conversion de 97,6% pour la culture de 2Kg MF/L et de 95% pour la culture de 1Kg MF/L. Le pH est pratiquement stable pour les deux cultures et reste aux alentours de 5. Nous avons par contre une diminution de la matière sèche, phénomène plus apparent pour la culture chargée où la dégradation des matières en suspension masque la croissance des levures. Pour la culture de 1Kg MF/L, les matières en suspension sont plus réduites, nous avons donc un équilibre entre l'augmentation de la biomasse et la dégradation des matières en suspension ce qui maintien les matières sèche stable.

C/ Séparation du produit- Distillation de l'éthanol

Méthode :

À la fin de la fermentation, le moût est transféré dans un ballon de distillation puis chauffé à une température avoisinante 78 °C, afin de permettre l'évaporation de l'éthanol, dont le point d'ébullition est inférieur à celui de l'eau (≈90 °C), et ainsi le séparer efficacement **(Figure III.38).** La quantité d'éthanol récupérée dans le distillat est ensuite déterminée par réfractométrie, en se référant à la courbe d'étalonnage présentée en **Annexe 02**.



Figure III.38: Evolution des différents paramètres mesurés (S, pH et X) durant la fermentation de la charge 1Kg MF/100ml liquéfiées et saccharifiées.

Résultats et discussion :

Les distillats récupérés pour chaque fermentation sont pesés. Nous avons aussi déterminé leurs indices de réfraction. Le bilan global de chaque fermentation est représenté sur le **Tableau III.11.**

Tableau III.11: Bilans des deux fermentations relatives aux deux charges d'épluchures de pommes de terre à échelle laboratoire et extrapolation à échelles plus grandes.

	Fermentation 200g MF/100ml	**Fermentation 100g MF/100ml**
V des milieux	**500ml**	**1000ml**
Masse du bioéthanol pures (g)	**28**	**64,7**
Concentration finale de l'éthanol (g/L)	**56**	**64,7**
Concentration finale de l'éthanol (ml/L)	**71**	**82**
C0 (glucose) – Cf (glucose) (g/L)	**97-2,31 =94,69**	**104-5,65=98,35**
Y (P/S) (g bioéthanol /g de glucose) = (P-P0) / ($C0_{glucose}$-$Cf_{glucose}$)	**0,59**	**0,657**
Y (P/MF) (g/Kg MF)	**28**	**64 ,7**
Y (P/MF) (ml/Kg MF)	**35,48**	**82**
Extrapolation		
Temps de la fermentation	**72heures**	**72heures**
Temps de maintenance : Lavage du bioréacteur + Prétraitement physique + liquéfaction + saccharification + stérilisation.	**Supposé largement 24heures**	**Supposé largement 24heures**
Durée d'un cycle	**96h**	**96h**
Nombre de cycle par année	**75 cycles**	**75 cycles**
	Echelle 50L	
Volume Ethanol pure /Cycle (L/cycle)	**3,6**	**4,1**
Productivité annuelle (L/année)	**270**	**308**
	Echelle 1000L=1m^3	
Volume Ethanol pure /Cycle (L/Cycle)	**71**	**82**
Productivité annuelle (L/année)	**5325**	**6150**

Habituellement, la fermentation à charge réduite (1Kg MF/L) aboutit à des concentrations en éthanol de l'ordre de 32-35 g/L pour des épluchures à 6% d'amidon (**Khelil cherfi et Sadfi, 2021 ; Reghmit. H Boughazi. N, 2023**), car la concentration en glucose libérée au cours de la saccharification était de lodre de 55-60g/L. Dans notre cas le lot d'épluchure était à 9,2% en amidon. La concentration en glucose disponible à la fermentation et qui est issus d'une saccharification complète est de 104g/L aboutissant à une concentration finale en éthanol plus importante de l'ordre de 64g/L. Le cycle de production (fermentation + maintenance) était plus court pour ces études (48h à 72h) (probablement due à une bonne qualité de levure, une bonne agitation ou une concentration initiale plus réduite en glucose) par comparaison avec notre cas (4 jours) ; ce qui ouvre 100cycles de production par année par rapport à 75 cycles par année dans notre cas. Cependant, vue que les épluchures sont plus riche riches en amidon, notre productivité annuelle (6m^3/an) reste plus importante. Selon **Reghmit. H Boughazi. N, 2023,** la productivité d'une échelle 50L est de 220 L/an et d'une échelle de 1m3 est de 4,4 m^3/an.

Pour la charge maximale en épluchures, il faut dire que la concentration en éthanol dans notre cas était plus réduite (56 g/L) par rapports aux mêmes travaux antérieurs (**Khelil cherfi et Sadfi, 2021 ; Reghmit. H Boughazi. N, 2023**). Ceci est due aux faites que la saccharification était à 70% et la concentration initiale du glucose à la fermentation était donc basse 97g/L. En fait, ces travaux ont abouti à des rendements de saccharification appréciables proches (90%-100%) ce qui a offert une concentration en glucose plus importante disponible à la fermentation (130g/L à 160 g/L) et ce qui a abouti aussi à une concentration en éthanol de l'ordre de (74-97) g/L. Cependant, il faut signaler que **Taleb. L et Benkessirat. A, 2024** ont rencontré le même problème lors de la saccharification des fortes charges (saccharification à 65% max) ce qui a abouti à une concentration en glucose de 76g/L et une concentration finale en éthanol de 43g/L. En comparant les productivités par extrapolation en échelle industrielle de 1000L :

- ✓ Les productivités trouvées dans les meilleurs rendements de saccharification et les plus petites durées de fermentation (1 batch=3jours, 100cycles par an) -probablement due à une bonne qualité de levure ou à une bonne agitation- est de 12 m^3/an ; cas **Reghmit. H Boughazi. N, 2023**.
- ✓ Les productivités trouvées dans les meilleurs rendements de saccharification et pour les des durées de fermentation plus grandes (1 batch=4jours, 75 Cycles par an) -probablement due à une mauvaise qualité de levure ou à une mauvaise agitation- est de 7 m^3/an) ; **Khelil cherfi et Sadfi, 2021.**

- ✓ Les productivités trouvées dans le cas des saccharifications modérée (65%) et pour les des durées de cycle de 2 jours (150 batch/ans) -est de 8 m3/an ; cas de **Taleb. L et Benkessirat. A, 2024**
- ✓ Enfin notre productivité qui est de 5m^3/an dans le cas d'une saccharification à 70% en milieu chargé (2Kg MF à 6% /L) et un cycle de 4 jours avec 75 cycles par ans. Elle est aussi estimée de 6m^3/an dans le cas d'une saccharification à 100% en milieu peu chargé (1Kg MF à 9%/L) et un cycle de 4 jours avec 75 cycles par ans.

En conclusion, la productivité annuelle de notre déchet si variable dépond de plusieurs facteurs :

1/ de sa richesse en amidon

2/ du rendement de la phase de traitement enzymatique,

3) de la durée de fermentation, qui est directement dépendante de la qualité de l'agitation, de la performance de la levure et de la richesse de notre déchet en facteurs inducteurs de la croissance de la levure.

III.2.3 Valorisation des épluchures par voie microbiologique :

1/Préparation des matières premières :

Deux formes de déchets de pomme e terre a été utilisées :

- Des épluchures fraiches non moisies : crues et cuites sous pression pendant 15min.
- Des déchets issus des préparateurs de pommes de terre épluchées constituées de pommes de terre impropres à la consommation + des épluchures fraiches et sèches, rendu moisis par fermentation solide spontanée **(Figure III.39).**



Figure III.39: Mélange de déchets de pomme de terre moisi.

2/ Préparation des prés-cultures :

100ml de milieu Potato Dextrose Broth (PDB, **Figure 40**) enrichi a été autoclave puis ensemencé avec un mélange amylacé moisi. Il a été incubé à 30°C pour favoriser la prolifération microbienne.



Figure III.40: Les Pré cultures au PDB enrichi après ensemencement.

3/ Traitement des matières premières :

Les déchets ont été préparés selon le protocole expliqué en tableau III.15 Les masses à introduire dans l'eau minérale sont calculées selon le taux d'humidité de chaque échantillon de telle sorte que à assurer une matière sèche de 500g MS /L.

Tableau III.12: Résume des étapes de préparation de milieu.

Échantillon	Poids brut	Traitement	Eau ajoutée
Pelures fraîches (14% MS) (crues)	**1,785 kg**	**Lavées, broyées**	**0,5 L**
Pelures fraiche (14% MS) (cuites)	**1,785 kg : Masse pesée avant cuisson.**	**Lavées, Cuites, broyées**	**0,5 L**
Melange de dechet de pomme de terre moisi (34% MS)	**1,470 kg (En double)**	**/**	**1L**

4/ Culture et fermentation :

- Chaque échantillon a reçu 100ml de préculture au PDB enrichi après incubation.
- Phase de la culture : Incubation à 30 °C pendant 4 jours.
- Phase de la fermentation :
  - ✓ Ajout du mélange fermentatif : levure réactivée dans une solution sucrée puis additionnée à la culture à raison de 10% (m/v).
  - ✓ Nouvelle incubation pendant 5 jours.



Figure III.41: Culture des échantillons de pelures fraiches cuites et crues.

5/ Distillation:

Après fermentation, l'éthanol produit est distillé en utilisant un **montage de distillation artisanal mais efficace**, inspiré des systèmes de distillation classiques **(Figure III.42)** :

- Il s'agit d'un **montage à grande capacité**, conçu spécialement pour chauffer un grand volume de mélange fermenté.
- Le récipient principal est en **métal épais**, avec un **couvercle bien fermé**, et placé directement sur une **plaque résistante chauffante** (bain-marie ou chauffe directe).
- Le système inclut un **tube de sortie** (col de cygne) relié à un **condenseur** rudimentaire, permettant la condensation des vapeurs d'éthanol.
- Le liquide distillé est récupéré dans un récipient récepteur propre.

Ce type de montage, bien qu'artisanal, permet d'atteindre la température nécessaire pour vaporiser l'éthanol tout en gardant une certaine sécurité et efficacité. Il imite en quelque sorte le **principe d'un montage de distillation de laboratoire**, mais à plus grande échelle.

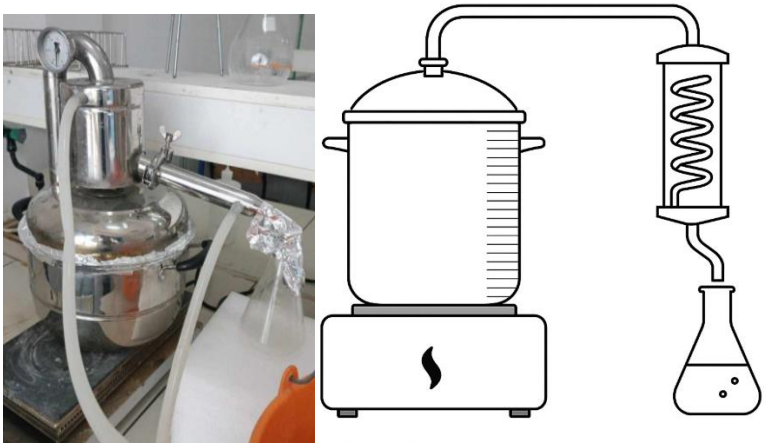


Figure III.42:Montage de distillation.

6/ Résultats :

Le **Tableau III.13** présente les données expérimentales liées à la distillation de l'éthanol pour les 4 essai : les teneurs et les volumes en éthanol pure ainsi que les rendement par Kg de matiere fraiche. Malgré la réussite technique du montage, la **quantité d'éthanol obtenue** reste faible pour tout les echantillons, notamment avec les pelures non traitées, ce qui confirme que la **qualité du substrat fermenté et le traitement préalable** jouent un rôle crucial dans le rendement final.

Tableau III.13: : Bilan de distillation de l'éthanol des 4 essais. 1

	$m_{éthanol\ pure}$ (g)	**$V_{éthanol\ pure}$ (ml)**	**Rendement ml/Kg MF**
cuites	4,2g	5,3	2,8
crues	1,62	2	1,12
Moisi 01	4,7	6	4,09
Moisi 02	12	15	10,5

Enfin, lorsqu'on compare ces méthodes à la méthode enzymatique de liquéfaction et saccharification suivie d'une fermentation contrôlée, on constate que cette dernière surpasse nettement toutes les autres. Elle permet une conversion optimale de l'amidon en sucres simples grâce à l'action spécifique des enzymes comme l'amylase et la glucoamylase., ce qui se traduit par une production d'éthanol plus concentrée et plus rentable après distillation . En d'autres termes, la transformation enzymatique rend le substrat beaucoup plus biodisponible pour les les levures, améliorant ainsi significativement le rendement global.

En revanche, la méthode biologique sans traitement enzymatique donne des rendements faibles, même si certains mélanges riches (comme moisi 02) atteignent des performances meilleures par rapport aux autres, ces résultats restent cependant nettement inférieurs à ceux obtenus par voie enzymatique, en raison de la dégradation incomplète de l'amidon et de la cellulose, et de la dépendance à la flore microbienne naturellement présente, dont l'activité est difficile à contrôler et qui peut aussi diminuer le taux des sucres par consommation dans des voies fermentaire differente de la fermentation alcoolique.

La methode enzymatique reste la methode la plus propre, la plus maitrisée grace au contrôle de la cinetique enzymatique. Nous avons moins d'odeurs degagées ce qui assure une bonne qualité de l'éthanol produit.

III.3 Valorisation des déchets de raisin :

III. 3.1 Récolte du déchet de raisin :

Le déchet de raisin a été récolté à partir des exploitations agricoles après récolte et à partir des points de ventes **(Figure III.43 Et III.44)**.



Figure III.43: Déchets de raisin récolté à partir d'une exploitation agricole, Hammadi wilaya de Boumerdes.



Figure III.44: Déchets de raisin récolté à partir du marché de MEDEA centre-ville.

III.3.2 Caractérisation du Broyat de raisin :

1/ Détermination du pourcentage en eau et en matière sèche :

A/ Méthode

Initialement, **une masse initiale m** de déchets de raisin a été triée manuellement pour enlever les objets étrangers et les éléments indésirables (rafles, surplus de pépins, etc.). Ce tri avait pour objectif de garder uniquement les éléments susceptibles de fermenter.

Ensuite, la matière sélectionnée a été soumise à un broyage mécanique à l'aide d'un bras mixeur, dans le but de garantir une uniformité du substrat et de faciliter la récupération du jus. Cette opération de broyage a conduit à la production d'un **broyat uniforme d'un volume V.**

Par la suite, une étape de filtration a été effectuée pour distinguer la phase liquide de la phase solide. Cette action a conduit à l'obtention d'un **volume de jus net noté V1 de masse m1**. Par la suite, le résidu solide provenant de la filtration, dénommé **masse humide m2**, a été exposé à un séchage à température de 105°C pendant 24h dans le but de supprimer l'humidité restante. Cette phase a permis de déterminer une **masse sèche m2′**, symbolisant la quantité solide qui persiste après que l'humidité a été évaporée.

Nous avons calculé les pourcentages de la matière sèche, de l'eau (jus) ainsi que l'humidité à partir des lois suivantes :

% matière sèche = (m2′/m) *100 …… (1)

% Eau (Jus net) = (m1/m) *100 ……..…… (2)

% humidité = ((m2- m2′) /m) *100 ……. (3)

B/ Résultats et discussion :

La **figure III.45** expose les résultats moyens de la caractérisation du raisin. Ce diagramme souligne la grande part de jus récupéré, un facteur crucial pour la faisabilité du processus de valorisation. Ce jus est la phase la plus riche en sucres fermentescibles, ce qui en fait la composante principale à valoriser pour la production de bioéthanol. Sa forte proportion (plus des 3/4 de la masse totale) témoigne d'un excellent rendement d'extraction. En termes de pourcentage volumique après extraction nous récoltons un volume de jus net égale 78% du volume global ou volume apparent. La teneur réduite de composés non fermentescibles est attestée par le pourcentage minimal de matière sèche, ce qui est bénéfique pour les processus biologiques tels que la fermentation.

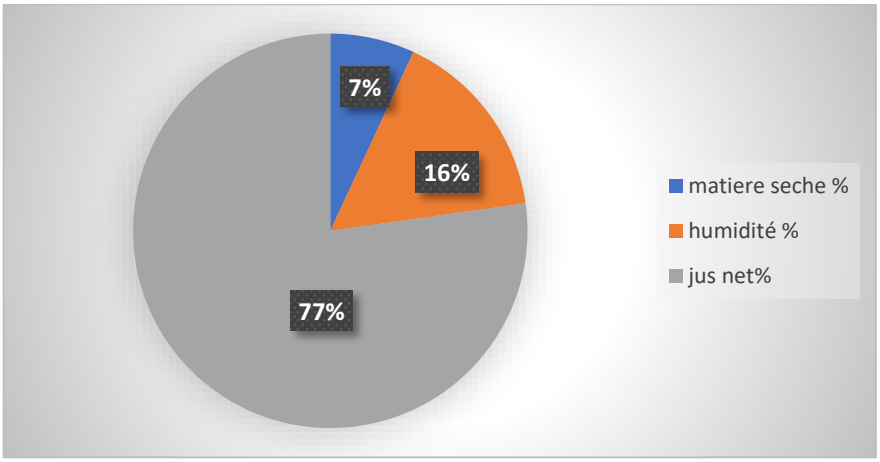


Figure III.45: Pourcentages des matières sèches, humidité et eau (jus net) au niveau d'un broyat de déchets de raisin.

2/ Dosage des sucres :

Apres broyage et filtration nous avons dosé la concentration en sucres totaux en utilisant la méthode de Dubois et en sucres réducteurs en utilisant la méthode de DNS. Le protocole expérimental des deux méthodes ainsi que les courbes d étalonnages sont détaillés en **Annexes.** Les résultats correspondant à la moyenne de deux échantillons concentrés sont représentés sur la **figure III.46.**

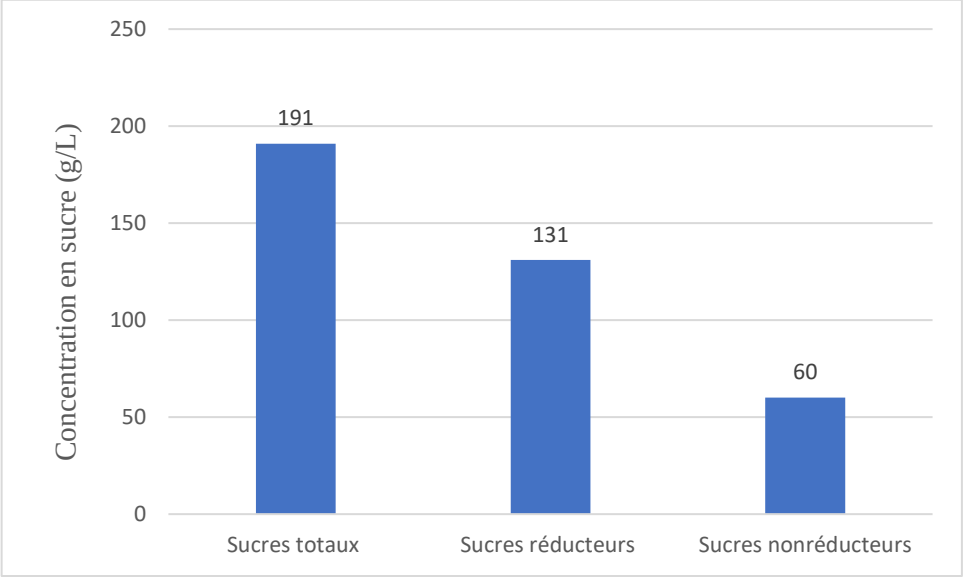


Figure III.46: Concentrations du sucre total, réducteur et non réducteur au niveau du jus de raisin filtré.

Les sucres totaux représentent la fraction totale de tous les sucres contenus dans l'échantillon, qu'ils soient réducteurs ou non. Un niveau moyen de 190 g/L est plutôt haut, ce qui constitue un potentiel en sucre intéressant du point de vue fermentation alcoolique. Cela indique également que les résidus de raisin renferment encore une portion significative de sucres valorisables, ce qui justifie entièrement leur emploi en tant que substrat. Cependant, pour que les levures puissent produire du bioéthanol, il leur faut une quantité suffisante mais aussi favorable en sucres.

Parmi ***les sucres réducteurs***, ***Saccharomyces cerevisiae*** fermente principalement le glucose et le fructose. Leur concentration élevée suggère que la majorité des sucres disponibles sont directement utilisables par les levures, garantissant un démarrage efficace de la fermentation et une production conséquente d'éthanol.

La portion des sucres non réducteurs se compose principalement de saccharose qui n'est fermentés par les levures qu'après hydrolyse par les invertases. Leur faible présence (≈ 31,4% des sucres totaux) suggère que la plupart des sucres sont déjà présents sous forme simple, ce qui est préférable pour réduire les phases de libération des enzymes.

Il faut signaler qu'au cours des fermentations réalisées dans ce présent travail, nous avons rencontré des échantillons ayant des concentrations modérées en sucres totaux situées entre 140 et 150g/L.

III. 3.3 Essais Préliminaires de fermentation du Broyat de raisin :

1/ Choix de la forme du broyat :

La levure *Saccharomyces cerevisiae*, utilisée pour la fermentation alcoolique, nécessite des conditions optimales pour assurer une production efficace d'éthanol. Parmi les facteurs les plus importants influençant sa croissance et son activité fermentaire, le pH du milieu et la concentration en sucres jouent un rôle crucial.

La levure développe son activité optimale dans un environnement faiblement acide, avec un pH compris entre 4,5 et 5,5, la valeur optimale étant proche de **5,0**. Un pH trop bas inhibe l'activité enzymatique et ralentit la fermentation, tandis qu'un pH trop élevé favorise la croissance de microorganismes contaminants.

De plus, la concentration en sucres dans le moût est directement liée au rendement en éthanol. Une concentration trop faible limite la production, tandis qu'une concentration trop élevée (> 250 g/L) peut provoquer un stress osmotique et inhiber la croissance des levures.

Ainsi, une concentration ajustée à 150 g/L de sucres est considérée comme un compromis idéal, permettant à la levure de fermenter efficacement tout en maintenant sa viabilité.

C'est dans ce but que, dans le protocole expérimental, le pH du milieu a été ajusté à 5 à l'aide de bicarbonate de sodium, et que la concentration en sucres réducteurs a été standardisée à 150 g/L avant l'inoculation avec les levures.

A/ *Méthode*

1. Broyer une masse équivalente à 1750 g de déchet de raisin. Un volume global de broyat d'environ 1700 ml a été obtenu.
2. La quantité de sucres totaux a été évaluée à partir du surnageant de ce broyat en utilisant la méthode de Dubois **(Annexe 0)** après centrifugation et dilution appropriée.
3. En tenant compte de la concentration du broyat et de son volume utile (Volume réel en jus = 1260ml), ce dernier est dilué de manière à obtenir une concentration finale de sucres totaux de 150g/l. Le pH du milieu est ajusté à 5 et le volume apparent du broyat obtenu après dilution est réparti dans 4 erlenmeyers de 1l.
4. De manière aléatoire, deux des erlenmeyers sont soumis à un processus de filtration grossière afin d'éliminer la pulpe, et les deux autres ne reçoivent aucune filtration.
5. Les quatre erlenmeyers subissent un autoclavage à 120°C pendant 20min.
6. Apres refroidissement, le contenu de chaque erlenmeyer est ensemencé par la levure à raison de 1% de son volume utile.
7. Les erlenmeyers sont placés sous agitation continue (100 rotations par minute) à température ambiante (environ 25°C).
8. La fermentation est suivie en prélevant 10 ml de milieu de fermentation à 41 h et 66 h. Pour chaque prélèvement, utiliser un Bec bunsen afin d'éviter la contamination ; mesurer le pH puis centrifuger à 3000 tours par minute pendant 10 minutes. Récupérer le surnageant et le diluer afin de faire un dosage des sucres totaux par la méthode de Dubois (annexe ……). Le culot est séché pendant 24h à 105°C afin quantifier la masse sèche.
9. A la fin de la fermentation (lorsque le taux de conversion est supérieur à 90%), le milieu de fermentation est récupéré puis distillé afin de récupérer l'éthanol.
10. Apres distillation, les indices de réfraction des distillats sont mesurés, les masses d'éthanol pur dans les distillats sont calculés en utilisant la courbe d'étalonnage destinées au dosage de l'éthanol **(Annexe)**. Les rendements sont calculés pour chaque fermentation comme suit :

$$\mathbf{R\ (g\ Ethanol\ /100g\ sucres\ totaux) = Y(P/S) = \frac{P-P0}{C0-C} * 100}$$

Avec :

P : la concentration finale en éthanol

P0 : la concentration initiale en éthanol

C0 : la concentration initiale en sucre totaux.

C : la concentration finale en sucre totaux.

B/ Résultats et Discussion :

L'évolution de la concentration en sucres totaux, en pH et en matière sèche au cours du temps permettra d'évaluer la performance de la fermentation dans chaque condition (avec ou sans filtration). Les résultats sont présentés sur la **FigureIII.47** et la **Figure III.48** pour les fermentations du jus de raisin ajusté non filtré et filtré respectivement.

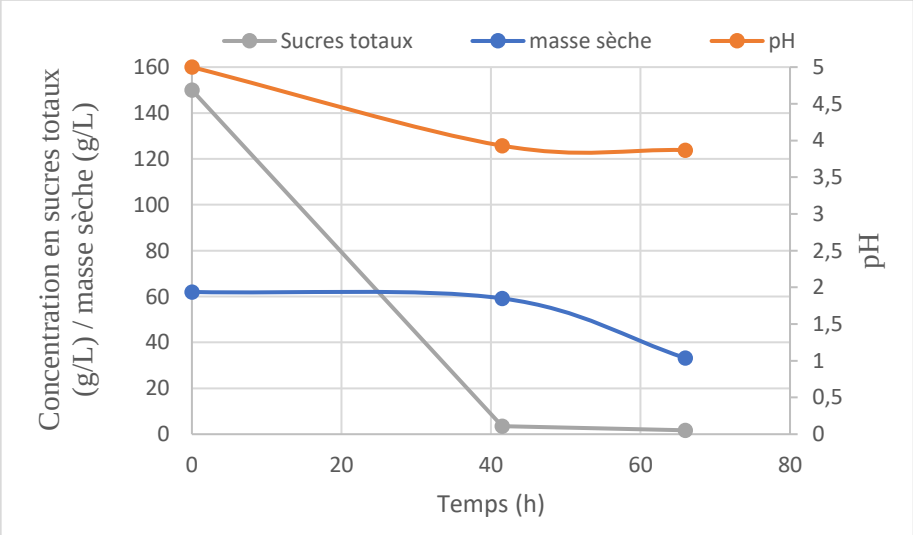


Figure III.47: Evolution de la masse sèche, des sucres totaux et le pH au cours de la fermentation d'un jus de raisin ajusté non filtré.

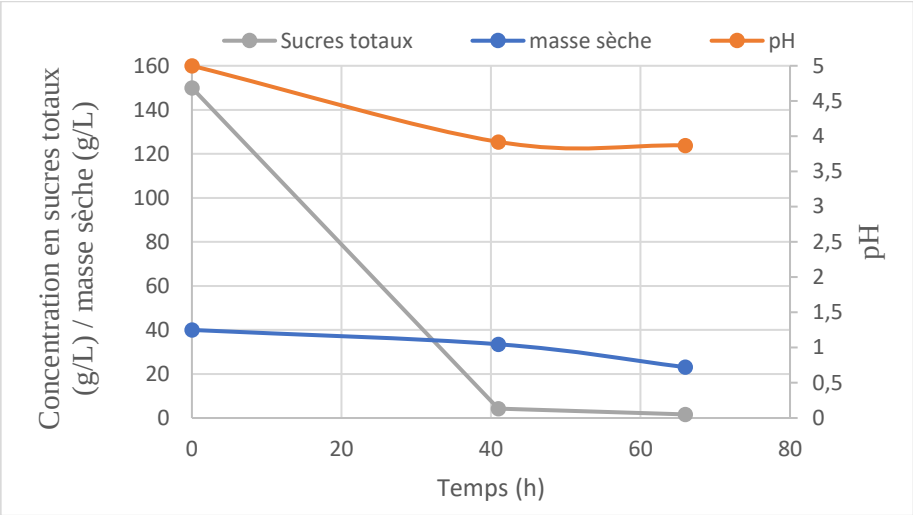


Figure III.48 : Evolution de la masse sèche, des sucres totaux et le pH au cours de la fermentation d'un jus de raisin ajusté filtré.

Discussion :

Nous avons une baisse significative des sucres totaux de 0 h à 40 h, décroissant d'environ 150 g/L à près de 4 g/L. Cela dénote une consommation rapide des sucres par les levures lors de la fermentation alcoolique. Après 66 heures, le taux de conversion (C0-Cf/C0) est de 99%, signifiant que la phase de fermentation active est achevée. Cette consommation est en accord avec une viabilité optimale des levures.

La teneur en matière sèche connaît une baisse progressive au fil du temps, passant de 62 g/L à environ 33 g/L pour le jus non filtré et de 40 g/L à environ 23 g/L pour le jus filtré. Cela reflète sans doute la décomposition ou la dissolution de particules solides (fibres, résidus de peaux, etc.) ou leur intégration dans la biomasse microbienne. Cette courbe demeure assez stable par rapport aux sucres, ce qui indique que les solides non solubles ne sont affectés que partiellement.

Le pH baisse de près de 5 à environ 3,9 entre 0 et 40 heures, puis demeure quasiment constant jusqu'à 66 heures. Cet effet d'acidification est habituel pendant la fermentation, car les levures génèrent des acides organiques tels que l'acide acétique ou lactique. L'indication de la stabilisation du pH vers la fin signale que le système a atteint un équilibre sur le plan métabolique. La diminution du pH inhibe le développement des bactéries indésirables, contribuant ainsi à la pureté du processus de fermentation.

Le bilan de chaque fermentation est représenté sur la **Figure III.49.**

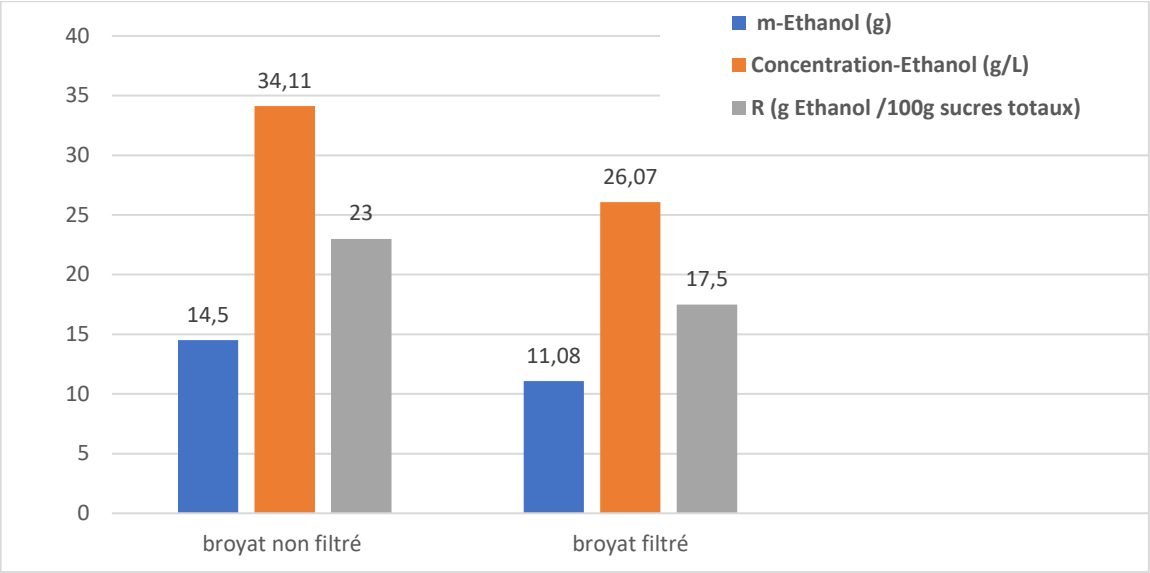


Figure III.49: Bilan de la fermentation des broyats filtrés et non filtrés.

Bien que les deux cultures aient démarré avec la même concentration initiale en glucose, la fermentation du broyat non filtré a abouti à une masse et une teneur plus importantes en éthanol (14,4g, 34,11 g/L) comparativement au broyat filtré (11 g, 26,07 g/L). Nous pouvons expliquer cette divergence par :

- La présence de sucres résiduels partiellement solubles au niveau de la pulpe présente dans le substrat non filtré.
- Une activité de fermentation optimisée par la présence de particules solides ou de composés bénéfiques à l'action des levures (vitamines, cofacteurs enzymatiques, etc.).

Le broyat non filtré présente aussi un rendement de 23 g éthanol/100g de sucres totaux) supérieur celui trouvé au niveau pour le broyat filtré (17,5 g éthanol/100g de sucres totaux). Dans ce contexte, le rendement représente une mesure d'efficacité de transformation du substrat en produit fini. La réduction du rendement pourrait être attribuée à l'absence de nutriments secondaires exclus par le processus de filtration.

En conclusion : la présence de pulpe ou de fibres pourrait stimuler l'efficacité métabolique des levures. Le jus non filtré semble présenter des performances de fermentation supérieures, probablement dû à la présence de composants bénéfiques pour la levure.

Il faut signaler que dans les deux cultures le rendement n'est pas concluant, et pourtant le milieu est stérile (pas de contaminants) et le taux de conversion est proche de 100% (assimilation intégrale des sucres), ce qui suggère que le métabolisme de la levure est mixte entre la respiration et la fermentation.

2/ Effet de la concentration initiale en sucres : nécessité de la dilution du broyat :

A/ Méthode :

Broyage :

Pour cette expérience, nous avons utilisé 3,2 kg de raisins frais (non séchés), sans procéder à une filtration. Apres broyage, un moût brut d'environ 3500 ml est obtenu. Le moût brut affichait un pH naturellement acide. Pour optimiser les conditions de fermentation, le pH a été neutralisé (aux environ de pH 6) en utilisant du bicarbonate de sodium.

Préparation des mouts de fermentation :

Apres filtration d'un échantillon du broyat, le pourcentage en jus net est estimé de 80% (v/v). La quantité de sucres totaux a été évaluée à partir du surnageant de ce broyat en utilisant la méthode de Dubois **(Annexe 02)** après centrifugation et dilution appropriée. La concentration a été estimée de 225 g/L.

Une partie du broyat (1L) est maintenue pure (concentrée) puis repartie à volume égales entre deux Erlenmeyer (V app =500ml, V net =400ml).

En tenant compte de la concentration du broyat et de son pourcentage en jus net ou en volume utile (80% v/v), une deuxième partie est diluée de manière à obtenir une concentration finale de sucres totaux de 150g/l, puis repartie entre 2 erlenmeyers. Chaque Erlenmeyer est remplie d'un volume apparent équivalent à un volume net de 400ml.

En résumé, nous avons donc 4 cultures à volumes égales, deux contenants du moût pur (sans dilution). Deux contenant un moût dilué.

Ensemencement :

Chaque erlenmeyer a été ensemencé avec 4 g de levure active sèche ***Saccharomyces cerevisiae***.

Suivi de la fermentation :

Les fermentations ont été maintenues à température ambiante, tout en étant constamment agités. Des échantillons des moûts ont été prélevés à des moments précis (t = 0 h, 5 h, 23 h, 48 h, 74 h et 123 h) à l'aide d'un bec Bunsen afin d'éviter les contaminations microbiennes. Le pH de chaque prélèvement a été mesuré. Ces échantillons ont été centrifugés, le culot est récupéré puis séché afin de déterminer la masse sèche. La concentration en sucres totaux a été dosée au niveau des surnageant.

B/ Résultats et discussion :

L'évolution de la concentration en sucres totaux, en pH et en matière sèche au cours du temps permettra d'évaluer la performance de la fermentation dans chaque condition (jus de raisin non filtré, pure ou ajusté). Les résultats sont présentés sur la **Figure III.50**et la **Figure III.51** Pour les fermentations du jus de raisin ajusté et pure respectivement.

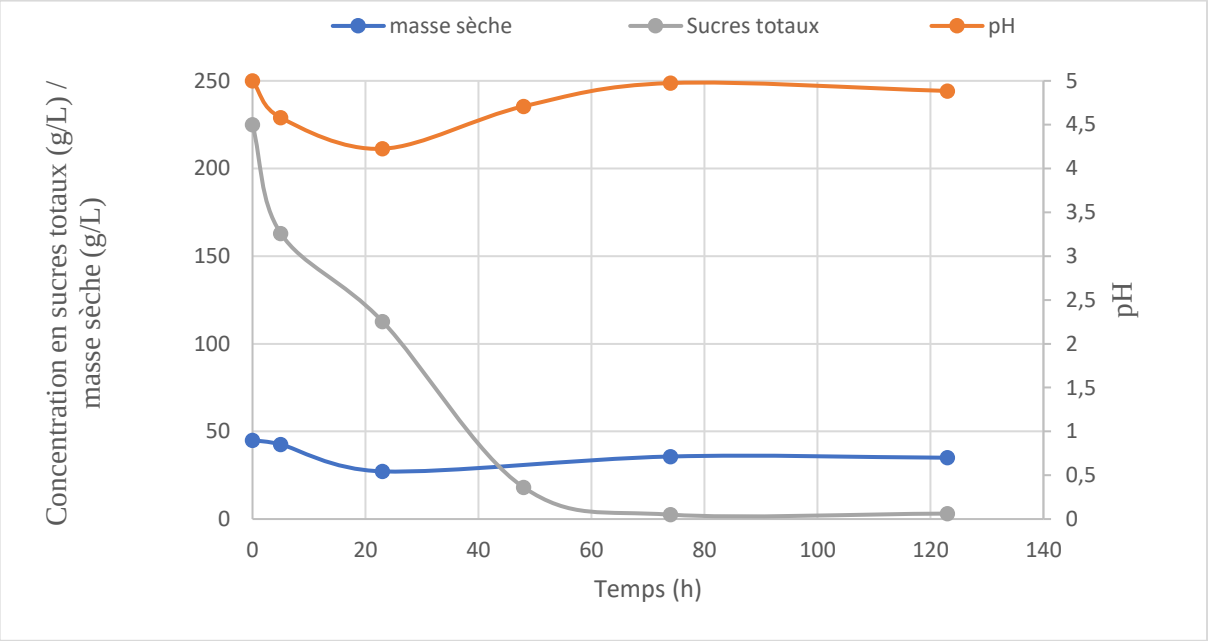


Figure III.50: Evolution de la masse sèche, des sucres totaux et le pH au cours de la fermentation d'un jus de raisin pure.

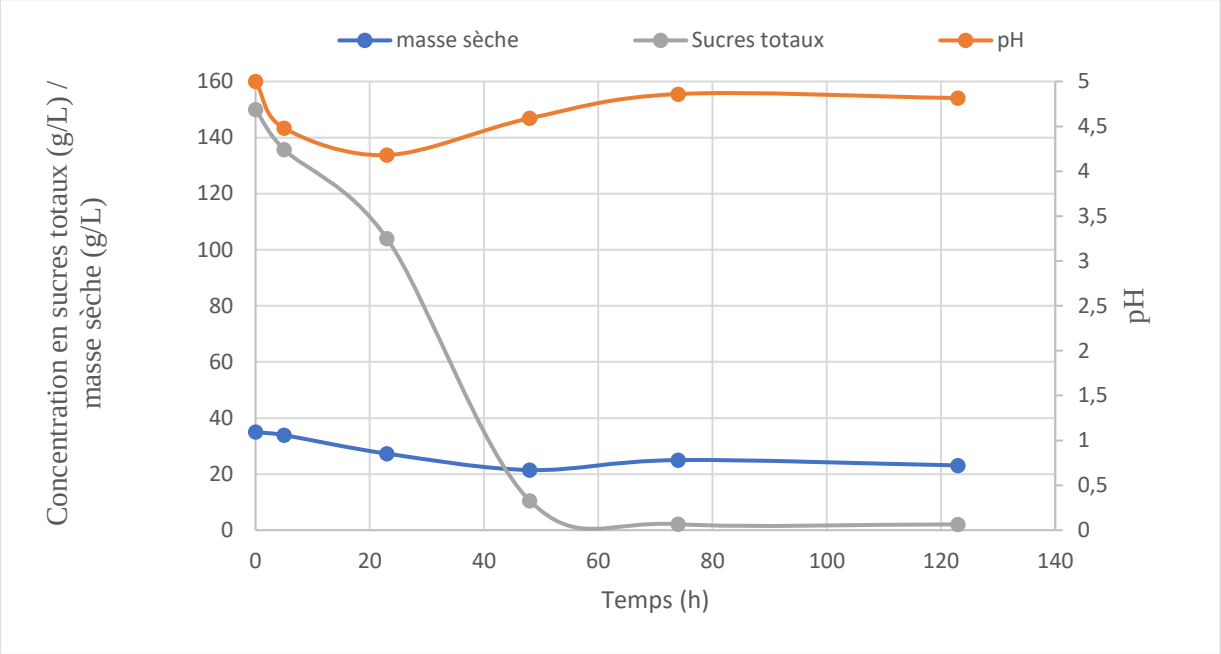


Figure III.51: Evolution de la masse sèche, des sucres totaux et le pH au cours de la fermentation d'un jus de raisin ajusté.

Dans les deux fermentations, les sucres totaux diminuent progressivement, ce qui témoigne de l'usage des sucres par les levures pour générer de l'éthanol, le taux de conversion final est aux environs de 98,6% indiquant une consommation presque totale des sucres.

Le pH subit une légère baisse, ceci est attribué à la génération d'acides organiques lors du processus de fermentation sans toutefois provoquer une acidification excessive, ce qui est bénéfique pour la croissance des levures et son activité fermentaire. Enfin, le pH se stabilise aux environ de 5, ceci pourrait être due à la libération de composés basique lors de la lyse cellulaire.

Masse sèche dans les deux situations demeure presque constante. Puisqu'il s'agit d'un jus de raisin non filtré, nous pouvons avoir une dégradation des matières sèches du raisin compensée par la croissance des levures.

En conclusion, Les deux cinétiques attestent une bonne progression de la fermentation alcoolique, avec une consommation notable des sucres et une diminution cohérente du pH. Néanmoins, une telle concentration élevée au niveau de la fermentation du jus de raisin pure peut également freiner la fermentation à cause d'un effet osmotique ou d'une inhibition métabolique.

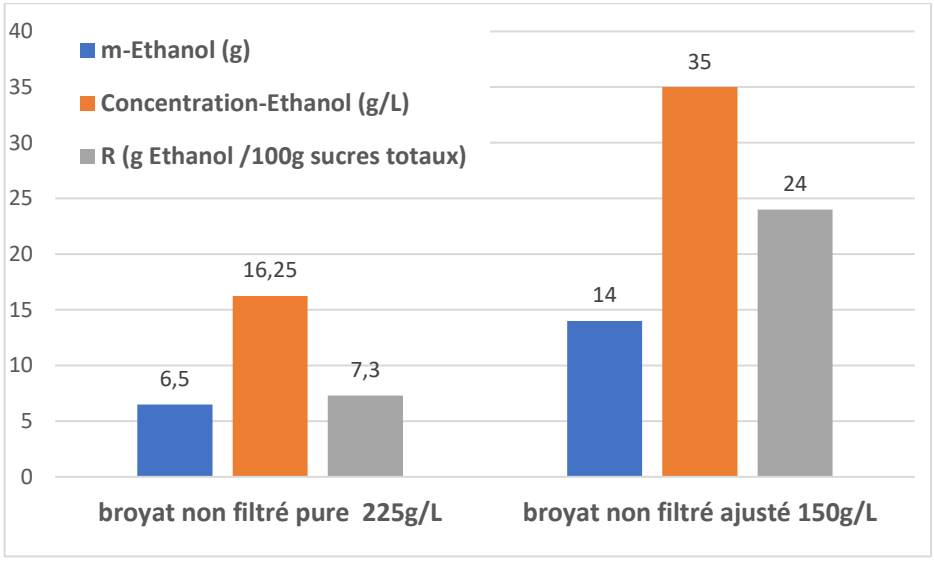


Figure III.52: Bilan de la fermentation des broyats non filtrés (pure et ajusté).

La fermentation du broyat pure aboutit à un rendement bas (7,3%), ce qui pourrait signaler une fermentation partielle, où les conditions ne sont pas entièrement optimales. Malgré une présence élevée de sucres initiaux (225g/L), la production d'éthanol est basse, ce qui implique une inhibition due à une concentration excessive de substrat (effet osmotique). En contre, dans le cas des broyats ajustés, le rendement de 0,24 (ou 24%) est clairement supérieur. Malgré une teneur initiale en sucres plus faible, la production d'éthanol est deux fois supérieure (14 g contre 6,5 g), démontrant ainsi une efficacité de fermentation nettement améliorée. Ceci indique que la dilution a stimulé la fermentation par la réduction du stress osmotique pour les levures.

Il faut signaler aussi que dans les deux cultures (pure et ajustée) le rendement n'est pas concluant, et pourtant le milieu est stérile (pas de contaminants) et le taux de conversion est proche de 100% (assimilation intégrale des sucres), ce qui suggère que le métabolisme de la levure est mixte entre la respiration et la fermentation. Ceci est très probable vu que le volume utile au niveau des erlenmeyers était de 400ml sur un volume global de 2 L. Nous avons une bonne capacité de dissolution de l'oxygène initial engendrée par une bonne agitation.

III.3.4 fermentation alcoolique en anaérobiose :

Pour optimiser l'efficacité de la fermentation alcoolique, nous avons ajusté les conditions d'exploitation. Effectivement, les premiers tests effectués dans des conditions aérobies, en maintenant une agitation constante, ont produit des rendements d'éthanol plutôt

modestes. Cette observation nous a amenés à considérer une méthode anaérobie, plus appropriée au métabolisme de fermentation de la levure Saccharomyces cerevisiae qui encourage la production d'éthanol en l'absence d'oxygène.

Nous avons donc éliminé l'agitation mécanique, ce qui réduit l'apport d'oxygène dans le milieu de culture. En outre, nous avons instauré un processus de barbotage, utilisant un barboteur rempli d'eau, qui permet l'élimination du dioxyde de carbone généré tout en empêchant l'influx d'oxygène, garantissant ainsi des conditions purement anaérobies.

Cette adaptation expérimentale a permis d'améliorer considérablement les rendements en éthanol lors des fermentations effectuées dans ces nouvelles conditions. Non seulement les résultats étaient supérieurs, mais ils étaient aussi plus stables lors de la mise à l'échelle, ce qui valide l'importance de l'anaérobiose dans l'amélioration du processus de valorisation des déchets de raisin.

1/ Fermentation anaérobie : Echelle 2Kg :

A/ Méthode :

Dans cette partie, une quantité de déchet de raisin a subi un tri, afin d'éliminer les rafles, les pédicelles et les pédoncules. Une fois triés, le raisin a été mixé jusqu'à obtention d'une purée uniforme. Le broyat est ensuite autoclave à 120°C pendant 20 minutes.

Afin de prouver une fois de plus l'effet de la concentration initiale sur le rendement de la fermentation, ce protocole a été réalisé sur 2 échantillons de déchets de raisin pur d'origines différentes donc de concentrations initiales différentes. Une autre culture a été réalisée sur un échantillon aléatoire après dilution par addition d'un volume adéquat d'eau minérale stérile à raison de ¼ de son volume apparent (500ml) afin d'ajuster sa concentration initiale à une marge moyenne qq soit sa concentration initiale. Chaque culture traite un volume de deux litres (équivalent à 2Kg) pure ou ajusté. Le jus raisin stérilisé est mis dans une boite stérile, puis ensemencé avec de levure de bière à raison de 1% (m/v). Le mélange est soigneusement homogénéisé. Afin d'établir l'anaérobiose, la boîte est scellée hermétiquement de manière à éviter l'entrée de l'oxygène. Un barbotteur est installé sur le couvercle de la boite pour faciliter l'élimination du CO_2 dans l'eau.



Figure III.53 Montage de la fermentation de 2kg de raisin à l'aide d'un barbotteur.

Le processus de fermentation s'est étalé sur trois jours, pendant lesquels le mélange a été remué toutes les 24 heures à l'aide d'une cuillère stérile. La fermentation est jugée achevée lorsque nous n'avons plus de libération de CO_2.

A la fin le contenu de chaque culture est distillé afin de récupérer et quantifier l'éthanol produit après mesure des indices de réfractions et les masses des distillats.

Pour établir le bilan de la fermentation, des prélèvements ont été réalisés au début et la fin de la fermentation afin de déterminer :

- Les concentrations initiales et finales en sucre totaux après centrifugation et dilutions appropriées selon la méthode décrite en **Annexe 02**.
- Le pH initial et final,
- Les densités initiales et finales après filtration du jus et élimination de la pulpe. Cette opération nous permettra de comptabiliser le volume total net du jus contenu dans le volume total apparent de la culture. Les densités mesurées nous permettent de confirmer notre dosage en sucre totaux grâce à une table de conversion densité – concentration en sucre établie pour les jus de raisin.

B/ Résultats et Discussion :

Le bilan de la fermentation (Conditions, état initial et final) pour les trois cultures est représenté sur le **tableau III.14**

Tableau III.14: Conditions et Bilan des fermentations des jus de raisin pures et dilués.

Culture	V_{app} (L)	V_{net} (L)	Ci-sucres T (g/L)	Cf-sucres T (g/L)	d_i	d_f	pH_i	pH_f
Pure 1	2	1,280	140 (Dosage) 175 (Table) **Cm=158**	3,6 (Dosage) 3,9 (Table) **Cm=3,8**	1,075	1,0039	4,36	4,12
Pure 2	2	1,6	178 (Dosage) 205 (Table) **Cm=192**	3,4 (Dosage) 2,7 (Table) **Cm=3,1**	1,087	1,00258	4,1	3,79
Ajusté	2,5 (+0,5L)	2,046	106 (Dosage) 126 (Table) **Cm =116**	3,2 (Dosage) 3,5 (Table) **Cm=3,4**	1,056	1,0037	4,44	3,93

Apres distillations les masses, les concentrations obtenues en éthanol pure ainsi que les rendements sont représentés sur **la figure III.54.**

Selon le **TableauIII.14** les sucres résiduels (Cf) sont très faibles dans les essais purs (≈3,1–3,8 g/L), traduisant une fermentation presque complète. Le moût corrigé présente également une consommation appréciable (Cf ≈3,4 g/L), malgré un début avec une concentration plus basse.

L'ordre de la densité initiale (di) se conforme aux concentrations en sucres : elle est plus grande pour les moûts purs (1,075–1,087) que pour le moût ajusté (1,056). Pour tous les essais, la densité finale (df) est presque 1 (≈1,003), ce qui atteste de la production d'éthanol et de la consommation des sucres.

Dans toutes les fermentations, on note une petite baisse de pH, caractéristique du métabolisme de fermentation (production d'acides organiques). Le pH final demeure dans une fourchette appropriée pour la survie des levures (environ 3,8–4,1).

En conclusion : Tous les tests ont conduit à une fermentation efficace, comme l'indiquent les faibles niveaux de sucres résiduels et les densités finales proches de celle de l'eau. Les moûts purs peuvent offrir des rendements d'éthanol potentiellement plus importants grâce à leur teneur élevée en sucres, cependant, nous pouvons avoir des inhibitions liées l'effet de l'osmose (stress

des levures). Le moût ajusté présente un bon équilibre : une meilleure fluidité, une fermentation intégrale et un rendement constant, même si légèrement plus dilué.

Selon la **figure III.54**le milieu ajusté ainsi que le pure 1 (Ci en sucres totaux= 158 g/L) présentent la plus grande production d'éthanol, ce qui suggère que les concentrations modérées stimulent l'activité de fermentation des levures. En revanche, la fermentation du moût Pure 2 montre la masse la plus légère, sans doute en raison d'une concentration initiale élevée en sucres ce qui rend les conditions moins propices à la fermentation. Le moût Pure 1 présente la plus haute teneur en éthanol par rapport au moût ajusté, ceci est attribué à un volume de fermentation moins important. Cependant, bien que le milieu ajusté ait une masse totale plus importante, il présente une concentration plus faible, car son volume est plus important.

Les rendements calculés par rapport aux sucres totaux sont des indicateurs directs de l'efficacité de la transformation des sucres en éthanol. Les performances des moûts Pure 1 et Ajusté sont maximales avec des rendements concluant au rendement théorique, indiquant une efficacité de fermentation remarquable. Le moût Pure 2, par contre, montre une efficacité nettement inférieure (uniquement 32 g/100g), possiblement à cause de l'effet osmotique inhibiteur où la viabilité des levures est réduite.

Le rendement massique est en accord avec les autres résultats : le moût Ajusté présente la conversion la plus efficace par unité de matière première, soulignant ainsi l'importance du contrôle de la concentration initiale en sucres. Cela atteste que le moût Ajusté favorise non seulement une production plus importante en général, mais également une rentabilité supérieure par kilogramme de substrat traité.

Le moût Pure 1 offre aussi de bons résultats, mais reste un peu en dessous de ceux du moût Ajusté. Par contre, Pure 2 affiche des performances bien moindres, soulignant l'importance de normaliser la teneur en sucres afin de maintenir l'activité des levures pour une valorisation efficace de la biomasse.

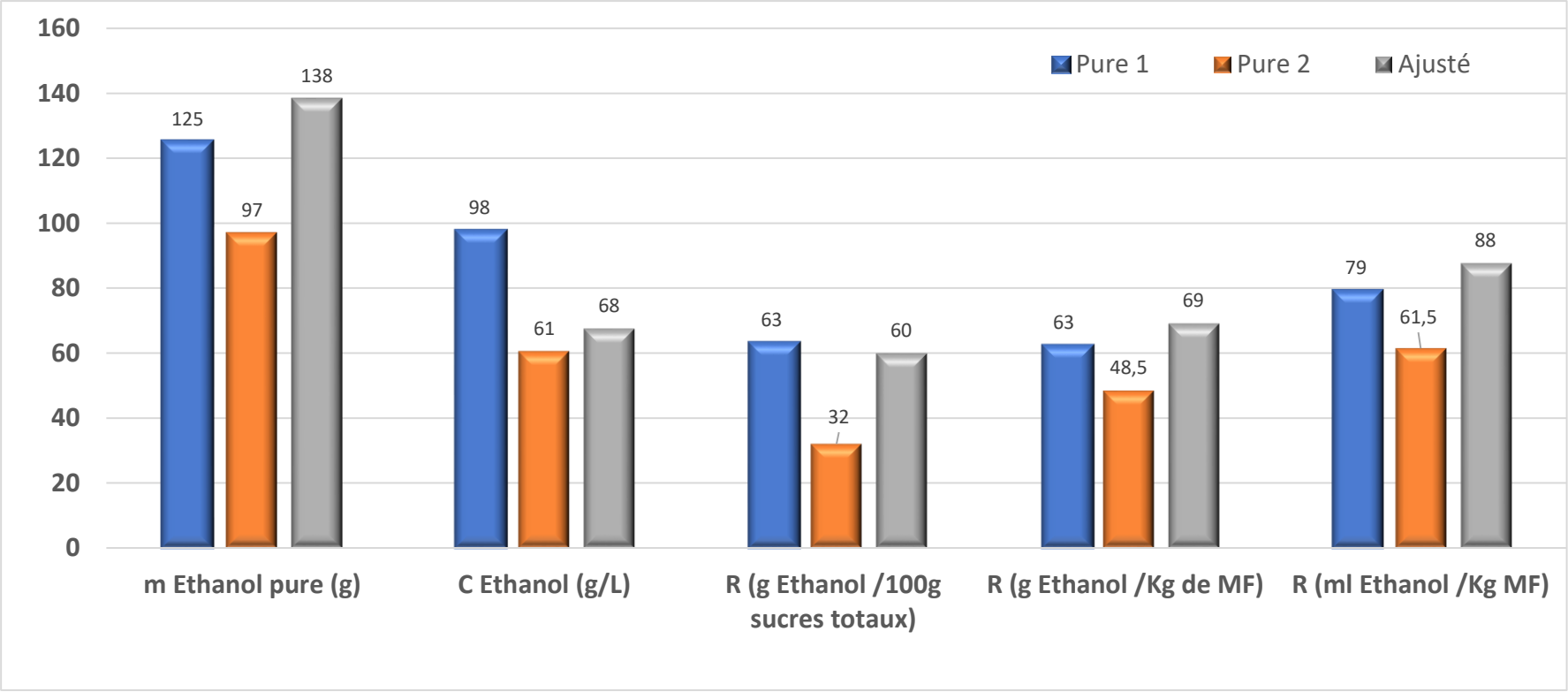


Figure III.54: Masses, concentrations en éthanol pure et rendements obtenus pour les différentes fermentations des jus de raisin concentrés et dilué

2/ Fermentation anaérobie Echelle 10Kg :

Afin de démontrer que les conditions opératoires déjà ajustés sont reproductibles surtout lors de la mise en échelle, une fermentation à une échelle supérieure a été réalisée dans les conditions optimales fixées définitivement au cours de la fermentation Echelle 2Kg.

A/ Méthode :

Dans cette seconde expérience, **10 kg de raisin** ont été utilisés comme matière première. Après lavage et tri, le raisin a été broyé à l'aide d'un **mixeur plongeant** pour homogénéiser le mélange. Le broyat a été **cuit dans une cocotte-minute pendant 20 minutes.** Cette étape vise à éliminer une partie de la charge microbienne naturelle, ramollir la pulpe mixée et faciliter l'extraction des sucres.

Après cuisson, Le **volume obtenu était de 8,5 L**, pour une **masse totale de 10 Kg**. Pour préparer un environnement de concentration favorable à la fermentation, **2 litres d'eau minérale préalablement stérilisées** (Environ ¼ du volume apparent de la culture) ont été ajoutés, portant ainsi le **volume apparent total de 10,5 L**.

Le mélange complet (10,5 L) a été placé dans un grand fût alimentaire en plastique (jerricane), propre et désinfectée, ensemencé avec de levure de bière à raison de 1% (m/v net) puis soigneusement mélangé. La fermentation a été menée à température ambiante, dans un système fermé. Un tuyau a été inséré dans le couvercle, avec son extrémité immergée dans l'eau, jouant le rôle de barboteur artisanal pour évacuer le CO_2 sans laisser entrer l'air. Le mélange a été agité toutes les 24 h à l'aide d'une cuillère stérile. La fermentation a été considérée à sa phase finale lorsque le dégagement du CO_2 est terminé.

A la fin le contenu de la culture est distillé (par fractions de 2L) afin de récupérer et quantifier l'éthanol produit après mesure des indices de réfractions et les masses des distillats.

Pour établir le bilan de la fermentation, des prélèvements ont été réalisés au début et la fin de la fermentation afin de déterminer :

- Les concentrations initiales et finales en sucre totaux après centrifugation et dilutions appropriées selon la méthode décrite en **Annexe 02**.
- Le pH initial et final,

- Les densités initiales et finales après filtration du jus et élimination de la pulpe. Cette opération nous permettra de comptabiliser le volume total net du jus contenu dans le volume total apparent de la culture. Les densités mesurées nous permettent de confirmer notre dosage en sucre totaux grâce à une table de conversion densité – concentration en sucre établie pour les jus de raisin.



Figure III.55: Montage utilisé pour fermentation de 10kg de raisin non filtrés, ajusté anaérobiose.

B/ Résultats et Discussions

Il faut signaler qu'en augmentant de l'échelle 2Kg à 10Kg, le taux d'évaporation avec la stérilisation donne au lieu d'un volume de 10L un volume de 8,5L. Cela justifie encore le rôle de la dilution qui ajuste la concentration du jus à des niveaux supportables de la levure.

Le bilan de la fermentation des 10Kg de raisin (Conditions, état initial et final) est représenté sur le **tableau III.15** Apres distillations les masses, les concentrations obtenues en éthanol pure ainsi que les rendements sont représentés sur **la figure III.56**

Tableau III.15: Conditions et Bilan de la fermentation de 10Kg de jus de raisin non filtré et dilué en anaérobiose.

	V_{App} (L)	V_{net} (L)	Sucre totaux -Jus concentré (g/L)	Ci-sucres T (g/L)	Cf-sucres T (g/L)	pH_i	pH_f
10Kg	10,5 L	7500	Cm=190	Cm=156	3,15	3,4	3,28

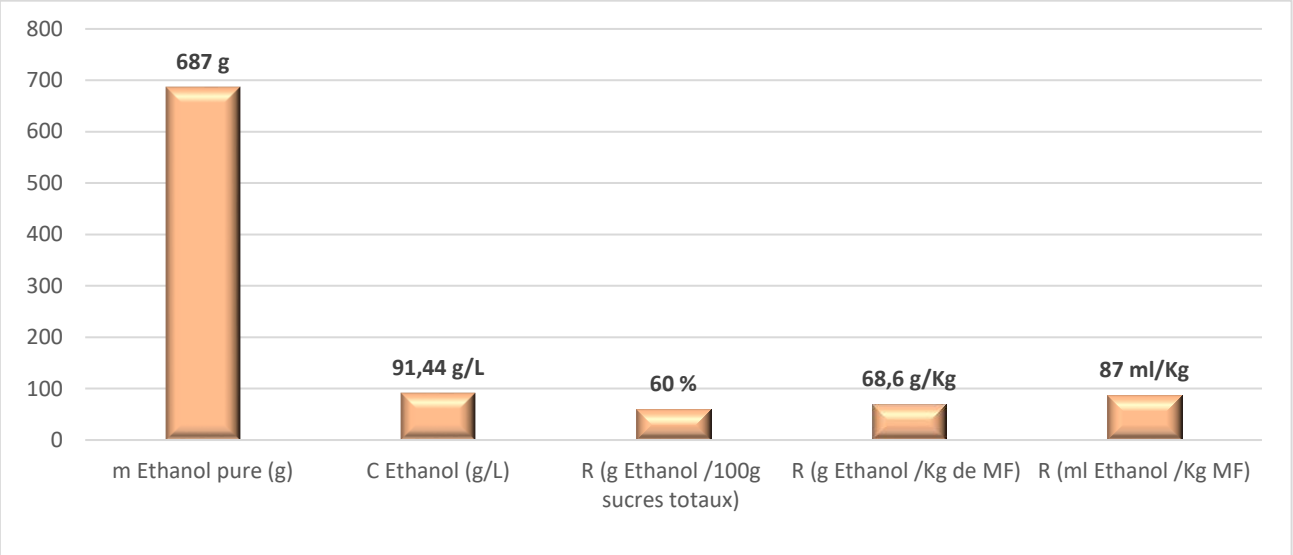


Figure III.56: Masse, concentration en éthanol pure et rendements obtenus pour la fermentation de 10 Kg de jus de raisin non filtré et dilué en anaérobiose.

Une quantité d'éthanol pur produite : 687 grammes est un résultat très important, montrant une performance remarquable du procédé de transformation du déchet de raisin en éthanol à cette échelle.

Une teneur en éthanol importante : 91,44 g/L a été obtenue dans le moût final. Elle peut être comparée, voire surpasser, certaines fermentations industrielles traditionnelles à partir de jus de fruits ou de mélasses. Cela démontre que les sucres issus des résidus de raisin sont effectivement fermentescibles et que le processus de fermentation s'est effectué sans entrave significative.

La production d'éthanol / 100 g de sucres totaux (60 %) est maximale. Cela indique que pratiquement tous les sucres présents ont été transformés en éthanol, ce qui confirme l'efficacité de la levure dans les conditions adoptées (absence de filtration, ajustement de la concentration, anaérobiose instaurée par les barboteurs et par l'absence de l'agitation,).

Nous notons aussi une efficacité massique : 68,6 g d'éthanol pour chaque kilogramme de matière fraîche (MF). Cette performance est élevée et se compare à celle notée dans l'échelle 2kg pour le moût ajusté (graphique précédent, 69 g/kg MF). Cela témoigne d'une bonne reproductibilité du processus à une échelle plus large, un critère crucial pour une future valorisation industrielle. Le rendement volumique : 87 ml d'éthanol par kilogramme de matière fermentescible corrobore les constatations antérieures.

En conclusion : Ces résultats indiquent que, sous les conditions maîtrisées et optimisées et qui ont un impact majeur sur l'activité et la multiplication des levures et sur le type du métabolisme empreinte, les résidus de raisin sont une ressource de premier choix pour la fabrication de bioéthanol. Le processus de fermentation s'est effectué avec succès, affichant une conversion des sucres très efficace, une production importante d'éthanol pur et une concentration finale bénéfique.

3/Extrapolation d'échelle et productivités annuelles :

Le tableau III.16 résume la productivité annuelle du bioéthanol à partir du jus de raisin aux différentes échelles par extrapolation de l'échelle laboratoire.

L'échelle semis pilote pourrait générer approximativement 4,35L par cycle avec un fonctionnement de 1 tous les 4 jours donc une productivité de 362 litres d'éthanol pur par an. Il s'agit d'un fort potentiel pour une échelle artisanale ou locale, même si elle est modeste par rapport à une production industrielle, surtout si le déchet de raisin peut être obtenu gratuitement ou à un coût très bas.

Tableau III.16: Productivité annuelle du bioéthanol à partir du jus de raisin aux différentes échelles par extrapolation de l'échelle laboratoire.

	Données de la fermentation
Productivité par Kg	***87ml /Kg***
Durée de fermentation	***3 jours***
Durée de maintenance	***1 jour***
Duré globale par cycle	***4 jours***
Nombre de cycle par année sur 300 jours	***75 Cycle***
	Echelle semis pilote ***50 Litres (Volume utile) /50 Kg***
Productivité par batch	***4,35L***
Productivité annuelle	***326 L***
	Echelle industrielle ***1000 Litres (1m3) (Volume utile)/ 1000 Kg (1tonne)***
Productivité par batch	***87 L***
Productivité annuelle	***6525 L (6,5 m3)***

Il est envisageable d'augmenter la production de manière linéaire en fonction de l'accroissement de la capacité (par exemple, 500 kg → 3620 L/an). La courte période de fermentation (3 jours) favorise un flux de production efficace. Le cycle de quatre jours est judicieusement calibré pour maximiser l'équilibre entre le temps de production et le temps d'entretien.

En conclusion, la valorisation des résidus de raisin en bioéthanol, au niveau semi-industriel, indique une productivité annuelle et un rendement technique prometteurs. Ces résultats permettent d'envisager une mise en œuvre à grande échelle industrielle ou coopérative, particulièrement dans les zones viticoles produisant de grands volumes de déchets.

À l'échelle industrielle, le procédé pourrait devenir plus compétitif, avec une production annuelle significative. Ce volume pourrait alimenter des usages énergétiques locaux (chauffage, carburant pour moteurs agricoles adaptés, etc.), ou servir de base pour la production de solvants ou d'autres dérivés chimiques bio sources.

Perspectives et remarques

L'implémentation à grande échelle s'appuie sur l'hypothèse d'un rendement stable, ce qui nécessite une uniformité dans la matière première, un contrôle optimal (régulation automatisée) des paramètres de fermentation et une logistique performante pour assurer la constance du processus.

L'emploi de coproduits ou de substrats additionnels riches en sucres (jus résiduels, divers fruits) (c'est ce qui se fait dans notre projet) pourrait augmenter le rendement par kilogramme de matière.

II.4 Analyse de l'éthanol récupéré des déchets organique :

Les distillats d'éthanol issus des chaque déchet sont mélangés et redistillés afin d'augmenter la concentration de l'éthanol. Les distillats sont incolores, transparents par comparaison avec l'eau dont l'odeur est caractéristique de l'éthanol. Plusieurs tests d'identification ont été réalisés :

III.4. 1 Test au dichromate de potassium

En milieu acide, l'éthanol (CH_3CH_2OH) subit une oxydation en acide acétique (CH_3COOH) en présence de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$). Ce dernier est réduit en ions Cr^{3+}, responsables de la coloration vert foncé de la solution.

Dans un bécher, on mélange 10 ml de distillat avec 20 ml de solution de dichromate (0,1 M), puis on ajoute 20 ml d'acide sulfurique à 25 %. Le mélange est ensuite observé pour suivre le changement de couleur.

Comme est illustré dans la **Figure III.57**, l'ajout de l'acide sulfurique au mélange provoque une transition de couleur de l'orange au vert, indiquant la réduction des ions dichromates. Cette coloration évolue progressivement vers un vert foncé voire bleuâtre, confirmant la présence d'éthanol dans le distillat.



Figure III.57: Résultat de la révélation de l'éthanol au bichromate de potassium dans les distillats concentrés du raisin.

III.4.2 Le Flambage :

On prend un volume de notre distillat dans un verre de montre et on flambe le contenu de ce dernier **(Figure III.58).** La flamme bleue est un indicateur que l'éthanol est présent dans le distillat avec une concentration suffisante.



Figure III.58: Résultat du flambage du distillat (Exemple celui du raisin).

III.4.3 Test d'identification B (selon USP) :

- A 0.5ml de distillat, ajouter 5ml l'eau distillée bouillie et refroidie. - Ajouter 2ml de NaOH (1N).

- Ajouter doucement 2ml d'iodine (0.05N). - Conserver la solution dans un tube, remarquer la formation d'un précipité jaune à partir de 30min.

- Après 30min nous avons obtenu un précipité jaune attestant la présence de l'éthanol selon la reaction suivante **(Figure III.59) :**

$$CH_3CH_2OH + 4\ I_2 + 6\ NaOH \rightarrow CH\ I_3\ (Triiodométhane) + HCOONa + 5\ NaI + 5\ H2O$$



Figure III.59: Résultat du test d'identification B (cas du distillat du raisin).

III.3.4 Le spectre Infrarouge :

L'analyse du spectre du distillat de pomme de terre **(Figure III.60)** avec comparaison par rapport à celui d'une molécule de référence : Ethanol 97% **(Figure III.61)**, nous montre qu'il s'agit bien du même produit (Ethanol) puisque nous avons obtenu des pics aux mêmes bandes dans les deux spectres. On parle de :

– La bande d'allongement caractéristique de la fonction OH située à 3350 cm^{-1} présente dans les alcools (**O-H libre :** [3650-3590], **O-H lié (liaison H) :** bande large à [3500-3100]).

– La bande de déformation caractéristique de la fonction OH à 1385cm^{-1} présente dans les alcools primaires (**O-H (alcool primaire) :** [1350-1260]).

– La bande d'allongement caractéristique de la liaison C-H à (2897 et 2977) cm^{-1}. La bande située à 1385cm^{-1} peut être aussi celle de déformation correspondante à la liaison C-H. (**C-H des chaînes aliphatiques et des groupements CH3 :** [3000-2840] et [1450-1375]).

– La bande de la liaison –C-O présente dans les alcools primaires à 1085,32 cm^{-1}/1043,98 cm^{-1} (**C-O des alcools primaires :** [1085-1050]).

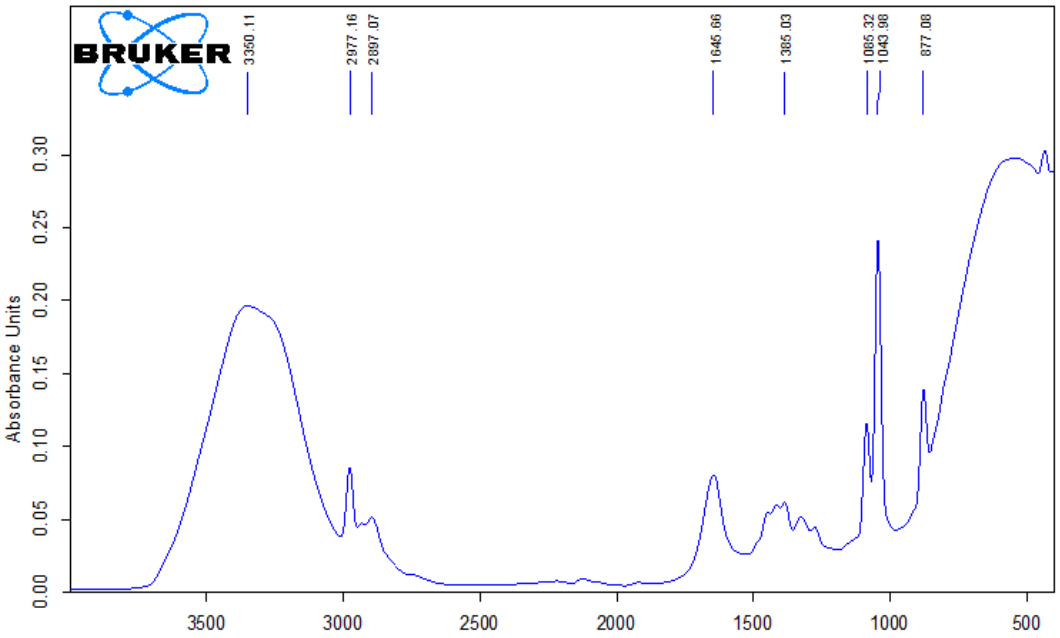


Figure III.60: Spectre infrarouge du distillat de pomme de terre.

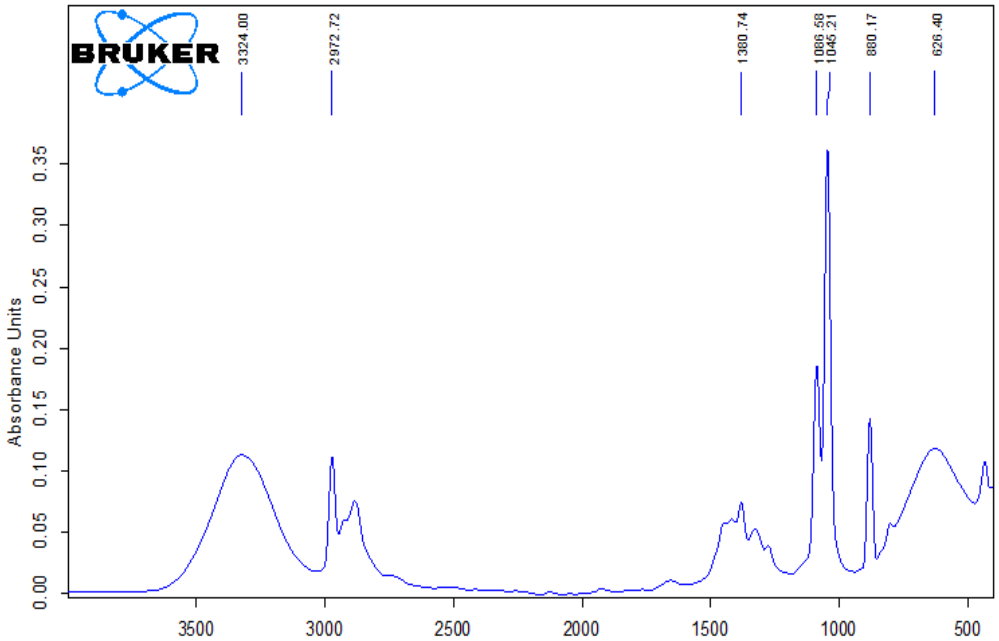


Figure III.61: Spectre Infrarouge d'un éthanol (96%).

III.5 Application et sous-produits de la filière éthanol

L'éthanol obtenu à partir de déchets organique peut être valorisé dans divers domaines. Cette approche permet non seulement de réduire les déchets agroalimentaires, mais aussi de produire une ressource précieuse et polyvalente**.**

III.5.1 Exemples d'application à partir de l'éthanol produit :

1/ Formulation d'un gel désinfectant à base d'éthanol extrait :

Afin de valoriser l'éthanol obtenu par fermentation des déchets organiques, nous avons développé une formulation simple de gel hydro alcoolique, combinant efficacité désinfectante et confort d'utilisation.

A/Objectif : Formuler un gel désinfectant doux pour les mains, enrichi en glycérine et parfumé avec des huiles essentielles, tout en respectant les normes d'efficacité antimicrobienne.

B/ Formule proposée (pour 100 ml) : Selon le **Tableau III.17**

Tableau III.17: Les étapes de préparation le gel alcoolique. 1

Ingrédient	Quantité	Rôle
Éthanol pur (≥ 90%)	70 ml	Agent désinfectant principal
Eau distillée	15 ml	Dilution et ajustement de texture
Glycérine végétale	5 ml	Agent hydratant et protecteur cutané
Gel d'aloe vera (optionnel)	10 ml	Apaisant naturel, hydratant
Huile essentielle (lavande, citron, etc.)	10 gouttes	Parfum naturel et propriétés antiseptiques
Gélifiant (Carpobole ou gomme xanthane)	0,5 à 1 g	Donne la consistance de gel

C/ Protocole de fabrication :

1. **Préparation du gel de base :**
   Disperser le gélifiant dans l'eau distillée à température ambiante en agitant jusqu'à formation d'un gel homogène.
2. **Incorporation de l'éthanol :**
   Ajouter lentement l'éthanol tout en mélangeant doucement afin d'éviter la formation de bulles.
3. **Ajout des agents hydratants :**
   Introduire la glycérine et, si souhaité, le gel d'aloe vera. Homogénéiser soigneusement.
4. **Parfumassions du gel :**
   Ajouter les gouttes d'huile essentielle et mélanger.
5. **Conditionnement :**
   Verser le gel obtenu dans un flacon propre et désinfecté muni d'une pompe.

D/ Caractéristiques finales du produit :

- **Aspect :** Gel transparent à légèrement opalescent
- **Odeur :** Fraîche et agréable selon l'huile essentielle utilisée
- **pH :** Légèrement acide (5,5 - 6)
- **Efficacité :** Désinfection antimicrobienne ≥ 99,9 % des germes (si éthanol ≥ 70 %)
- **Utilisation :** Hygiène des mains en l'absence d'eau

E/ Avantage de la formulation locale :

- Valorisation des **déchets agroalimentaires**
- Réduction des coûts de production.
- Production d'un **désinfectant naturel, local et écologique.**

2/ Production d'alcool médical à base d'éthanol extrait

L'éthanol concentré obtenu par fermentation peut être transformé aussi en **alcool médical**, utilisé dans le domaine de la santé pour la désinfection de la peau, du matériel médical ou des surfaces.

A/ Objectif : Produire un **alcool désinfectant à usage médical** à partir d'une source locale et renouvelable d'éthanol selon la **Formule standard recommandée par l'OMS (pour 100 ml) (TableauIII.18).**

Tableau III.18: : Les étapes de préparation l'alcool médical.2

Ingrédient	Quantité	Rôle
Éthanol (96%)	83,3 ml	Agent antimicrobien principal
Peroxyde d'hydrogène (3%)	4,17 ml	Élimination des spores bactériennes
Glycérine (98%)	1,45 ml	Agent hydratant pour prévenir le dessèchement de la peau
Eau distillée ou bouillie refroidie	Jusqu'à 100 ml	Ajustement du volume total

B/ Protocole de préparation :

1. **Mesurer les ingrédients** avec précision à l'aide de cylindre gradué ou balance.
2. **Verser l'éthanol** dans un récipient stérile. ***Dans notre, nous avons utilisé un distillat dont le titre est ajusté à 70%, le volume utilisé est donc 94ml éthanol 70%.***
3. Ajouter **le peroxyde d'hydrogène**, puis **la glycérine**, en mélangeant délicatement.
4. **Bien homogénéiser** la solution.
5. **Laisser reposer 72 heures** dans un récipient fermé à température ambiante pour garantir la stérilisation.
6. **Conditionner** dans des flacons propres, stériles et opaques si possible.

C/ **Utilisations de l'alcool médical :**

- **Antiseptique cutané** avant injection ou chirurgie.
- **Désinfection** du matériel médical non critique (thermomètres, stéthoscopes...).
- **Nettoyage des surfaces** dans les environnements médicaux.

D/ Avantages de cette production locale :

- Réduction de la dépendance aux importations.
- Coût de production réduit.
- Utilisation de **ressources renouvelables** et **valorisation de déchets organiques**.
- Contribution à une **approche durable** en santé publique.

En plus de son utilisation dans la fabrication du gel désinfectant et de l'alcool médical, l'éthanol extrait peut être valorisé dans plusieurs domaines. Il peut servir à la production de

biocarburants, à la fabrication de solvants écologiques, à l'élaboration de produits cosmétiques et de parfums, ainsi qu'à la formulation de désinfectants ménagers. Il trouve également une place dans l'industrie pharmaceutique et agroalimentaire, en tant qu'excipient ou conservateur naturel, selon les réglementations en vigueur.

III.5.2 Sous-produits : Expérience sur l'utilisation des biofertilisants issus des déchets fermentés

Dans le cadre de la valorisation des résidus alimentaires fermentés, deux types ont été testés : **type 01 liquide issu** de fermentation de pomme de terre et de raisin, ainsi que **type 02 solides**.

1/ Méthodologie :

A/ Témoins :

Deux témoins ont été utilisés (sans biofertilisants) :

- Un pour la pomme de terre
- Un pour le raisin

Chaque pot contenait **1 kg de sol humide**. Après la plantation des graines de **coriandre** et **haricots**, **75 ml d'eau** ont été ajoutés pour l'arrosage. Cette opération a été répétée chaque **2 jour**.

B/ Essais :

Application des biofertilisant liquides :

- **Biofertilisant liquide de raisin (pour coriandre) :**
  Une dilution a été préparée (à raison de 10 ml de **biofertilisant** dans 1 litre d'eau, pH = 4). Après la plantation, **75 ml de cette dilution** ont été ajoutés. Ensuite, un arrosage avec **75 ml de la solution** tous les **2 jours.**
- **Biofertilisant liquide de pomme de terre (pour haricots) :**
  Même protocole : dilution, ajout de **75 ml de la solution** après plantation, puis arrosage à l'eau claire tous les **2 jours.**

Application des Biofertilisants solide (pour les deux plantes) :

Le Biofertilisant solide a été **mélangé directement avec le sol** avant la plantation, sans arrosage particulier (avec de l'eau seulement).



Figure III.62: Préparation des essais avec les Biofertilisants.

C/ Résultats attendus de l'application des biofertilisants issus de déchets fermentés :

L'utilisation des **Biofertilisants** liquides issus de la fermentation du raisin, ainsi que de le **Biofertilisant** solide, vise à améliorer la croissance des plantes (coriandre et haricots) par rapport aux témoins non traités.

Les **résultats attendus** sont les suivants :

- Une **meilleure germination** des graines dans les pots traités avec les **Biofertilisants** fermentés.
- Une **croissance plus rapide** et plus vigoureuse des plantules.
- Un **développement foliaire plus dense** dans les plants traités, particulièrement avec **Biofertilisant** liquide du raisin.
- Une **meilleure rétention d'humidité** du sol dans les pots contenant le **biofertilisan** solide.
- Une **différence visible** entre les témoins et les plants traités, après 7 à 10 jours d'expérimentation.
- Une **tolérance accrue au stress hydrique** dans les plantes recevant un apport régulier en **Biofertilisant** liquide.

Ces résultats permettront d'évaluer l'efficacité des **Biofertilisants** alternatifs issus des déchets organiques fermentés dans une approche durable, locale et écologique. Résultats qui restent à confirmer et à optimiser.

D/ Résultats Préliminaires :

Classement global des performances (du meilleur au moins bon) :

1. **Biofertilisant** solide du raisin sur les haricots

2. Témoin sur les haricots (sans **Biofertilisant**)
3. **Biofertilisant** solide de raisin sur la coriandre
4. Témoin sur la coriandre (sans **Biofertilisant**)
5. **Biofertilisant** liquide de pomme de terre sur les haricots
6. **Biofertilisant** liquide de raisin sur la coriandre

Comparaison des performances avec les témoins :

*** Témoin haricots vs. Essai - Biofertilisant solide de raisin (haricots)**

Le **Biofertilisant** solide de raisin a donné les meilleurs résultats pour les haricots, avec une croissance nettement supérieure au témoin en termes de hauteur des plants, densité foliaire, et vigueur générale.



Figure III.63: Témoin haricots vs. Essai- Biofertilisant solide de raisin (haricots).

*** Témoin haricots vs. Essai-Biofertilisant liquide de pomme de terre (haricots)**

Les haricots traités avec le **Biofertilisant** liquide de pomme de terre ont présenté une croissance inférieure au témoin. Ce résultat met en évidence une efficacité limitée de ce **Biofertilisant** liquide pour les haricots.

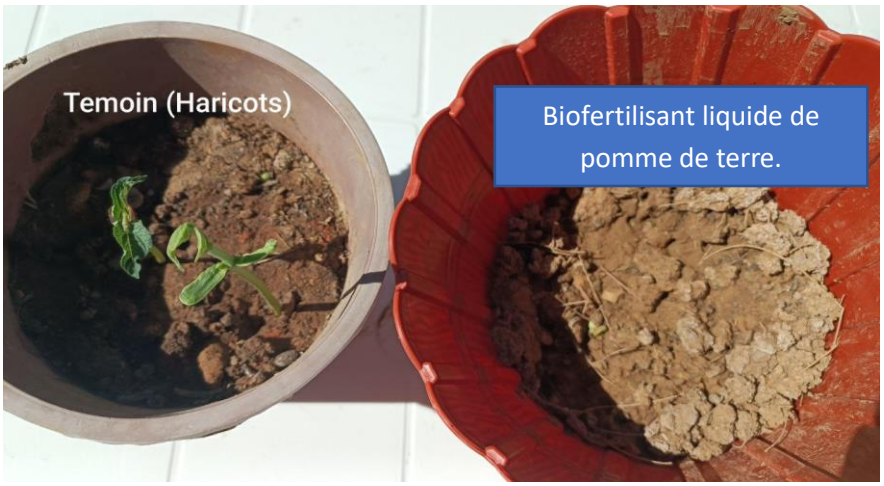


Figure III.64: Témoin haricots vs. Biofertilisant liquide de pomme de terre (haricots).

*** Témoin coriandre vs. Biofertilisant solide de raisin (coriandre)**

La coriandre traitée avec **Biofertilisant** solide de raisin a affiché une croissance supérieure au témoin, avec des plants plus vigoureux et un développement foliaire plus dense.



Figure III.65: Témoin coriandre vs. Biofertilisant solide de raisin (coriandre).

* Témoin coriandre vs. **Biofertilisant** s liquide de raisin (coriandre)

L'utilisation de **Biofertilisant** liquide de raisin sur la coriandre a donné des résultats inférieurs à ceux des témoins. Ce traitement semble donc moins adapté à cette plante.



Figure III.66: Témoin coriandre vs. Biofertilisant liquide de raisin (coriandre)

E/ Conclusion :

Les résultats montrent une nette supériorité de **biofertilisant** solide de raisin par rapport aux témoins et aux **biofertilisants** liquides, que ce soit pour les haricots ou la coriandre. À l'inverse, les **biofertilisants** liquides ont montré une efficacité limitée, ne parvenant pas à dépasser les performances des témoins.

Conclusion générale

Les dechets organiques solides sont majoritairement issus de notre alimentation. Ils sont de natures variables. Ils peuvent êtres des épluchures de fruits (donc majoritairement cellulosiques), des épluchures de légumes (de natures cellulosiques et amylacées), des dechets de plats cuisinés (un mélange de toutes natures), des *pâtes* cuites ….. . Ces dechets sont soit des rejets domestiques ou issus des gargotiers, des restaurants (privés, universitaires, hospitaliers, Hôtels…), ou des usines (fabrication des chips et des jus de fruits, biscuiterie,...). Les dechets organiques liquides sont majoritairement des huiles alimentaires usagées. Elles sont issus aussi des habitations, des restaurants et des usines de fabrication des chips.

La quantité de dechets que rejette l'activité alimentaire humaine est donc énorme…. Elle cause un probleme de pollution croissant d'année en année. Ce qui nécessite leur incineration et donc leur élimination ou de préférence une bonne strategie de valorisation.

La valorisation, objectif de notre projet, est un procédé de traitement des déchets qui permet de reduire la pollution et de donner une deuxiéme vie à certains produits, ou d'obtenir de nouveau produits de hautes valeurs ajoutées. Les dechets organiques solides peuvent être valorisés en BIOETHANOL et ses derivés. Les huiles alimentaires usagées sont valorisables en differents produits, pricipalement le BIODIESEL, le glycerol, le savon et de les tensioactifs.

Ce travail porte sur la valorisation de 3 déchets : les huiles usagées, les déchets de pommes de terre et le raisin, dans la production du BIODIESEL et du BIOETHANOL à l'échelle laboratoire. Il faut signaler que ces déchets sont traités et convertis différemment selon leurs compositions biochimiques, leurs natures (simples ou complexes), et selon le produit fini à produire.

Après un pré-traitement (filtration, chauffage, adsorption) et une caractérisation, les huiles usagées sont valorisées par transestérification dans les conditions optimales suivantes : Température 50°C, Rapport massique (méthanol / huile) : ¼, durée : 2Heures), pourcentage massique du KOH : 0,75%. Le produit fini est séparé par décantation, lavé, séché et caractérisé. Les résultats montrent que l'huile traitée et purifiée par adsorption sur le marc de café aboutit au meilleur rendement de la transestérification (93%). La mise à l'échelle de 100g à 1kg et

4Kg conserve le rendement de la réaction (91%) tout en ayant un produit identifié par spectroscopie IR, d'une conformité convenable (d= 0,9 IA=1,12 mg KOH/g; IR=1.4567, IS=170 mg KOH/g, point de congélation -1,1°C, viscosité=5,21 (mm^2/s). Les productivités annuelles prédites pour les échelles semi-pilote-50L et industrielle-1000L sont 15 m^3/an et 300m^3/an respectivement. La purification du Glycérol-sous-produit de cette chaine de production-est en cours d'optimisation. Les huiles usagées grossièrement filtrées non purifiées ont été aussi valorisées par saponification artisanale en produisant du savon.

La valorisation des déchets de pommes de terre est un process biologique mixte entre un prétraitement physique : thermique à 130°C pendant 15min suivi d'un broyage, puis une liquéfaction de 2h aux alpha-amylases à pH6, 55°C, une saccharification de 3h-4h aux glucoamylase à 60°C, pH4,4. Dans ces conditions, le pourcentage de saccharification est de 70% en milieu chargé (2Kg MF/L) et 100% en milieu peu chargé (1KgMF/L). La quantité d'éthanol produite par 1Kg de MF en passant par le prétraitement physique, la liquéfaction et la saccharification dans les conditions optimales et une fermentation à Température ambiante avec 1% d'inoculum, dépend de plusieurs facteurs : du pourcentage d'amidon dans le déchet, de la charge du milieu en déchet et de l'agitation pendant le prétraitement enzymatique, facteur qui module directement le pourcentage de la saccharification. De même, la productivité annuelle est affectée avec les mêmes paramètres en ajoutant aussi la durée de la fermentation qui module directement le nombre de cycle de production par année. L'extrapolation de nos résultats obtenus à échelle laboratoire dans le cas d'une saccharification à 70% (en milieu chargé) et un cycle de 4 jours avec 75 cycles par ans et pour un déchet de 6% d'amidon conduit à une productivité à échelles semi-pilote -50L estimée de 270L/an et à échelle industrielle-1000L de 5m^3/an. Une productivité meilleure peut être obtenue en milieu peu chargé, 100% saccharifié et un cycle de 4 jours avec 75 cycles par ans et pour un déchet de 9% (308L/an échelle 50 L et 6 m^3/an échelle 1000L).

La valorisation des déchets de raisin est le process le plus agréable à exécuter : il s'agit d'un déchet non complexe, non polymérisé formé principalement de sucres réducteurs (68,5%) simples et directement fermentescibles. Le taux en sucres non réducteurs est de 31,5%, formés principalement de saccharose accessible par la levure, car elle possède l'invertase. Le jus déchet de raisin ne nécessite donc aucun prétraitement sauf le broyage et la stérilisation avant fermentation. De plus, il n'est donc pas nécessaire de faire une filtration, car, la fermentation

est plus rentable lorsqu'il est sous sa forme brute (non filtrée), cependant, il est nécessaire d'ajuster la concentration du jus aux environ de 150g/L en sucres totaux afin d'éviter l'effet osmotique inhibiteur. L'agitation -qui est un paramètre consommateur d'énergie dans le process- est éliminée afin de créer l'anaérobiose dans le milieu. Ce qui rend le process plus économique. Dans ces conditions opératoires si simples, la fermentation de 2Kg d'un broyat de raisin dont la concentration est ajustée aux environs de 150 g/L en anaérobiose, sans agitation, présente la plus grande production en éthanol (138 g) avec des rendements maximum : soient 62 g Ethanol/100g Sucres totaux, 69 g Ethanol/Kg Matière fraiche équivalent à 88ml Ethanol/Kg de Matière fraiche. La mise à l'échelle de 2Kg à 10 Kg conserve bien le même rendement. L'extrapolation de nos résultats obtenus à échelle laboratoire dans les conditions optimales anaérobies avec un cycle de 4 jours et 75 cycles par ans conduit à une productivité à échelles semi-pilote -50L estimée de 362 L/an et à échelle industrielle-1000L de 6,5m^3/an.

En conclusion, le process est fonctionnel, les deux principaux produits (BIOETHANOL et BIODIESEL) sont fabriqués :

- Pour le BIOETHANOL :
  - Une productivité moyenne est estimée de 307L/an à échelle semi-pilote-50L et 6m^3/an à l'échelle industrielle 1000L, en considérant une seule chaine de production commune aux 2lignes.
  - Une productivité additionnelle estimée de de 615L/an à échelle semi-pilote-50L et 12,3 m^3/an à l'échelle industrielle 1000L, en considérant 2 chaines de production pour les 2 lignes (1 chaine /ligne)
- Pour le BIODIESEL : La production est plus prometteuse par rapport au BIOETHANOL : Les productivités annuelles prédites pour les échelles semi-pilote-50L et industrielle-1000L sont 15 m^3/an et 300m^3/an.

Enfin et pour bien clôturé le projet ; En plus savon, un deuxième produit issu de la valorisation des huiles usagées, quelques produits dérivés (gel hydro alcoolique et alcool chirurgical) sont aussi fabriqués. Les sous-produits de la filière ETHANOL sont principalement les **biofertilisants** qui sont en cours d'étude et les résultats préliminaires sont encourageants. Sans oublier le glycérol brut dont le processus de purification est en cours d'étude. La porte aux perspectives est donc ouverte.

Références bibliographiques

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abdesselam Imen , Bennai Nesrine, 2016 : Valorisation des sous-produit polysaccharidiques pour la production de bioéthanol .Mémoire de master. Université de Dr Yahia Farés de Médéa.

Aldiguier Anne –sophie, 2006. L'activité biocatalytique en haut densité cellulaire de Saccharomyces cerevisiae. Thèse de doctorat. L'institut national des sciences appliquées de Toulouse. France.

Alessandro Rosati, 2018. Optimisation de la collecte des huiles alimentaires usagées et valorisation biodiesel. Politecnico di Torino, Corso di laurea magistrale in Ingegneria Gestionale.

Amillastre. A, 2012. Amélioration de la robustesse de souches de levures aux stress technologiques par une stratégie de génie microbiologique. Application à la production industrielle de bioéthanol à partir de matières premières agricoles. Thèse de doctorat. Université de Toulouse, France.

AND: Agence nationale des déchets. https://and.dz/
AND, 2014: https://and.dz/site/wp-content/uploads/2016/04/etude-caracterisation-2014-1.pdf
AND, 2020: https://and.dz/site/wp-content/uploads/rapport%20DMA.pdf

Aouchar Kenza. Guermache Bouchra, 2017. Valorisation des huiles de friture usagées en biodiesel par la réaction de transestérification. Master en sciences biologiques, spécialité sciences et gestion de l'environnement. Université de Bouira, Algérie.

Arvy Marie Pierre et Gallouin François, Légumes d'hier et d'aujourd'hui, Belin, Paris, 2007 (ISBN 978-27011-4205-0), p. 403 – 418
Richonnet Céline ,2004 « Les pommes de terre, quelle santé ! (http:/ / www. Cnipt. Com/ datas/files/ cnipt_lettre_n01. PDF) », Comité national interprofessionnel de la pomme de terre.

Bekele, A. Fite, A. Alemu, S. Sezhunegn, T. Sewhunegn,T Bogele,E. Simachew, M. Debele,T .(2015)."Production of bioethanol from waste potato peel collected from university of Gondar, Student's cafeteria .Global journal of biochemistry and Biotechnology .3(3): p 132-140.

Ben abdi Nesrine et Semssoum Lina, 2022. Valorisation d'huiles alimentaires usagées. Mémoire de Master en Génie procédé des matériaux, université Yahia Farès, MEDEA, Algérie.

Benaouida Karima, 2008. Etude de l'alpha amylase de levures isolées d'un écosystème extreme (sol environnement des sources thermales) et cultivées sur un milieu à base de lactosérum. Thèse de doctorat. Université de Mentouri Constantine. Algérie.

Blibek Amar et khider Sofiane, 2016. Impact des huiles alimentaires usagées sur l'environnement et essai de leur valorisation. Mémoire de Master en Biologie, UMMTO, Algérie.

Boumenir .S et Azzouzi .F, 2019 : Valorisation des sous-produits polysaccharidiques pour la production de bioéthanol .Mémoire de master. Université de Dr Yahia Farés de Médéa.

Brodeur Gary, Yau Elizabeth, Badal Kimberly, Collier John, Ramachandran. K.B and Ramakrishnan Subramanian, 2011. Chemical and Physicochemical Pretreatment of Lignocellulosic Biomass: A Review. SAGE-Hindawi Access to Research. Enzyme Research, Article ID 787532. doi:10.4061/2011/787532.

Cherif.N et Benaissa.F.Z, 2020 : Valorisation des sous-produits polysaccharidiques pour la production de bioéthanol .Mémoire de master. Université de Dr Yahia Farés de Médéa. HADJ ALI Hicham et Mr. KHECHEKHOUCHE Abdelouahed : Synthèse de Biodiesel à partir d'une huile végétale. Mémoire de master. Université de Dr Yahia Farés de Médéa.

Cherifi Narimane et Benaissa Fatma zahra, 2020. Valorisation des sous-produits polysaccharidiques pour la production de bioéthanol par fermentation alcoolique. Mémoire de Master. Université Dr Yahia Farés, Médéa, Algérie.

Delaplace Pierre, 2007 : Caractérisation physiologique et biochimique du processus de vieillissement du tubercule de pomme de terre (Solanum tuberosum L). Université de GEBLOUX.

Denis Coulon, 1997. Étude d'un procédé de synthèse enzymatique d'esters de sucre et d'acide gras. Thèse de Doctorat, Spécialité. Biotechnologies et Industries Alimentaires. Institut National Polytechnique de Lorraine. France.

DJEBA Chaima, LATRECHE Djoumana, OUARET Naila, 2022. Production du bioéthanol à partir de biomasse lignocellulosique par la levure Saccharomyces cerevisiae. Mémoire de Master. Université Frères Mentouri, Constantine 1. Algérie.

FAO ,2008 : rapport 1, Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture, l'annéeinternationale de la pomme de terre, nutrition, et diététique.

Ferland Chantale, 2008. La production d'éthanol à partir de grains de maïs et de céréales. Centre de référence en agriculture et agroalimentaire du Québec. Publication N°EVC 029 (4-5).

Fernando. S, Karra. P, Hernandez. R, 2007. Effect of incompletely converted soybean oil on biodiesel quality. Energy 32 (5) 844–851.

HAFRAD Miliza et HAMITECHE Naïma, 2020. Effet du chauffage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol raffinée. Mémoire de Master en Sciences alimentaires, Spécialité : Agroalimentaire et contrôle de qualité. Université « Mouloud Mammeri » de Tizi-Ouzou. Algérie.

IFPEN, 2021. Institut français du pétrole, Energie Nouvelle. https://www.ifpenergiesnouvelles.fr/enjeux-et-prospective/decryptages/energies-renouvelables/quel-avenir-les-biocarburants

INRS, 2007 : Institut nationale de la recherche scientifique : https://inrs.ca/

KARA ALI Mounira, 2014. Isolement et caractérisation de souches levuriennes des milieux arides productrices de l'éthanol sur différents substrats. Thèse de Doctorat. Université de Constantine 1. Algérie.

Khelil cherfi .Z et Sadfi.N, 2021 : Valorisation des sous-produits polysaccharidiques pour la production de bioéthanol .Mémoire de master. Université de Dr Yahia Farés de Médéa.

Labrecque M.H, 2003. Etude de la capacité de deux souches de levure à dégrader le xylène. Mémoire de fin d'étude. Faculté des sciences de l'agriculture et de l'alimentation. Université Laval. France.

Larpent. J P, 1990. Biotechnologie des levures. Ed. Masson, P 132 -315. Paris.

Larpent. J. P, Gourgoud. M, 1985. Elément de microbiologie. Ed.Herman. Paris, 464p.

Maarouf ABDOU ALIO, 2020. Production de bioéthanol à partir d'une biomasse lignocellulosique multi-ressources locale par prétraitement Organosolv et hydrolyse enzymatique. Thèse de Doctorat, Université Clermont Auvergne.

MEGHZILI Feriel, 2022. Création d'une entreprise de recyclage des huiles alimentaire usagées. Mémoire de Master en Ecologie et environnement, spécialité protection des écosystèmes. Université des Frères Mentouri. Constantine 1. Algérie.

Moussa où Mounguengui Rédéo Wilfried. 2014. Synthèse enzymatique d'esters éthyliques d'huiles végétales pour la production de biodiesel à l'aide de lipases végétales issues de la biomasse africaine. Thèse en Génie des Procédés. Centre international d'études supérieures en sciences agronomiques. Montpellier.

Noui. Y, 2001. Optimisation de la production de la biomasse Saccharomyces cerevisiae cultivée sur extrait de datte. Mémoire d'ingéniorat. Institut d'agronomie, Batna, Algérie.

Ogier J.C, Ballerini. D, Leygue J.P, Rigal.L et Pourquié. J ,1999. Production d'éthanol à partir de biomasses lignocellulosiques. Oil & Gas Science and Technology. Revue de l'IFP, Vol. 54, No. 1, pp. 67-94.

OULD EL HADJ Mohamed Didi, CHEICK Mohamed, HAMDI Wassila, SAYAH Zineb et BOUAZIZ Sabrina, 2012. Etude comparative de la production d'éthanol brut à partir de trois variétés de dattes communes (Degla Beida, Tacherwit et Hamraya) reparties dans les différentes classes de dattes (molle, demi-molle et sèche) de la cuvette de Ouargla (Sahara septentrional Est algérien). Algerian journal of arid environment 2 (2)78-87.

REGHMIT HADDA BOUGHAZI NARIMAN 2023. Valorisation des éplucheurs de pommes de terre dans la production de Bioéthanol par fermentation alcoolique. Mémoire de master. Université de Dr Yahia Farés de Médéa.

Riess Julien, 2012. Intensification de la brique "fermentation alcoolique" de substrats betteraviers (et autres substrats) pour la production d'éthanol. Thèse de Doctorat. Université de Toulouse. France.

SAIDI Asma, SALMI Nabiha Inès, 2019. Approche d'étude sur les perspectives de la valorisation des huiles alimentaires usagées. Mémoire de Master en SNV, Filière Écologie et Environnement, Spécialité Écologie Fondamentale et Appliquée. Université des Frères Mentouri. Constantine 1. Algérie.

Sani. I, A. Abdulhamid, F. Bello, M. Yahaya et AI Bagudo, 2014. L'isolement, la purification et la caractérisation partielle de l'α-amylase de Bacillus subtilis. J. Microbiol. Biotech. Res, 4 (1) 49-54.

Sauer Jorgen, Bent W. Sigurskjold, Ulla Christensen, Torben Frandsen, Ekatrena Mirgorodskaya, Matt Harrison, Peter Roepstorff, Birte Svensson, 2000. Glucoamylase:

structure /fonction relationships and protein engenering. Biochemica Et Biophysica Acta 1543 (275-293).

Site 1 : Ethanol molécule structure. https://www.gettyimages.fr/detail/illustration/ethanol-molecule-illustration-libre-de-droits/168832698?adppopup=true

Site 2 : Structure de la molécule d'éthanol. https://www.gelbe-liste.de/wirkstoffe/Ethanol_15087

Site 3 : Historique de la fermentation alcoolique : https://fr.wikipedia.org/wiki/Fermentation_alcoolique

Site 4: WIKIPEDIA: https://fr.wikipedia.org/wiki/Amidon

Site 5 : Syndicat National des Producteurs d'Alcool Agricole https://www.alcool-bioethanol.net/alcool-traditionnel/cosmetologie-et-pharmacie.

Site 6 : https://fr.wikipedia.org/wiki/Huile

Site 7 : https://www.doctissimo.fr/beaute/beaute-naturelle/huiles-vegetales

Site 8 : L'économiste maghrébin, 2023. L'Algérie atteint son autosuffisance en huile de table. Article de Press par KG/ Agences. https://www.leconomistemaghrebin.com/2023/03/27/algerie-atteint-autosuffisance-huile-table/

Site 9: Echoroukonline, 2022. Rezig : l'Algérie va devenir le pionnier de la production de l'huile de table du continent. Article de Press.

Site 10: URL : https://fr.wikipedia.org/wiki/Huile_min%C3%A9rale

Site 11 : Launay-Chevallier Timothée, 2022. Pourquoi ne pas mettre d'huile dans le compost ? https://www.synonyme-du-mot.com/les-articles/pourquoi-ne-pas-mettre-dhuile-dans-le-compost

Site 12 : https://fr.wikipedia.org/wiki/Recyclage

Site 13 : **MRA Consulting Group, 2022**. Gestion des huiles usagées - Brochure de synthèse. https://library.sprep.org/sites/default/files/2022-06/brochure-de-synthese.pdf

Site 14 : Societé flottweg, 2023. Fabrication de Biodiesel, https://www.flottweg.com/fr/applications/graisse-et-huile-biocarburants/biodiesel/

Site 15 : https://fr.wikipedia.org/wiki/Glyc%C3%A9rol

Site 16 : https://france-science.com/un-nouveau-procd-dhydrognation-des-huiles-vgtales-qui-diminue-la-production-dacides-gras-trans-dans-les-produits-alimentaires/

Site 17 : Laborde Lila et Martial Adèle, 2009. Un nouveau procédé d'hydrogénation des huiles végétales qui diminue la production d'acides gras trans dans les produits alimentaires. france science. https://france-science.com/un-nouveau-procd-dhydrognation-des-huiles-vgtales-qui-diminue-la-production-dacides-gras-trans-dans-les-produits-alimentaires/

Sourisse Claude, 2018 : Biomasse et Energie : Des ressources primaires aux produits énergétiques finaux. Encyclopédie de lenergie. https://www.encyclopedie-energie.org/biomasse-et-energie-des-ressources-primaires-aux-produits-energetiques-finaux/

Tasić. Marija B, Konstantinović. Budimir V, Lazić. Miodrag L, Veljković. Vlada B, 2009. The acid hydrolysis of popato tuber mash in bioethanol production. Biochemical Engineering Journal 43 : 208-211.

Villette J. 1991. Relation structure-fonction de la cyclomaltodextrine glucanotransférase de Bacillus circulans E 192. Thèse USTL.

Wertz Jean-Luc, 2011. L'amidon et le PLA : deux biopolymères sur le marché. Document FARR-Wal – Avec le soutien de la Région Wallonne – DGO3/4.

ANNEXES

Annexe 01

Préparation des solutions

1) Solution d'amidon :

Pour avoir une solution d'amidon d'une concentration donné, il faut suivre les étapes suivantes :

- Peser la masse d'amidon sec (poudre) versé dans 10ml d'eau distillée, bouillir en mélangeant.
- Jeter ensuite ce mélange chaud dans 80 ml d'eau froid en remuant vivement.
- Remettez dans une fiole et ajuster le volume à 100 ml.

2) La solution d'HCl (0.1N) :

Pour préparer une solution de (0.1N) d'un volume Vf, réaliser une dilution à partir d'une Solution mère pure (12N) selon la loi de dilution $NmVm=Nf\,Vf$

3) La solution de stockage (0.1N) :

- Dissoudre 3.17g d'idoine (I2) et 10g da KI dans une fiole de 250ml.
- Ajouter un petit volume d'eau distillée et mélanger jusqu'à la dissolution totale.
- Ajuster le volume à 250ml par l'eau distillée.
- Conserver la solution préparée dans un flacon en verre fumé sombre bien fermé.

4) La solution de dosage (0.001N) :

- Diluer 1ml de solution de stockage à 100 ml avec l'eau distillée (Dilution 1/100).
- Conserver la solution de dosage dans un flacon en verre fumé sombre bien fermé.

5) La solution de tampon de (0.012N) pH (5.6-6) :

- Préparer deux solutions mères :
  - KH_2PO_4 à 27,2 g/L
  - K_2HPO_4 à 34,8 g/L
- Mélanger :
- 87,7 mL de KH_2PO_4
- 12,3 mL de K_2HPO_4
- Compléter à 200 mL avec de l'eau distillée
- Pour préparer 2 L, multiplier les volumes par 10 : 877 mL + 123 mL, compléter à 2L.

6) solution d'idoine (0.05 N) :

Diluer 1ml de solution de stockage à 2ml avec l'eau distillée (Dilution 1/2).

7) solution de Noah (1N) :

- Dissoudre 1g d'hydroxyde de sodium dans une fiole de 25 ml.
- Ajuster le volume à 25ml par l'eau distillée.

8) Solution de NaOH (0.01N) :

Diluer 0.1ml de solution d'hydroxyde de sodium (1N) avec l'eau distillée à V final=10ml (Dilution 0.1/10 càd 1/100).

9) Solution de phénolphtaléine :

- Dissoudre 0.1g de phénolphtaléine avec 80ml d'éthanol (96%) dans une fiole de 100ml.
- Ajuster le volume à 100 ml par l'eau distillée.

10) solution DNS :

Sol A dans un bécher :

- 20 ml d H2od et 1,6 g de Noah bien dissoudre
- 1g de DNS

a) Sol B

- 60 ml de H20D
- 30 g de traitre double de Na et K

Dans une fiole de 100 ml verser la solution B dans A (Sol A dans la fiole), ajuster à 100 ml.

11) Solution de Phénol 5% :

 Peser exactement **5 g de phénol cristallisé** (C_6H_5OH) à l'aide d'une balance analytique.

 Dissoudre doucement le phénol dans environ **70 mL** d'eau distillée sous agitation (dans une hotte si possible, car les vapeurs de phénol sont toxiques).

 Transvaser la solution dans une fiole jaugée de **100 mL**.

 Compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.

 Homogénéiser bien la solution

Annexe 02

1/ Dosage des sucres totaux par la méthode de Dubois :

1. A partir d'une solution mère de glucose de 1 g/l, préparer une gamme d'étalonnage allant de 0.01 g/l à 0.4 g/l,
2. Prélever 0,5 ml de chaque solution étalon et le mettre dans un tube à essai,
3. Ajouter 0,5 ml de phénol (5%) et 2,5 ml d'acide sulfurique pure,
4. Placer le tube à essai dans un bain-marie à 100°C pendant 5 minutes.
5. Refroidir rapidement le tube sous un jet d'eau froide.
6. Laisser le tube à l'obscurité pendant 30 minutes à température ambiante.
7. Mesurer l'absorbance du mélange à une longueur d'onde de 490 nm contre le blanc eau distillée. La courbe d'étalonnage (DO en fonction de la concentration en sucre) est représentée sur la **figure III.67**
8. Les surnageants des prélèvements sont dilués puis dosés en suivant le même protocole que celui de la courbe d'étalonnage.
9. Utiliser la courbe d'étalonnage pour calculer la concentration des prélèvements en sucres, en tenant compte du facteur de dilution.

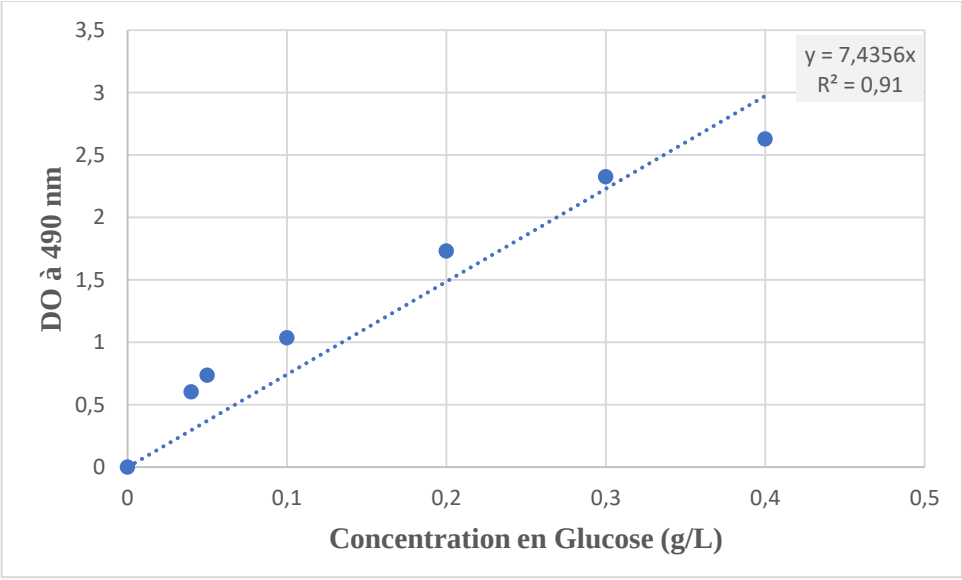


Figure III.67: Courbe d'étalonnage destinée au dosage des sucres totaux par la méthode de Dubois.

2/ Dosage des sucres réducteurs par la méthode de DNS :

Principe : Le DNS (acide 3,5-dinitrosalicylique) réagit avec les sucres réducteurs pour former un composé coloré (rouge orangé), dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en sucre, mesurée à 540 nm par spectrophotomètre.

Protocole :

Préparation de la gamme étalon :

- Préparer des tubes avec 0,1 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1,0 g/L de solution standard de glucose.

- Ajouter 1 ml de chaque solution dans un tube.

Ajout de DNS :

-Ajouter 1 ml de réactif DNS dans chaque tube.

Chauffage :

-Chauffer les tubes dans un bain-marie bouillant pendant **5 minutes**.

- Boucher les tubes pour éviter l'évaporation.

Refroidissement :

-Refroidir les tubes dans de l'eau à 4 °C pendant **5 minutes**.

Ajout d'eau distillée :

-Compléter avec **8 mL d'eau distillée** dans chaque tube.

Lecture de la densité optique :

-Mesurer la DO à **540 nm** contre un blanc (DNS + H_2O) pour l'auto-zéro.

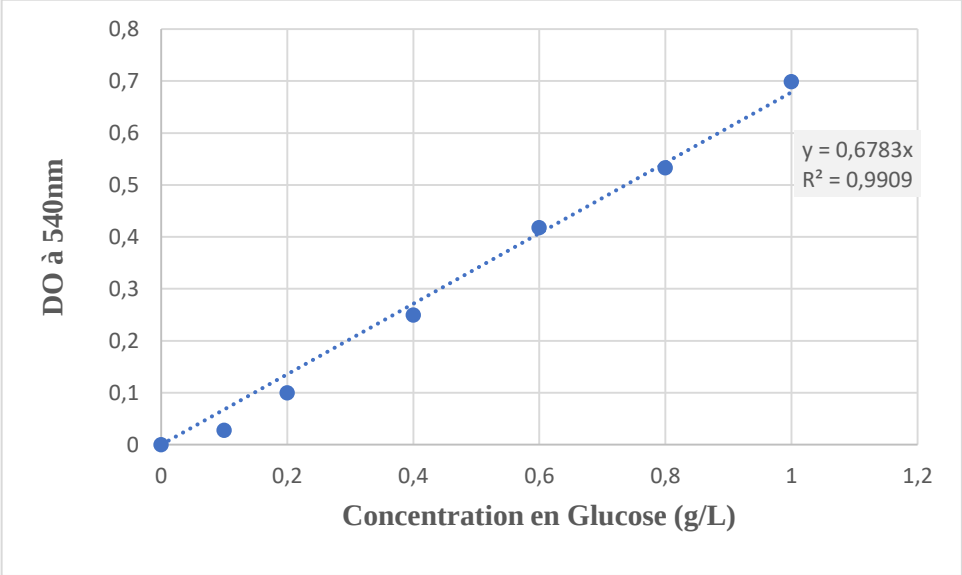


Figure III.68: Courbe d'étalonnage destinée au dosage des sucres réducteurs par la méthode de DNS.

3/ Dosage du Glucose :

Préparer une solution mère de 10g/l de glucose.

- Faire une gamme des dilutions allant de 1 à 5g/l à partir de la solution mère.

- Faire un dosage de 1 ml de réactif « QCA » +10 µl de chaque dilution.
- Mesurer l'absorbance à 505nm après une incubation à l'abri de la lumière pendant 25min à température ambiante ou 10min à 37 °C.

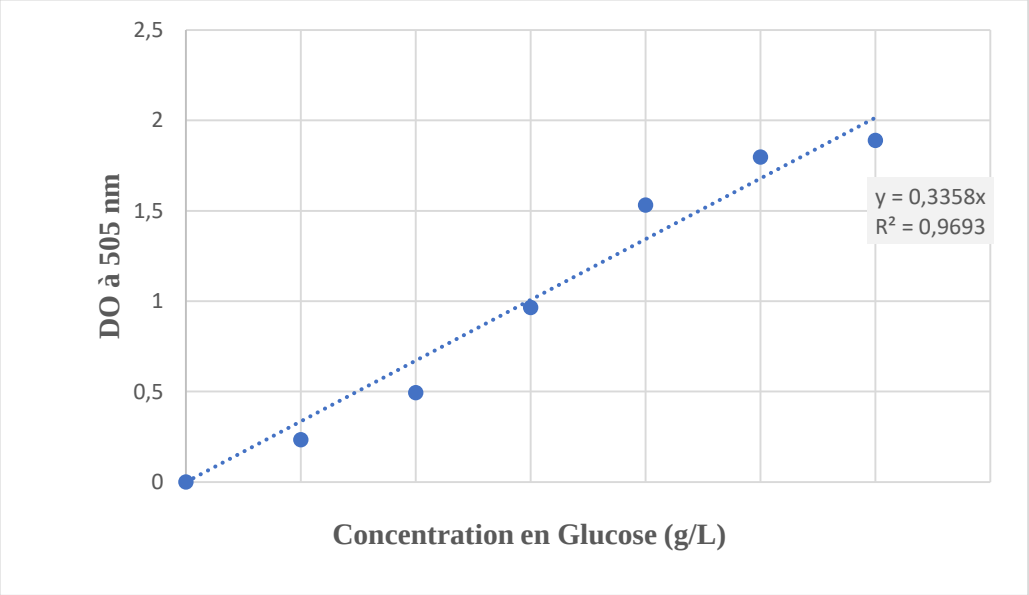


Figure III.69 : Courbe d'étalonnage destinée au dosage de glucose par spectrophotométrie.

4/ Dosage de l'amidon :

Préparer une solution d'amidon mère de 10g /l.

- Faire une gamme de dilutions allant de 0.2 à2 g/l en utilisant du HCl (0.1N).
- Faire un Dosage de 1ml de mélange avec 2.4ml d'iodine (0.001N).
- Mesurer l'absorbance à 620nm après une incubation à l'abri de lumière pendant 15 min.

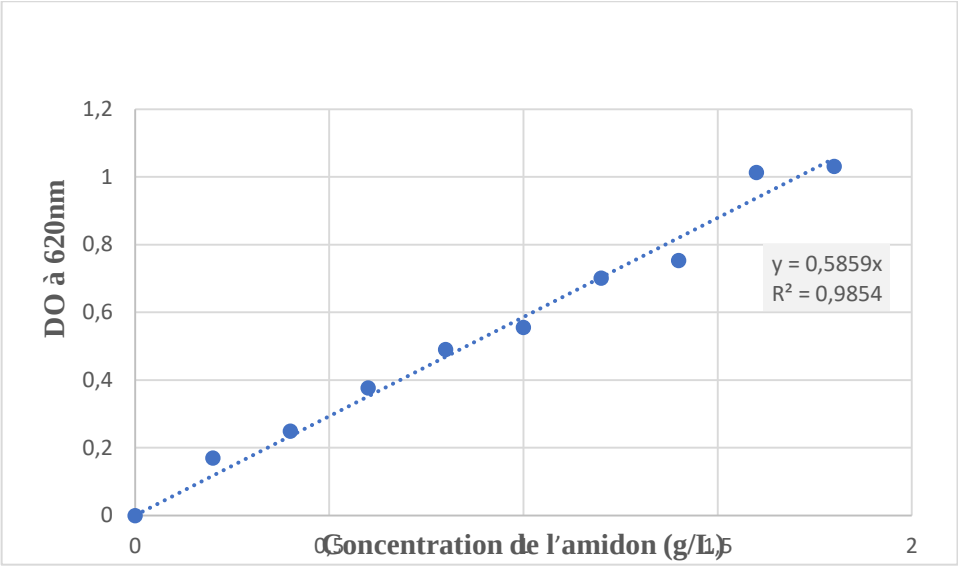


Figure III.70: Courbe d'étalonnage destinée au dosage de l'amidon par spectrophotométrie.

5/ Dosage de l'éthanol :

- A partir d'un éthanol pur, préparer des solutions d'éthanol de titres massiques allant de 10% à 70% (w/w, g/100g) càd de 0,1 g/g à 0,7g/g.
- Mesurer l'indice de réfraction de chaque solution en utilisant un refractomètre.
- Tracez la courbe IR en fonction du titre massique.

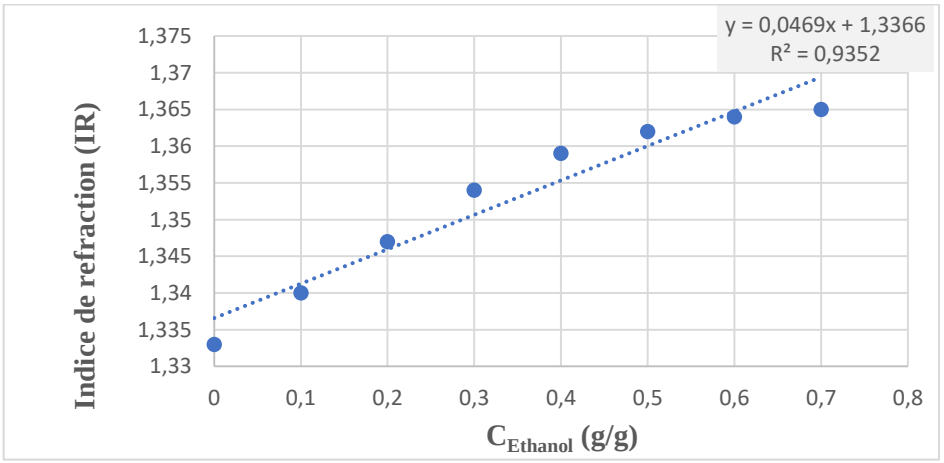


Figure III.71: Courbe d'étalonnage destinée au dosage de l'éthanol par mesure de l'indice de réfraction.

6/ Tables de conversion densité- concentration en sucres totaux pour les Jus de raisin :

Table 1: https://laffort.com/wp-content/uploads/Table_Convertisseur_v2.pdf

Table de correspondance* des différentes échelles de mesure de la concentration en sucres des moûts

°Bx		°Oe	°B		Titre Alcoométrique Potentiel en fonction du rendement en alcool (sucres pour 1% vol.d'alcool)		
Degré Brix	Densité	Degré Oechslé	Degré Baumé	Sucres (g/L)	16,83 g/L	17 g/L	18 g/L
32,0	1,1389	138,9	17,596	334,5	19,88	19,68	18,58
31,8	1,1379	137,9	17,488	332,1	19,73	19,54	18,45
31,6	1,1369	136,9	17,380	329,6	19,58	19,39	18,31
31,4	1,1359	135,9	17,271	327,2	19,44	19,25	18,18
31,2	1,1350	135,0	17,163	324,7	19,29	19,10	18,04
31,0	1,1340	134,0	17,054	322,3	19,15	18,96	17,91
30,8	1,1330	133,0	16,946	319,8	19,00	18,81	17,77
30,6	1,1321	132,1	16,837	317,4	18,86	18,67	17,63
30,4	1,1311	131,1	16,729	315,0	18,72	18,53	17,50
30,2	1,1302	130,2	16,620	312,6	18,57	18,39	17,37
30,0	1,1292	129,2	16,512	310,1	18,43	18,24	17,23
29,8	1,1282	128,2	16,403	307,1	18,25	18,06	17,06
29,6	1,1273	127,3	16,295	304,7	18,10	17,92	16,93
29,4	1,1263	126,3	16,186	302,3	17,96	17,78	16,79
29,2	1,1254	125,4	16,077	299,9	17,82	17,64	16,66
29,0	1,1244	124,4	15,969	297,5	17,68	17,50	16,53
28,8	1,1235	123,5	15,860	295,7	17,57	17,39	16,43
28,6	1,1225	122,5	15,751	293,5	17,44	17,26	16,31
28,4	1,1216	121,6	15,643	292,7	17,39	17,22	16,26
28,2	1,1206	120,6	15,534	289,7	17,21	17,04	16,09
28,0	1,1197	119,7	15,425	287,3	17,07	16,90	15,96
27,8	1,1187	118,7	15,316	284,9	16,93	16,76	15,83
27,6	1,1178	117,8	15,208	282,5	16,79	16,62	15,69
27,4	1,1168	116,8	15,099	280,1	16,64	16,48	15,56
27,2	1,1159	115,9	14,990	277,8	16,51	16,34	15,43
27,0	1,1150	115,0	14,881	274,8	16,33	16,16	15,27
26,8	1,1140	114,0	14,772	272,4	16,19	16,02	15,13
26,6	1,1131	113,1	14,663	271,2	16,11	15,95	15,07
26,4	1,1122	112,2	14,554	267,7	15,91	15,75	14,87
26,2	1,1112	111,2	14,445	265,3	15,76	15,61	14,74
26,0	1,1103	110,3	14,337	263,0	15,63	15,47	14,61
25,8	1,1094	109,4	14,228	260,0	15,45	15,29	14,44
25,6	1,1084	108,4	14,119	258,8	15,38	15,22	14,38
25,4	1,1075	107,5	14,010	256,5	15,24	15,09	14,25
25,2	1,1066	106,6	13,901	255,3	15,17	15,02	14,18
25,0	1,1057	105,7	13,791	253,0	15,03	14,88	14,06
24,8	1,1047	104,7	13,682	250,1	14,86	14,71	13,89
24,6	1,1038	103,8	13,573	247,7	14,72	14,57	13,76
24,4	1,1029	102,9	13,464	244,8	14,55	14,40	13,60
24,2	1,1020	102,0	13,355	242,5	14,41	14,26	13,47

** Ces concentrations sont approximatives dues à la composition des moûts. Valeurs pour une mesure à 20°C.*

°Bx		°Oe	°B		Titre Alcoométrique Potentiel en fonction du rendement en alcool (sucres pour 1% vol.d'alcool)		
Brix	Densité	Degré Oechslé	Baumé	Sucres (g/L)	16,83 g/L	17 g/L	18g/L
24,0	1,1011	101,1	13,246	240,1	14,27	14,12	13,34
23,8	1,1001	100,1	13,137	237,8	14,13	13,99	13,21
23,6	1,0992	99,2	13,028	235,5	13,99	13,85	13,08
23,4	1,0983	98,3	12,918	232,6	13,82	13,68	12,92
23,2	1,0974	97,4	12,809	230,3	13,68	13,54	12,79
23,0	1,0965	96,5	12,700	228,5	13,58	13,44	12,69
22,8	1,0956	95,6	12,591	226,2	13,44	13,31	12,57
22,6	1,0947	94,7	12,481	225,1	13,37	13,24	12,51
22,4	1,0938	93,8	12,372	222,8	13,24	13,11	12,38
22,2	1,0929	92,9	12,263	220,5	13,10	12,97	12,25
22,0	1,0920	92,0	12,153	217,6	12,93	12,80	12,09
21,8	1,0911	91,1	12,044	215,3	12,79	12,66	11,96
21,6	1,0901	90,1	11,935	212,4	12,62	12,49	11,80
21,4	1,0892	89,2	11,825	210,1	12,48	12,36	11,67
21,2	1,0884	88,4	11,716	207,8	12,35	12,22	11,54
21,0	1,0875	87,5	11,606	206,7	12,28	12,16	11,48
20,8	1,0866	86,6	11,497	202,7	12,04	11,92	11,26
20,6	1,0857	85,7	11,387	202,1	12,01	11,89	11,23
20,4	1,0848	84,8	11,278	199,8	11,87	11,75	11,10
20,2	1,0839	83,9	11,168	197,6	11,74	11,62	10,98
20,0	1,0830	83,0	11,059	195,3	11,60	11,49	10,85
19,8	1,0821	82,1	10,949	191,9	11,40	11,29	10,66
19,6	1,0812	81,2	10,839	190,2	11,30	11,19	10,57
19,4	1,0803	80,3	10,730	187,4	11,13	11,02	10,41
19,2	1,0794	79,4	10,620	186,2	11,06	10,95	10,34
19,0	1,0785	78,5	10,511	183,5	10,90	10,79	10,19
18,8	1,0777	77,7	10,401	182,3	10,83	10,72	10,13
18,6	1,0768	76,8	10,291	180,1	10,70	10,59	10,00
18,4	1,0759	75,9	10,181	177,2	10,53	10,42	9,84
18,2	1,0750	75,0	10,072	175,0	10,40	10,29	9,72
18,0	1,0741	74,1	9,962	172,2	10,23	10,13	9,56
17,8	1,0733	73,3	9,852	169,4	10,07	9,96	9,41
17,6	1,0724	72,4	9,742	168,3	10,00	9,90	9,35
17,4	1,0715	71,5	9,633	166,0	9,86	9,76	9,22
17,2	1,0706	70,6	9,523	164,9	9,80	9,70	9,16
17,0	1,0698	69,8	9,413	162,2	9,63	9,54	9,01
16,8	1,0689	68,9	9,303	159,3	9,47	9,37	8,85
16,6	1,0680	68,0	9,193	157,1	9,33	9,24	8,73
16,4	1,0672	67,2	9,083	154,4	9,17	9,08	8,58
16,2	1,0663	66,3	8,973	151,6	9,01	8,92	8,42
16,0	1,0654	65,4	8,863	150,5	8,94	8,85	8,36
15,8	1,0646	64,6	8,753	148,2	8,81	8,72	8,23

** Ces concentrations sont approximatives dues à la composition des moûts. Valeurs pour une mesure à 20°C.*

°Bx		°Oe	°B		Titre Alcoométrique Potentiel en fonction du rendement en alcool (sucres pour 1% vol.d'alcool)		
Brix	Densité	Degré Oechslé	Baumé	Sucres (g/L)	16,83 g/L	17 g/L	18 g/L
15,6	1,0637	63,7	8,643	147,1	8,74	8,65	8,17
15,4	1,0628	62,8	8,533	144,4	8,58	8,49	8,02
15,2	1,0620	62,0	8,423	141,6	8,41	8,33	7,87
15,0	1,0611	61,1	8,313	138,9	8,25	8,17	7,71
14,8	1,0603	60,3	8,203	137,2	8,15	8,07	7,62
14,6	1,0594	59,4	8,093	135,0	8,02	7,94	7,50
14,4	1,0586	58,6	7,983	132,8	7,89	7,81	7,38
14,2	1,0577	57,7	7,873	131,2	7,79	7,71	7,29
14,0	1,0568	56,8	7,763	129,0	7,66	7,59	7,17
13,8	1,0560	56,0	7,652	126,3	7,50	7,43	7,02
13,6	1,0551	55,1	7,542	123,6	7,34	7,27	6,86
13,4	1,0543	54,3	7,432	121,9	7,24	7,17	6,77
13,2	1,0534	53,4	7,322	119,2	7,08	7,01	6,62
13,0	1,0526	52,6	7,211	117,6	6,99	6,92	6,53
12,8	1,0518	51,8	7,101	116,0	6,89	6,82	6,44
12,6	1,0509	50,9	6,991	113,2	6,73	6,66	6,29
12,4	1,0501	50,1	6,880	111,0	6,60	6,53	6,17
12,2	1,0492	49,2	6,770	108,4	6,44	6,38	6,02
12,0	1,0484	48,4	6,660	106,8	6,35	6,28	5,93
11,8	1,0475	47,5	6,549	104,1	6,18	6,12	5,78
11,6	1,0467	46,7	6,439	103,3	6,14	6,08	5,74
11,4	1,0459	45,9	6,329	100,3	5,96	5,90	5,57
11,2	1,0450	45,0	6,218	98,1	5,83	5,77	5,45
11,0	1,0442	44,2	6,108	95,0	5,64	5,59	5,28
10,8	1,0434	43,4	5,997	93,4	5,55	5,49	5,19
10,6	1,0425	42,5	5,887	91,3	5,42	5,37	5,07
10,4	1,0417	41,7	5,776	89,6	5,32	5,27	4,98
10,2	1,0409	40,9	5,666	87,8	5,22	5,16	4,88
10,0	1,0400	40,0	5,555	84,9	5,04	4,99	4,71
9,8	1,0392	39,2	5,444	82,2	4,88	4,84	4,57
9,6	1,0384	38,4	5,334				
9,4	1,0376	37,6	5,223				
9,2	1,0367	36,7	5,112				
9,0	1,0359	35,9	5,002				
8,8	1,0351	35,1	4,891				
8,6	1,0343	34,3	4,780				
8,4	1,0334	33,4	4,670				
8,2	1,0326	32,6	4,559				
8,0	1,0318	31,8	4,448				
7,8	1,0310	31,0	4,337				
7,6	1,0302	30,2	4,226				
7,4	1,0294	29,4	4,116				

*Ces concentrations sont approximatives dues à la composition des moûts. Valeurs pour une mesure à 20°C

°Bx		°Oe	°B		Titre Alcoométrique Potentiel en fonction du rendement en alcool (sucres pour 1% vol.d'alcool)		
Brix	Densité	Degré Oeschlé	Baumé	Sucres (g/L)	16,83 g/L	17 g/L	18 g/L
7,2	1,0285	28,5	4,005				
7,0	1,0277	27,7	3,894				
6,8	1,0269	26,9	3,783				
6,6	1,0261	26,1	3,672				
6,4	1,0253	25,3	3,561				
6,2	1,0245	24,5	3,450				
6,0	1,0237	23,7	3,339				
5,8	1,0229	22,9	3,228				
5,6	1,0221	22,1	3,117				
5,4	1,0213	21,3	3,006				
5,2	1,0205	20,5	2,895				
5,0	1,0197	19,7	2,784				
4,8	1,0189	18,9	2,673				
4,6	1,0181	18,1	2,562				
4,4	1,0173	17,3	2,451				
4,2	1,0165	16,5	2,339				
4,0	1,0157	15,7	2,228				
3,8	1,0149	14,9	2,117				
3,6	1,0141	14,1	2,006				
3,4	1,0133	13,3	1,894				
3,2	1,0125	12,5	1,783				
3,0	1,0117	11,7	1,672				
2,8	1,0109	10,9	1,561				
2,6	1,0101	10,1	1,449				
2,4	1,0094	9,4	1,338				
2,2	1,0086	8,6	1,227				
2,0	1,0078	7,8	1,115				
1,8	1,0070	7,0	1,004				
1,6	1,0062	6,2	0,892				
1,4	1,0054	5,4	0,781				
1,2	1,0047	4,7	0,669				
1,0	1,0039	3,9	0,558				
0,8	1,0031	3,1	0,446				
0,6	1,0023	2,3	0,335				
0,4	1,0015	1,5	0,223				
0,2	1,0008	0,8	0,112				
0,0	1,0000	0,0	0,000				

** Ces concentrations sont approximatives dues à la composition des moûts. Valeurs pour une mesure à 20°C.*

LAFFORT
l'œnologie par nature

Sources:
Brix Traité d'œnologie Tome 1, Ed 7, p374. **Densité** OIV Recueil des meth. Internationales d'analyse des vins et des moûts Ed. 2018. **Degré Oeschlé** Traité d'œnologie Tome 1, Ed 7, p374. **Baumé** Traité d'œnologie Tome 1, Ed 7, p374. **Sucres (g/L)** OIV Recueil des meth. Internationales d'analyse des vins et des moûts Ed. 2018.

CS 61 611 – 33072 BORDEAUX CEDEX – Tél.: +33 (0)5 56 86 53 04 – www.laffort.com

Table 2 :

https://soussac.oenocentres.com/files/2015/06/Table-Degr%C3%A9-probable.pdf

œnocentres

DEGRE PROBABLE EN FONCTION DE LA DENSITE A 20°C

Les degrés probables notés sur les Rapports d'analyse du laboratoire sont calculés à 16.83 - Table 1

Densité à 20°C	Sucre g/l	Rosé et Blanc 16,5	16,83	Rouge 17	Réfracto 17,5	Densité à 20°C	Sucre g/l	Rosé et Blanc 16,5	16,83	Rouge 17	Réfracto 17,5
1046	102,0	6,2	**6,1**	**6,0**	**5,8**	**1084**	197,0	11,9	**11,7**	**11,6**	**11,3**
1047	104,5	6,3	**6,2**	**6,1**	**6,0**	**1085**	199,5	12,1	**11,9**	**11,7**	**11,4**
1048	107,0	6,5	**6,4**	**6,3**	**6,1**	**1086**	202,0	12,2	**12,0**	**11,9**	**11,5**
1049	109,5	6,6	**6,5**	**6,4**	**6,3**	**1087**	204,5	12,4	**12,2**	**12,0**	**11,7**
1050	112,0	6,8	**6,7**	**6,6**	**6,4**	**1088**	207,0	12,5	**12,3**	**12,2**	**11,8**
1051	114,5	6,9	**6,8**	**6,7**	**6,5**	**1089**	209,5	12,7	**12,4**	**12,3**	**12,0**
1052	117,0	7,1	**7,0**	**6,9**	**6,7**	**1090**	212,0	12,8	**12,6**	**12,5**	**12,1**
1053	119,5	7,2	**7,1**	**7,0**	**6,8**	**1091**	214,5	13,0	**12,7**	**12,6**	**12,3**
1054	122,0	7,4	**7,2**	**7,2**	**7,0**	**1092**	217,0	13,2	**12,9**	**12,8**	**12,4**
1055	124,5	7,5	**7,4**	**7,3**	**7,1**	**1093**	219,5	13,3	**13,0**	**12,9**	**12,5**
1056	127,0	7,7	**7,5**	**7,5**	**7,3**	**1094**	222,0	13,5	**13,2**	**13,1**	**12,7**
1057	129,5	7,8	**7,7**	**7,6**	**7,4**	**1095**	224,5	13,6	**13,3**	**13,2**	**12,8**
1058	132,0	8,0	**7,8**	**7,8**	**7,5**	**1096**	227,0	13,8	**13,5**	**13,4**	**13,0**
1059	134,5	8,2	**8,0**	**7,9**	**7,7**	**1097**	229,5	13,9	**13,6**	**13,5**	**13,1**
1060	137,0	8,3	**8,1**	**8,1**	**7,8**	**1098**	232,0	14,1	**13,8**	**13,6**	**13,3**
1061	139,5	8,5	**8,3**	**8,2**	**8,0**	**1099**	234,5	14,2	**13,9**	**13,8**	**13,4**
1062	142,0	8,6	**8,4**	**8,4**	**8,1**	**1100**	237,0	14,4	**14,1**	**13,9**	**13,5**
1063	144,5	8,8	**8,6**	**8,5**	**8,3**	**1101**	239,5	14,5	**14,2**	**14,1**	**13,7**
1064	147,0	8,9	**8,7**	**8,6**	**8,4**	**1102**	242,0	14,7	**14,4**	**14,2**	**13,8**
1065	149,5	9,1	**8,9**	**8,8**	**8,5**	**1103**	244,5	14,8	**14,5**	**14,4**	**14,0**
1066	152,0	9,2	**9,0**	**8,9**	**8,7**	**1104**	247,0	15,0	**14,7**	**14,5**	**14,1**
1067	154,5	9,4	**9,2**	**9,1**	**8,8**	**1105**	249,5	15,1	**14,8**	**14,7**	**14,3**
1068	157,0	9,5	**9,3**	**9,2**	**9,0**	**1106**	252,0	15,3	**15,0**	**14,8**	**14,4**
1069	159,5	9,7	**9,5**	**9,4**	**9,1**	**1107**	254,5	15,4	**15,1**	**15,0**	**14,5**
1070	162,0	9,8	**9,6**	**9,5**	**9,3**	**1108**	257,0	15,6	**15,3**	**15,1**	**14,7**
1071	164,5	10,0	**9,8**	**9,7**	**9,4**	**1109**	259,5	15,7	**15,4**	**15,3**	**14,8**
1072	167,0	10,1	**9,9**	**9,8**	**9,5**	**1110**	262,0	15,9	**15,6**	**15,4**	**15,0**
1073	169,5	10,3	**10,1**	**10,0**	**9,7**	**1111**	264,5	16,0	**15,7**	**15,6**	**15,1**
1074	172,0	10,4	**10,2**	**10,1**	**9,8**	**1112**	267,0	16,2	**15,9**	**15,7**	**15,3**
1075	174,5	10,6	**10,4**	**10,3**	**10,0**	**1113**	269,5	16,3	**16,0**	**15,9**	**15,4**
1076	177,0	10,7	**10,5**	**10,4**	**10,1**	**1114**	272,0	16,5	**16,2**	**16,0**	**15,5**
1077	179,5	10,9	**10,7**	**10,6**	**10,3**	**1115**	274,5	16,6	**16,3**	**16,1**	**15,7**
1078	182,0	11,0	**10,8**	**10,7**	**10,4**	**1116**	277,0	16,8	**16,5**	**16,3**	**15,8**
1079	184,5	11,2	**11,0**	**10,9**	**10,5**	**1117**	279,5	16,9	**16,6**	**16,4**	**16,0**
1080	187,0	11,3	**11,1**	**11,0**	**10,7**	**1118**	282,0	17,1	**16,8**	**16,6**	**16,1**
1081	189,5	11,5	**11,3**	**11,1**	**10,8**	**1119**	284,5	17,2	**16,9**	**16,7**	**16,3**
1082	192,0	11,6	**11,4**	**11,3**	**11,0**	**1120**	287,0	17,4	**17,1**	**16,9**	**16,4**
1083	194,5	11,8	**11,6**	**11,4**	**11,1**						

Chaque année, la détermination du degré alcoolique probable n'est pas chose aisée.
Il faut savoir que les levures fermentent de 16 à 19g de sucre par litre pour fournir 1° d'alcool et qu'il existe actuellement aucun moyen de prévoir avec certitude le rendement sucre-alcool.
De plus, l'emploi du levurage augmente le rendement en alcool.

Oenocentre soussac. - 11 Le Bourg - 33790 SOUSSAC
www.soussac.oenocentres.com
Tél. 05.56.61.50.30 – e-mail : soussac@oenocentres.com