

## TABLE DE MATIERES

|  |    |
|--|----|
| INTRODUCTION GENERALE  | 1  |
| PREMIERE PARTIE : PARTIE THEORIQUE   | 3  |
| RAPPELS SUR LES OLEAGINEUX   | 4  |
| Généralités  | 4  |
| Caractéristiques physico-chimiques des huiles oléagineuses [9]                                     | 5  |
| Caractéristiques physiques   | 5  |
| Caractéristiques chimiques   | 6  |
| 1.2.2.1. <i>Indice de saponification</i>   | 7  |
| 1.2.2.2. <i>Indice d'iode</i>  | 7  |
| 1.2.2.3. <i>Indice d'acide [39]</i>  | 8  |
| Acides gras, cires, gommes, pectines, mucilages [5] [6]  | 8  |
| Acides gras  | 8  |
| Insaponifiables [18]   | 12 |
| Cires, gommes, pectines, mucilages [6]   | 12 |
| 1. TECHNOLOGIES DE TRANSFORMATION  | 13 |
| 1.1. Transformation par pression [12] [25] [32]  | 13 |
| 1.2. Extraction par solvant  | 14 |
| 1.3. Facteurs de variabilité du rendement en huile [26].   | 14 |
| 2. PROCEDE DE RAFFINAGE DES HUILES VEGETALES [22] [23]   | 15 |
| 2.1. Procédé classique   | 15 |
| 2.2. Démucilagination  | 16 |
| 2.3. Neutralisation ou désacidification  | 16 |
| 2.4. Décoloration [21] [22] [23]   | 17 |
| 2.5. Désodorisation [21] [22] [23]   | 18 |
| 2.6. Pertes au raffinage [9] [11] [14]   | 18 |
| 3. PROPRIETES REQUISES POUR L'USAGE DES HUILES OLEAGINEUSES<br>COMME CARBURANT POUR MOTEURS DIESEL | 19 |
| 3.1. Point d'ignition [25]   | 19 |
| 3.2. Indice de cétane (IC) [2] [14]  | 19 |
| 3.3. VISCOSITE [4] [38]  | 20 |
| 3.4. Point d'éclair [36]   | 20 |
| 3.5. Pouvoir Calorifique [9] [36] [37]   | 20 |
| DEUXIEME PARTIE : ETUDES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE <i>JATROPHA</i><br><i>CURCAS</i>                  | 23 |

|        |  |    |
|--------|--|----|
| 1.     | ETUDES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE JATROPHA  | 24 |
| 1.1.   | Historique [20]  | 24 |
| 1.2.   | Etudes de la plante [39]   | 24 |
| 1.2.1. | Description [1] [15] [20]  | 25 |
| 1.2.2. | Différentes dénominations de la plante [14] [15] [19] [20] [30]                                  | 25 |
| 1.2.3. | Distribution géographique dans le monde [1] [3] [15] [16]  | 25 |
| 1.2.4. | Distribution à Madagascar [3] [25]   | 26 |
| 1.3.   | Utilisations de la plante [3] [11] [13] [15] [16] [24] [39]                                      | 26 |
| 1.4.   | Extraction de l'huile  | 27 |
| 1.5.   | Tourteaux [27] [28]  | 27 |
| 1.6.   | Utilisations de l'huile [7] [13] [16] [18] [28] [29]   | 28 |
| 1.6.1. | Utilisations traditionnelles   | 28 |
| 1.6.2. | Utilisations industrielles   | 28 |
| 2.     | ETUDES DE FACTEURS DE VARIABILITE DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE | 30 |
| 2.1.   | A basse température ou à froid [17] [18]   | 30 |
| 2.2.   | A moyenne température [18]   | 30 |
| 2.3.   | Pyrolyse de l'huile de jatropha Curcas [8] [18] [24]   | 31 |
| 3.     | ESSAIS AVEC UNE HUILE DE JATROPHA BRUTE COMME COMBUSTIBLE DANS UN MOTEUR DIESEL                  | 34 |
| 3.1.   | Essais sur un moteur diesel alimenté à l'huile de <i>jatropha curcas</i> [17] [26]               | 34 |
| 3.2.   | Essais avec de l'huile de jatropha seule [16] [26]   | 34 |
| 3.3.   | Commentaires sur les résultats   | 35 |
| 3.4.   | Conclusions partielles   | 36 |
|        | TROISIEME PARTIE : PARTIE EXPERIMENTALE  | 37 |
| 1.     | CARACTERISTIQUES DE L'HUILE DE JATROPHA CURCAS   | 38 |
| 1.1.   | Technique d'extraction de l'huile  | 38 |
| 1.1.1. | Préparation des graines  | 38 |
| 1.1.2. | Extraction de l'huile  | 39 |
| 1.1.3. | Clarification de l'huile   | 40 |
| 1.1.4. | Calcul des rendements  | 41 |
| 1.1.5. | Spécification de l'huile de <i>Jatropha Curcas</i>   | 42 |
| 1.1.6. | Détermination des acides gras  | 44 |
| 2.     | OPERATIONS DE RAFFINAGE DE L'HUILE DE JATROPHA   | 47 |
| 2.1.   | ETUDES EXPERIMENTALES  | 47 |
| 2.1.1. | Généralités  | 47 |
| 2.2.   | Procédures expérimentales, détails des résultats   | 50 |
| 2.3.   | Influence des divers facteurs sur la QuaLITE de l'huile  | 53 |
| 2.4.   | Raffinage d'huile de jatropha Curcas à l'échelle artisanale                                      | 55 |
| 2.4.1. | Nécessité du raffinage   | 55 |
| 2.4.2. | Enjeux du raffinage  | 55 |

|   |            |
|---|------------|
| 2.4.3. Raffinage à l'échelle d'une unité d'exploitation   | 55         |
| 2.5. Dégommage  | 56         |
| 2.6. Opération de neutralisation  | 56         |
| 2.7. Méthode de neutralisation  | 57         |
| 2.8. Séparation de l'huile et des soapstocks  | 59         |
| 2.9. Mesure du rendement  | 60         |
| 2.10. Le flow sheet   | 61         |
| <b>3. CARACTERISTIQUES SPECIFIQUES DEL'HUILE DE JATROPHA RAFFINEE</b>   | <b>62</b>  |
| 3.1. Propriétés physiques de l'huile de jatropha raffinée   | 62         |
| 3.2. Autres propriétés importantes  | 65         |
| 3.3. Propriétés chimiques   | 66         |
| <b>4. RESULTATS DES TESTS MOTEUR A L'HUILE DE JATROPHA CURCAS RAFFINEE</b>  | <b>72</b>  |
| 4.1. Rappel des objectifs   | 72         |
| 4.2. Aperçu général du moteur d'essais  | 72         |
| 4.3. Démarche à suivre  | 73         |
| 4.4. Démarrage  | 74         |
| 4.5. Interprétation des résultats   | 75         |
| 4.6. Recommandation   | 75         |
| 4.7. Interprétation des résultats de la fumée   | 77         |
| 4.8. Comparaison des consommations avec les trois combustibles  | 77         |
| 4.9. Recommandations générales  | 81         |
| 4.9.1. Modifications sur le moteur  | 81         |
| 4.9.2. Besoin de raffiner l'huile pour faciliter le démarrage à froid   | 82         |
| <b>5. EVALUATION ECONOMIQUE ET ASPECTS ENVIRONNEMENTAUX</b>   | <b>83</b>  |
| 5.1. Evaluation financière de la rentabilité d'une unité de production d'huile de Jatropha de 500 litres par jour | 83         |
| 5.2. Aspects environnementaux   | 97         |
| 5.2.1. Introduction   | 97         |
| 5.2.2. Objectifs  | 98         |
| 5.2.3. Rappel des textes législatifs de base relatifs aux gaz d'échappement                                       | 98         |
| 5.2.4. Impacts négatifs   | 99         |
| 5.2.5. Impacts positifs   | 103        |
| 5.2.6. Mesures d'atténuation des effets néfastes  | 106        |
| <b>CONCLUSIONS GENERALES</b>  | <b>108</b> |
| <b>BIBLIOGRAPHIE</b>  | <b>110</b> |
| <b>ANNEXES</b>  | <b>114</b> |

|   |            |
|---|------------|
| <i>ANNEXE 2 : INDICE DE SAPONIFICATION</i>                              | <i>117</i> |
| <i>ANNEXE 3 : INDICE D'ACIDE</i>  | <i>118</i> |
| <i>ANNEXE 4 : INDICE D'ESTER</i>  | <i>119</i> |
| <i>ANNEXE 5 : DETERMINATION DE LA DENSITE RELATIVE A 20°C</i>           | <i>121</i> |
| <i>ANNEXE 6 : TENEUR EN EAU</i>   | <i>123</i> |
| <i>ANNEXE 7 : DETERMINATION DE LA COMPOSITION EN ACIDE GRAS PAR CPG</i> | <i>124</i> |
| <i>ANNEXE 8 : DETERMINATION DE LA VISCOSITE</i>                         | <i>126</i> |
| <i>ANNEXE 9 : TENEUR EN CENDRE selon la norme NFM07 6 037</i>           | <i>133</i> |
| <i>ANNEXE 10 : POINT D'ECLAIR SELON LA NORME NFT 60 – 118</i>           | <i>134</i> |
| <i>ANNEXE 11 : DETERMINATION DU RESIDU DE CORADSON</i>                  | <i>135</i> |
| <i>ANNEXE 12 : FICHE DE SECURITE POUR LA SOUDE</i>                      | <i>137</i> |

## INDEX DES TABLEAUX

|  |     |
|--|-----|
| Tableau 1 : classement des huiles végétales en fonction de l'indice de réfraction.....                                 | 5   |
| Tableau 2 : Acides gras contenus dans les huiles végétales comestibles .....   | 9   |
| Tableau 3 : Composition en acide gras des diverses huiles végétales .....  | 10  |
| Tableau 4 : Taux d'oxydation relative des acides gras insaturés .....  | 10  |
| Tableau 5 : constantes des produits de l'huile de <i>Jatropha Curcas</i> soumise sous l'action du froid .....          | 30  |
| Tableau 6 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de <i>Jatropha Curcas</i> soumise à moyenne température..... | 31  |
| Tableau 7 : quantité de produits obtenus par la pyrolyse d'une tonne d'huile de <i>Jatropha Curcas</i> .....           | 32  |
| Tableau 8 : Résultats bibliographique des essais.....  | 35  |
| Tableau 9 : Caractéristiques physiques de l'huile de <i>Jatropha curcas</i> .....                                      | 43  |
| Tableau 10 : Caractéristiques chimiques de l'huile brute.....  | 44  |
| Tableau 11 : Composition chimique de l'huile de <i>Jatropha</i> .....  | 45  |
| Tableau 12 : Constituants d'une huile ou d'une graisse .....   | 47  |
| Tableau 13 : Résultats de différents essais de dégomme effectués au laboratoire.....                                   | 49  |
| Tableau 14 : Programme d'essai pour la neutralisation .....  | 50  |
| Tableau 15 : Résultats des différents essais de neutralisation effectués au laboratoire.....                           | 52  |
| Tableau 16 : Viscosité de l'huile brute et raffinée.....   | 63  |
| Tableau 17 Acidité libre et indice d'acide de l'huile raffinée .....   | 67  |
| Tableau 18 : Indice de saponification de l'huile raffinée .....  | 68  |
| Tableau 19 : Composition de l'huile de <i>Jatropha</i> raffinée.....   | 70  |
| Tableau 20 : Propriétés physico-chimiques de l'huile de <i>Jatropha</i> .....  | 71  |
| Tableau 21 : Comparaison des consommations de carburant, charge de 1000W.....  | 78  |
| Tableau 22 : Comparaison des consommations de carburant, charge de 3000W.....  | 79  |
| Tableau 23 : banc d'essai de puissance et de couple moteur .....   | 80  |
| Tableau 24 : Emissions pour les véhicules Diesel .....   | 99  |
| Tableau 25 : Evaluation des impacts .....  | 99  |
| Tableau 26 : Normes OMS sur le bruit.....  | 103 |
| Tableau 27 : Contrôle des gaz d'échappement .....  | 105 |

## INDEX DES FIGURES

|  |    |
|--|----|
| Figure 1 : Indice d'iode des diverses huiles végétales .....                       | 10 |
| Figure 2 : Chromatogramme de l'huile brute .....                                   | 45 |
| Figure 3: Diagramme du bilan des opérations de raffinage.....                      | 60 |
| Figure 4: Diagramme de flow sheet de procédé de production d'huile raffinée .....  | 61 |
| Figure 5: Variation de la viscosité avec la température.....                       | 64 |
| Figure 6 : Chromatogramme de l'huile de <i>jatropha</i> raffinée .....             | 69 |
| Figure 7: Proportion en esters de l'huile brute et raffinée.....                   | 70 |
| Figure 8 : Variation des consommations avec la vitesse, sous charge de 1000W ..... | 78 |
| Figure 9: Variation des consommations avec la vitesse, sous charge de 3 000W ..... | 79 |
| Figure 10 : Courbe de puissance et de couple du moteur .....                       | 81 |
| Figure 11: Modifications sur un moteur diesel.....                                 | 82 |

## INDEX DES PHOTOS

|   |    |
|---|----|
| Photo 1 : La plante de <i>Jatropha Curcas</i> .....                                       | 24 |
| Photo 2 : Graines de <i>Jatropha</i> (jeune graine, graines mûres et graines sèches)..... | 27 |
| Photo 3 : Tourteaux de <i>Jatropha Curcas</i> .....                                       | 27 |
| Photo 4 : Graines sèches non décortiquées.....  | 39 |
| Photo 5 : Vue de la presse mécanique utilisée.....  | 39 |
| Photo 6 : Cuve de collecte de l'huile.....  | 41 |
| Photo 7 : Huile brute.....  | 42 |
| Photo 8: Résultats de dégommeage.....   | 49 |
| Photo 9 : Résultats de neutralisation et soap stock.....                                  | 51 |
| Photo 10 : Huile de <i>Jatropha</i> raffinée.....   | 52 |
| Photo 11: Viscosité GESERCO.....  | 63 |
| Photo 12: Banc d'essai.....   | 72 |

## ACRONYMES

|      |   |
|------|---|
| ESPA | Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo |
| IA   | Indice d'acide                                |
| IC   | Indice de Cétane                              |
| IS   | Indice de saponification                      |
| NC   | Nombre de carbone                             |
| NDL  | Nombre de double liaison                      |
| Leq  | Niveau de bruit équivalent [dB(A)]            |

## INTRODUCTION GENERALE

A la fin du 20<sup>ième</sup> siècle, l'humanité a commencé à être confrontée à un quadruple défi concernant :

- ✓ la protection de l'environnement et la préservation de la santé humaine
- ✓ l'épuisement à plus ou moins long terme des ressources non renouvelables
- ✓ des équilibres régionaux graves se traduisant entre autres par des concentrations urbaines souvent ingérables avec, pour contre partie,
- ✓ une désertification des campagnes.

Jamais dans l'histoire de l'humanité des défis n'avaient été aussi difficiles à relever, à la mesure de progrès techniques exceptionnellement rapides réalisés depuis la première révolution industrielle du 19<sup>ième</sup> siècle. La plupart des scientifiques sont d'accord pour reconnaître que les transformations de la nature, extrêmement préjudiciables à l'Homme, sont liées pour une grande part à l'utilisation de sources d'énergies fossiles (charbons et hydrocarbures)

Depuis plus de deux siècles, le monde s'est mis à consommer de plus en plus massivement d'énergies fossiles non renouvelables (charbon, puis pétrole et gaz naturel) en fonction de leurs coûts de production généralement plus bas que ceux des énergies renouvelables, si l'on ne tient pas compte du coût provoqué par les atteintes à l'environnement. Ainsi, chaque année, le monde consomme plus de 10 millions de tonnes d'énergie fossile dont les rejets principalement du CO<sub>2</sub>, amplifiant ainsi le phénomène naturel d'effet de serre, avec les conséquences y afférentes.

Devant une telle situation, un reversement de la tendance s'impose et il s'avère indispensable d'utiliser toutes les connaissances scientifiques et technologiques pour mettre en œuvre des politiques de développement d'énergie renouvelable plus respectueuses de l'Environnement et permettant une meilleure qualité de vie : l'usage d'huiles végétales en fait partie.

Entre autres, le *Jatropha Curcas* fait partie des plantes oléagineuses qui fournit de l'huile dont l'usage à des fins énergétiques apporte une lueur d'espoir. Elle présente des propriétés moins polluantes de l'atmosphère, moins de soufre, moins de CO<sub>2</sub> et donc de gaz à effet de serre.

L'huile de *Jatropha* est déjà utilisée brute dans des moteurs et a donné des résultats satisfaisants. Mais les constatations suivantes ont été faites

- ✓ démarrage à froid assez difficile (conséquence de la haute viscosité élevée de l'huile à la température ambiante)
- ✓ corrosion à long terme des pièces mécaniques du moteur, des dépôts de calamines.

Cependant sa conversion en biocarburant répond à ces différentes préoccupations.

Le but de ce mémoire est de contribuer à la recherche d'une solution aux différents problèmes en utilisant l'huile brute sans la trans-estérifier. Pour ce faire, nous avons prévu de mener une opération de raffinage qui donne à l'huile des propriétés meilleures en vue de son usage comme carburant.

Ainsi, dans une première partie nous ferons des rappels et généralités sur les huiles végétales, en annonçant les propriétés que doivent avoir les huiles végétales pour qu'elles puissent être utilisées comme carburant.

Nous rappellerons dans une deuxième partie les études antérieures faites sur de l'huile de Jatropha avant d'entamer les études expérimentales proprement dites dans une troisième partie. Dans cette dernière, nous donnerons en détaille les différentes étapes de la recherche en commençant par l'extraction de l'huile, les différentes opérations de raffinage de l'huile, la caractérisation de l'huile (analyses effectuées dans des différents laboratoires et institutions qualifiées) puis des expérimentations sur banc d'essais.

Une étude économique sera aussi faite dans une dernière partie pour évaluer la rentabilité d'une unité de raffinage de l'huile de Jatropha de capacité de 500 l par jour. Nous terminerons en faisant un bref aperçu sur les aspects environnementaux en analysant les avantages et les inconvénients d'une telle unité de production.



**PREMIERE PARTIE : PARTIE  
THEORIQUE**

## RAPPELS SUR LES OLEAGINEUX

### GENERALITES

#### Définition [10]

Les oléagineux sont des plantes dont les graines ou les fruits sont riches en corps gras. Les oléagineux se rencontrent essentiellement dans les régions tropicales.

C'est le cas de l'arachide, du palmier à huile, du cocotier, du ricin ou du sésame, et dans les pays tempérés : olivier, soja, colza, tournesol, noyer, chanvre.

C'est de cette famille que fait partie le *Jatropha Curcas*. Les plantes oléagineuses constituent la principale source de corps gras utilisés pour la cuisine et dans l'industrie alimentaire. La plupart des huiles végétales sont riches en acides gras mono-saturés ou mono-insaturés. Considérées comme bénéfiques pour la santé, elles remplacent avantageusement les graisses animales poly saturées.

Dans de nombreux pays, la culture des oléagineux est un secteur important de l'économie agricole. L'huile est généralement produite par concassage des graines, souvent associé, aujourd'hui, à un traitement chimique (utilisation d'un solvant). Ce broyage est suivi par plusieurs étapes, qui constituent le processus de raffinage. Ces procédés comprennent, en particulier, une désodorisation de l'huile par un traitement à la vapeur, une décoloration du produit et l'élimination des gommages et divers déchets qui y flottent.

Pour certains oléagineux, il s'agit d'une extraction par pressage. Une très bonne huile est obtenue par pressage à froid (huile d'olive vierge). Une seconde pression et une extraction à l'eau fournissent un produit de qualité inférieure.

Les résidus de l'extraction des huiles, appelés tourteaux, riches en protéines, sont une source importante de nourriture pour le bétail et servent des engrais.

Les graisses végétales entrent dans la composition des savons, des lubrifiants et de nombreux produits cosmétiques. Certaines plantes oléagineuses sont exclusivement cultivées pour leur huile, mais d'autres sont également consommées en tant que telles (comme le soja ou les olives). D'autres encore, comme le cotonnier ou le lin, sont également cultivées pour leurs fibres textiles. L'huile de ricin est employée en pharmacie et dans l'industrie du plastique. Enfin, certains dérivés des plantes oléagineuses servent à l'élaboration de combustibles pour les moteurs Diesel (ester méthylique de colza ou comme lubrifiant (huile de colza, de *Jatropha Curcas* par exemple)

## CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES OLEAGINEUSES [9]

La caractérisation des huiles végétales est d'une grande importance puisqu'elle va dicter la condition de leurs utilisations et permet d'apprécier leurs qualités.

### Caractéristiques physiques

#### a) Densité

La masse volumique, c'est-à-dire la masse de l'unité de volume qui reste désignée dans le langage courant par l'appellation de '**densité**', renseignant sur le groupe auquel appartient une huile.

A 15°C, les huiles siccatives ont des densités égales ou supérieures à 0,930. Les huiles non siccatives ont des densités comprises entre 0,913 et 0,920.

Pour déterminer le poids d'un volume connu d'huile, il est indispensable de procéder à la mesure de la densité à l'aide d'un pycnomètre, à une température parfaitement déterminée.

#### b) Poids spécifique

Le poids spécifique est le rapport de la masse d'un volume d'un combustible donné à la température de 15°C à la masse du même volume d'eau pris à 40°C

La teneur en soufre

La teneur en soufre d'un combustible liquide est une caractéristique extrêmement important à considérer. Son abondance entraîne un impact nuisible lors de sa combustion.

#### c) Indice de réfraction

Comme la densité, l'indice de réfraction est une des caractéristiques du groupe auquel appartient le corps gras.

Dans ce tableau, on trouve un résumé de la variation des indices de réfraction, des huiles siccatives, sémi-siccatives et huiles non siccatives à 20°C

**Tableau 1 : classement des huiles végétales en fonction de l'indice de réfraction**

| Nature de l'huile      | Indice de réfraction à 20°C  |
|------------------------|------------------------------|
| Huiles siccatives      | Compris entre 1,480 et 1,523 |
| Huiles semi-siccatives | Compris entre 1,470 et 1,476 |
| Non siccatives         | Compris entre 1,468 et 1,470 |

L'indice de réfraction, lié à l'instauration est influencé par de nombreux autres facteurs : acidité libre, oxydation, polymérisation, existence de fonction secondaire sur les molécules.

#### **d) Point de fusion**

C'est une grandeur si difficile à mesurer, en effet les corps gras n'ont pas de point de fusion, mais un intervalle de fusion plus ou moins étendu.

Cet intervalle dépend en outre du traitement préalable de la graisse : fusion, refroidissement rapide ou lent, avec ou sans agitation..., par conséquent, les résultats ne peuvent pas être reproductible; des écarts de près de 10°C ont pu être observés sur un même échantillon entre divers opérations.

#### **e) Point de solidification**

C'est un point auquel le combustible cesse de d'écouler. Pour pouvoir injecter ce produit dans un moteur Diesel, la matière grasse doit subir d'un traitement thermique approprié.

#### **f) Pouvoir calorifique**

Le pouvoir calorifique d'un liquide est la quantité de chaleur dégagée par la combustion complète d'un kilogramme de ce combustible pris à la température T et la pression P, où l'eau se retrouve à l'état de vapeur. Il est relativement élevé pour les matières grasses d'où l'utilisation des corps gras comme combustible.

#### **g) Point d'éclair**

Le point d'éclair correspond à la température minimale au-delà de laquelle se produit une inflammation.

#### **h) Indice de cétane**

Il définit l'aptitude à l'inflammation d'un combustible dans la chambre de combustion. Un indice de cétane élevé entraîne un démarrage à froid facile, un fonctionnement silencieux, un couple régulier. L'échelle de celui-ci est encadrée par les deux combustibles de références comme suit :

- Le cétane ou n-hexadécane normal ( $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{CH}_3$ , indice 100
- Le méthylnaphtalène, indice 0.

### **Caractéristiques chimiques**

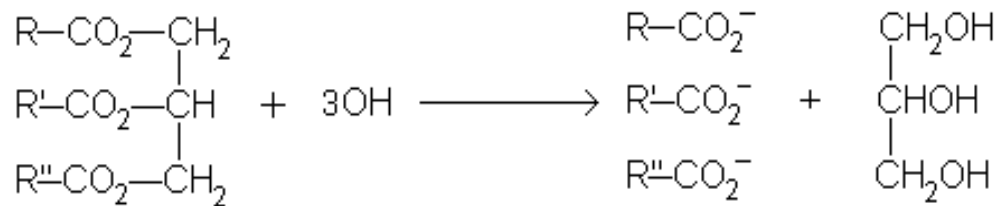
Afin de juger la valeur utilitaire des plantes oléagineuses, il convient de déterminer les constantes chimiques de leurs huiles, car elles exercent une influence pour une éventuelle utilisation.

Ces constantes portent conventionnellement le nom d'Indice et dépendent de la nature du corps gras. Ces indices sont :

- Indice de saponification
- Indice d'acide et acidité
- Indice d'iode

### 1.2.2.1. Indice de saponification

Les bases fortes réagissent sur les esters du glycérol selon la réaction suivante.



L'indice de saponification est la quantité de potasse exprimée en milligramme nécessaire pour saponifier 1 g de corps gras.

La réaction de saponification est lente et incomplète. Pour l'accélérer et le rendre aussi complète que possible, il faut :

- 1° opérer en phase homogène
- 2° opérer à température élevée, en présence d'un excès de base.

Les solvants organiques habituellement retenus pour ces essais sont les alcools : méthylique, éthylique, propylique et butylique; la réaction est complète et d'autant plus rapide que le point d'ébullition est plus élevé. Simple en apparence, la réaction de saponification est en réalité une réaction complexe se produisant vraisemblablement en deux temps :

- 1° Transformation des glycérides en esters éthylique,
- 2° Saponification des esters formés.

Ces deux réactions peuvent être accompagnées de réaction secondaire.

### 1.2.2.2. Indice d'iode

Les liaisons éthyléniques, en particulier celles des acides gras, fixent les halogènes. Cette réaction d'addition peut être utilisée pour déterminer quantitativement l'insaturation globale des chaînes grasses.

Bien que l'iode se fixe trop difficilement pour être utilisé dans la pratique de la détermination, l'habitude est prise d'exprimer l'insaturation par la quantité d'iode que peut fixer le corps gras étudié.

Cette définition n'est pas harmonisée avec celle des autres indices; l'unité choisie pour l'indice d'iode est dix fois plus grande que celle retenue pour les autres.

### 1.2.2.3. Indice d'acide [39 ]

Les corps gras, en s'hydrolysant naturellement donnent naissance à des acides gras libres et à du glycérol. Dans la plupart des corps gras, le glycérol est rapidement détruit au cours du stockage et à l'exception de certaines huiles de palme, les corps gras bruts ne contiennent plus de glycérol libre. La mesure de l'acidité libre d'un corps gras est un des meilleurs moyens de déterminer son altération par hydrolyse.

La teneur en acide gras libres d'une matière grasse s'exprime de deux façons : **l'acidité** et **l'indice d'acide**.

#### A) ACIDITE

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre exprimé conventionnellement selon la nature du corps gras, en "**acide oléique**" de poids moléculaire **282**, "**palmitique**" de poids moléculaire **256** ou "**laurique**" de poids moléculaire **200**.

L'acidité oléique est utilisé pour tous les corps gras sauf l'huile de palme dont l'acidité est exprimée en acide palmitique et les graisses lauriques (coprah et palmiste) dont l'acidité est exprimée en acide laurique.

Une acidité élevée révèle un signe d'altération des corps gras (hydrolyse). L'acidité et l'indice d'acide ont été déterminés expérimentalement par la méthode A.O.C.S en Annexe 3.

#### B) INDICE D'ACIDE

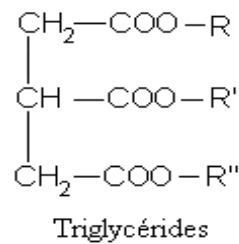
L'indice d'acide est le nombre de milligramme de potasse nécessaire pour neutraliser l'acidité de 1g de corps gras. Ces deux grandeurs sont déterminées expérimentalement de la même façon et seul le mode d'expression est différent.

## ACIDES GRAS, CIRES, GOMMES, PECTINES, MUCILAGES [5] [6]

### Acides gras

On réserve en général cette dénomination aux acides que l'on rencontre principalement dans les graisses et les huiles végétales sous forme de *glycérides* que l'on obtient par saponification de ces derniers.

Au point de vue chimique, un triglycéride correspond à la formule :



Dans laquelle R, R', R'' sont des chaînes carbonées.

Les acides gras peuvent être saturés ou éthyléniques.

Dans les huiles et matières grasses végétales, on rencontre essentiellement l'acide laurique, l'acide myristique, l'acide palmitique, l'acide oléique, l'acide linoléique, et l'acide linoléique. Leurs proportions relatives varient d'une huile à une autre.

Le tableau suivant montre la structure des acides gras les plus fréquents dans les huiles végétales [2]. Chaque carbone de la chaîne carbonée peut avoir deux atomes d'hydrogène. L'acide gras est saturé si tous les atomes d'hydrogène sont en place. Si deux carbones adjacents manquent d'atomes d'hydrogène, un point d'insaturation est créé. S'il y a plus d'une double liaison dans la chaîne, l'acide gras est polyinsaturé.

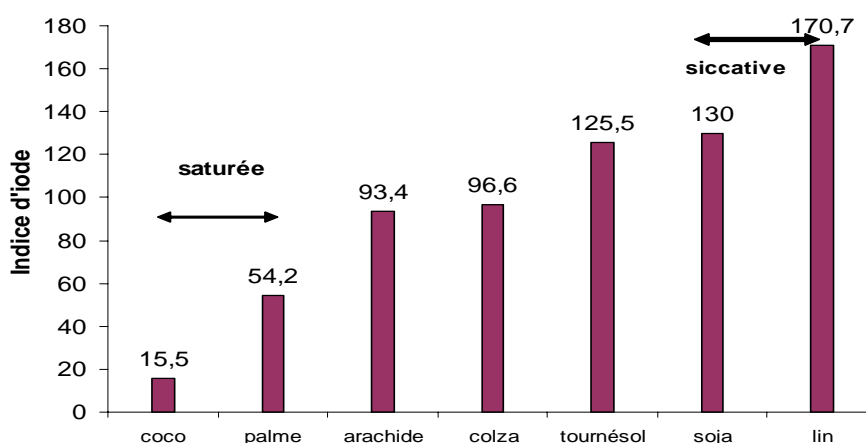
**Tableau 2 : Acides gras contenus dans les huiles végétales comestibles**

| Désignation de l'acide gras | Nombre d'atomes de carbone | Formule  | Classe       |
|-----------------------------|----------------------------|--|--------------|
| Palmitique                  | C16                        | $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{14} - \text{COOH}$   | Saturé       |
| Stéarique                   | C18                        | $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{16} - \text{COOH}$   | Saturé       |
| Oléique                     | C18 : 1                    | $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_7 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{C}_2\text{OH}$  | Insaturé     |
| Linoléique                  | C18 : 2                    | $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_4 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{CO}_2 \text{H}$                     | polyinsaturé |
| linoléique                  | C18 : 3                    | $\text{C}_2\text{H}_5 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{COOH}$ | Polyinsaturé |

Le tableau suivant illustre que les acides gras saturés et insaturés sont rencontrés à des doses variées dans les diverses huiles végétales [31]. Caractériser une huile végétale par son degré d'insaturation revient à évaluer son indice d'iode qui est le nombre de grammes d'iode réagissant avec 100 g de d'huile; c'est une réaction d'addition de l'iode sur les sites insaturés (doubles liaisons) présents dans les chaînes d'acides gras des huiles [35]]. Plus l'indice d'iode est élevé (figure 1), plus l'huile est insaturée, c'est à dire qu'elle a un nombre de doubles Liaisons élevé [34].

**Tableau 3 : Composition en acide gras des diverses huiles végétales**

| Acide                | Nom systématique           | N. C | N.D. L | Coco    | Palme   | Arachide | Colza    | Soja      |
|----------------------|----------------------------|------|--------|---------|---------|----------|----------|-----------|
| Caprilyque           | octadécanoïque             | 8    | -      | 2 – 6   | -       | -        | -        | -         |
| Caprique             | Décanoïque                 | 10   | -      | 3 – 7   | -       | -        | -        | -         |
| Laurique             | Dodécanoïque               | 12   | -      | 44 – 54 | -       | -        | -        | -         |
| Myristique           | Tétradécanoïque            | 14   | -      | 14 – 19 | 1 – 6   | -        | 0 – 2    | -         |
| Palmitique           | Hexadécanoïque             | 16   | -      | 6 – 10  | 32 – 51 | 6 – 16   | 2 – 5    | 7 – 12    |
| Stéarique            | Octadécanoïque             | 18   | -      | 1 – 4   | 1 – 8   | 1 – 7    | 0 – 2    | 2 – 6     |
| Oléique              | 9-octadécanoïque           | 18   | 1      | 9 – 19  | 34 – 57 | 36 – 72  | 13 – 30  | 19 – 30   |
| Linoléique           | 9,12-Octadiénoïque         | 18   | 2      | 1 – 3   | 5 – 12  | 13 – 45  | 10 – 25  | 48 – 58   |
| Linoléique           | 9,12, 15-octadécathénoïque | 18   | 3      | -       | -       | -        | 5 – 10   | 4 – 10    |
| Erucique             | 13-Docosénoïque            | 22   | 1      | -       | -       | -        | 20 – 50  | -         |
| <b>I.S</b>           |                            |      |        | 243–255 | 196–210 | 185–196  | 168–183  | 188 - 195 |
| <b>Indice d'iode</b> |                            |      |        | 14– 24  | 45 – 58 | 83 - 98  | 94 - 106 | 124– 136  |



**Figure 1 : Indice d'iode des diverses huiles végétales**

Schématiquement, l'huile insaturée est siccative, donc peu résistante à l'oxydation. Le tableau suivant montre que lorsque le degré d'insaturation augmente, le taux d'oxydation d'une huile augmente aussi. Saturée, elle est résistante à l'oxydation, mais est souvent solide à température ambiante (20°C).

**Tableau 4 : Taux d'oxydation relative des acides gras insaturés**

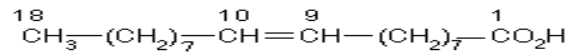
| Acides gras | Nombre de Carbone et Nombre de doubles liaisons | Taux d'oxydation relatif |
|-------------|---|--------------------------|
| Stéarique   | 18 : 0  | 0,6                      |
| Oléique     | 18 : 1  | 6                        |
| Linoléique  | 18 : 2  | 64                       |
| Linoléique  | 18 : 3  | 100                      |



### Nomenclature systématique des acides gras

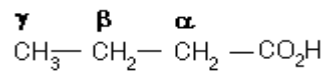
Selon la nomenclature IUPAC, les acides gras sont nommés en utilisant les désignations **oïque** pour le caractère acide et **ane** pour le caractère saturé ou insaturé, les liaisons multiples étant repérées par un numéro portant du groupement carboxyle.

**Exemple** : l'acide oléique



#### **Acide octadécène – 9 oïque.**

D'après une autre nomenclature, la chaîne carbonée de l'acide carboxylique est spécifiée successivement par une lettre de l'alphabet grec, en commençant par le carbone adjacent au carbone carboxylique.



#### **Acide butanoïque**

En fin, les biochimistes ont quelquefois recours à une autre nomenclature partant de l'extrémité de la chaîne carbonée. La position des liaisons multiples s'apparente au CH<sub>3</sub> ou carbone de l'acide gras, plutôt qu'au carbone du groupement carboxylique.

**Exemple** : prenons toujours l'acide oléique

La nomenclature biochimique est : **18 : 1 Δ 9**

Où **18** : est le nombre de carbone dans la chaîne

**1** : est le nombre d'insaturation

**Δ 9** : indique la position de nombre d'insaturation dans la chaîne

**:** indique qu'on est en présence de composés éthylénique

On trouve aussi cette nomenclature en chimie

Exemple : toujours de l'acide oléique

Cette nomenclature est : **18 : 1w 9**

Où **18** : est le nombre de carbone dans la chaîne

**1** : est le nombre d'insaturation

**w 9** : indique la position de nombre d'insaturation dans la chaîne

**:** indique qu'on est en présence de composés éthylénique

La double liaison se fixe sur le 9<sup>ème</sup> carbone à partir du CH<sub>3</sub> et non COOH

Le symbolise utilisé est: C<sub>n</sub> : X

Où n est le nombre d'atomes de carbone

X est d'atomes de doubles liaisons

Pour  $X = 0$ , on a le cas des Acides gras saturé.

**Exemple** : l'acide palmitique  $C_{16} : 0$ .

### Insaponifiables [18]

L'insaponifiable des composés, constitutifs ou non, des matières grasses naturelles ne réagissant pas avec la soude ou la potasse pour donner des savons. Il est soluble dans les solvants classiques de corps gras.

L'insaponifiable comprend les substances insaponifiables naturelles des matières grasses (stérols, hydrocarbures non volatiles à  $100^{\circ}\text{C}$ , etc.) ainsi que les substances organiques non volatiles à  $100^{\circ}\text{C}$  étrangères aux matières grasses, mais qu'elles peuvent éventuellement contenir.

Notre étude peut apporter un complément d'information permettant l'identification de l'huile.

### CIRES, GOMMES, PECTINES, MUCILAGES [6]

Ces sont des polyholoside :

Les cires sont des mélanges d'ester d'acides gras supérieurs et de monoalcools lourds. En outre, elles peuvent contenir des alcools et des acides lourds à l'état libre, ainsi que des hydrocarbures supérieurs.

Les cires sont insolubles dans l'eau, solubles dans l'éther, le benzène, le chloroforme le tétrachlorure de carbone, etc.

Elles sont facilement hydrolysées et ne rancissent pas comme les graisses.

- Les gommes sont des polyholosides probablement combinés avec des acides.
- Les pectines, que l'on trouve particulièrement dans les jus de fruits, sont l'agent gélifiant des confitures, elles donnent, par hydrolyse, des l'acide galacturonique.

Les mucilages forment des liquides visqueux avec l'eau.

## 1. TECHNOLOGIES DE TRANSFORMATION

Il existe deux (2) techniques d'extraction :

Extraction par pression

Extraction par solvant

### 1.1. TRANSFORMATION PAR PRESSION [12] [25] [32]

Pour la transformation des oléagineux, on utilise des presses manuelles et motorisées. Les presses sont équipées d'un piston pour écraser les graines d'une cage, extrayant ainsi l'huile des graines.

En Afrique on utilise un autre modèle de presse appelé Presse Caltech qui est équipée d'un dispositif de vis et procède à la fois au décorticage et à la mouture du fruit.

- Avec une presse manuelle, les graines sont comprimées entre deux (2) pièces, l'une en mouvement et l'autre fixe. L'huile extraite est récupérée après filtration. Généralement, un chauffage précède l'opération, qui peut être continue ou discontinue. Notons que les tourteaux issus de l'appareil contiennent encore de l'huile en quantité plus ou moins importante.
- Avec une presse motorisée, l'opération est la même mais c'est le rendement qui diffère des deux opérations (avec une presse motorisée, le rendement est supérieur à 30% alors que pour une presse artisanale le rendement est moindre environ 20%)

#### **Différentes variantes de presse à huile [27]**

##### ***Types de presses utilisés pour la transformation des graines de *Jatropha curcas****

Pour la production de l'huile de *Jatropha curcas*, on utilise différentes presses :

- ✓ La presse manuelle «**Bielenberg**», développée en Tanzanie en différents modèles pour la production de l'huile.
- ✓ La presse Ram
- ✓ La presse Caltech manuelle et motorisée. Ces presses sont équipées d'un piston pour écraser les graines dans une cage, extrayant ainsi l'huile des graines. Elles sont équipées d'un dispositif de vis et procèdent simultanément au décorticage et à la mouture du fruit.
- ✓ La presse à moteur Sundhara, développée au nom de la GTZ est utilisée et reproduite au Népal. Vous trouverez les photos de ces différentes presses en annexe.

### **RENTABILITE DE LA PRESSE SUNDHARA AVEC LE MOTEUR LISTER [26]**

Le taux de rentabilité interne de la presse Sundhara combinée avec le moteur Lister est de 49% sous les conditions définies par les données de base.

Cette presse est rentable à partir d'une utilisation d'environ 21% de la capacité technique. Ce pourcentage est l'équivalent de 18 tonnes de graines par an.

### **RENTABILITE DE LA PRESSE SUNDHARA AVEC MOTEUR**

La rentabilité interne de l'option presse Sundhara-Hatz est de 26% en pleine production dans le cas d'un financement par crédit. Ce pourcentage est l'équivalent de 22 tonnes de graines traitées par an.

### **RENTABILITE DE LA PRESSE MANUELLE BIELENBERG**

Le taux de rentabilité interne de la presse manuelle Bielenberg est 75% toute chose étant par ailleurs égale. Le point de «de break-even» se situe à 62% de la capacité d'utilisation. La capacité de pressage définie de la presse est de 10 tonnes de graines de pourghère par an.

## **1.2. EXTRACTION PAR SOLVANT**

Elle consiste à établir un contact intime entre les graines (qui sont généralement broyées) et un solvant, pendant un certain temps. On obtient alors le miscella qui est une solution d'huile dans le solvant. Par distillation, on arrive à séparer le solvant (qui sera recyclé) de l'huile. D'une manière générale, ce mode d'extraction s'effectue en continu. Les solvants les plus utilisés sont :

- les hydrocarbures : hexane, essence B
- les solvants chlorés : trichloroéthylène ...
- les alcools : éthanol ou l'isopropanol
- l'acétone, etc.

Le choix du solvant est fonction de plusieurs facteurs tels que le coût d'extraction, qualité de l'huile extraite, sécurité, etc.

Remarque : la technique d'extraction par solvant permet de récupérer la totalité de la matière grasse contenue dans les graines oléagineuses.

## **1.3. FACTEURS DE VARIABILITE DU RENDEMENT EN HUILE [26].**

Le rendement est fonction de plusieurs facteurs, notamment :

Le type de la plante,

La maturité des gaines,

La technologie d'extraction,

Le lieu de récolte des graines,

La saison

## 2. PROCEDE DE RAFFINAGE DES HUILES VEGETALES [22] [23]

### 2.1. PROCEDE CLASSIQUE

#### **Principe**

Les huiles peuvent avoir une destination alimentaire ou industrielle. Dans les deux cas, elles doivent être traitées tant pour leur donner la qualité correspondante au but poursuivi que pour faciliter leur conservation.

Les graines brutes extraites des graines oléagineuses contiennent, outre les triglycérides qui les constituent, une série d'impuretés et des substances, plus ou moins abondantes qu'il est nécessaire d'éliminer pour obtenir des denrées comestibles de bonne qualité. Ces impuretés peuvent être insolubles dans l'eau ou en solution ou à l'état de suspension colloïdale et peuvent être classées comme suit :

- ✓ Mucilages, phosphatides, peroxydes.
- ✓ Acides gras libres.
- ✓ Des cires
- ✓ Des matières solides en suspension dans le liquide
- ✓ Substances colorantes (carotènes)
- ✓ Substances qui déterminent une odeur ou un goût désagréables (hydrate de carbone non saturé, aldéhydes, cétones) ;

La plus part des impuretés sont éliminées avant stockage de l'huile brute, au stade du dégommage d'huile extraite. Cependant, des restes de ces impuretés subsistent dans l'huile brute arrivant à la raffinerie. Il faut les éliminer au cours d'un traitement préalable avant de procéder à la première étape du raffinage proprement dit. Les impuretés restantes sont séparées dans le courant des différents processus de traitement de l'huile.

Le raffinage a pour but d'éliminer ces matières qui donnent à l'huile un aspect trouble et de la rendre limpide. Les opérations à effectuer sont :

- ✓ La démucilagination
- ✓ La neutralisation ou désacidification
- ✓ Le blanchiment ou décoloration
- ✓ Désodorisation

## 2.2. DEMUCILAGINATION

### A) GENERALITES [6]

Les corps gras, surtout ceux qui sont d'origine végétale, contiennent à l'état brut une faible quantité de produits dont l'ensemble est couramment désigné sous le nom de **mucilages** (substance visqueuse qui existe dans presque tous les végétaux, protéines et autres substances hydratable à l'état de fine dispersion colloïdale).

Leur constitution est complexe et comprend surtout des **phospholipides** dont une partie est communément appelé **lécithines**.

Dans l'opération de démulcination, on cherche à éliminer avant toute autre opération de raffinage, certaines éléments contenus dans l'huile qui ne sont pas des triglycérides et qui ont une action nuisible, tant au cours du raffinage que pour la conservation de l'huile ou son utilisation.

### B) PRINCIPE ET MECANISME DE LA DEMUCILAGINATION [6]

La démulcination d'une huile consiste à :

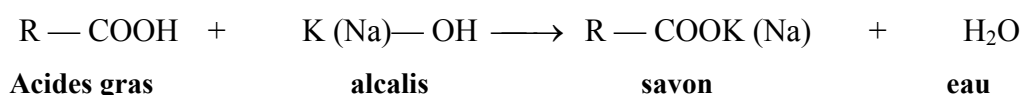
- Créer des interfaces entre l'huile et l'eau,
- Laisser au contact des deux phases un temps suffisant pour que les molécules de phosphatides aient le temps de s'adsorber.
- Utiliser éventuellement un adjuvant intervenant chimiquement ou physiquement.

La technique pour se débarrasser de ces mucilages consiste en la propriété de ceux-ci de se gonfler en présence d'eau chaude. Les mucilages gonflés peuvent ensuite être séparés facilement par centrifugation.

## 2.3. NEUTRALISATION OU DESACIDIFICATION

### A) GENERALITE [6]

La neutralisation de l'huile s'effectue par voie chimique. Elle repose sur l'élimination des acides gras libres se trouvant dans l'huile par adjonction d'une lessive de soude par réaction dite **réaction de saponification**. Elle se traduit par le mécanisme réactionnel suivant :



Ces acides gras libres s'unissent à la soude pour donner de savon (peu soluble dans l'huile, s'en séparent facilement).

Les huiles végétales ont toujours une teneur plus ou moins forte en acides gras libres. Ce phénomène détermine le degré d'acidité de l'huile.

Généralement, l'acidité d'une huile s'exprime en acide oléique, étant donné qu'il est toujours et en quantité parfois élevée. La formation des acides gras libres dans l'huile est, en général, due à des phénomènes de fermentation produits par certaines enzymes qui dans des conditions déterminées de température, dédoublent les glycérides en glycérine (qui se décompose) et en acides gras, qui se maintiennent dissous dans l'huile et augmentent ainsi son degré d'acidité. Le procédé peut se faire en continu ou en discontinu.

## **B) PROCÉDE DE NEUTRALISATION [21] [22] [26]**

Le processus de neutralisation se déroule lui-même en deux étapes :

- Réaction de la soude avec les substances à éliminer.
- Rupture de l'émulsion et précipitation des substances neutralisées.

La solution de soude (d'une concentration qui peut varier de 15° à 40° Baumé) est ajoutée au corps gras préalablement porté à une température de 60°.

Pour les procédés discontinus, on agite pour favoriser le contact, mais lentement pour éviter une émulsion entre l'huile et les savons formés (Soapstocks). La solution est ajoutée avec précaution pour qu'elle soit aussitôt absorbée par les acides libres et n'exerce pas de saponification des glycérides lorsque l'opération est terminée, on soutire la solution épaisse de "**pâte de neutralisation**", l'huile neutre est soigneusement lavée à l'eau tiède plusieurs fois et centrifugée pour éliminer toute trace de savon.

Pour le procédé en continu, la neutralisation a donné lieu à plusieurs méthodes dont le point commun est l'alimentation régulière en huile et en solution dont la qualité et les débits sont automatiquement contrôlés. Dans le cas de procédé ALFALAVAL, l'huile et la solution de soude sont introduits en même temps dans une super centrifuge. Les deux liquides sont instantanément et intimement mélangés, puis séparés. L'huile neutre passe alors dans une deuxième super centrifuge avec l'eau de lavage. Elle est ensuite séchée sous vide.

## **2.4. DECOLORATION [21] [22] [23]**

La décoloration est une opération après le séchage. Le but de cette opération est d'éliminer la coloration de l'huile pour avoir une huile limpide.

Principe de décoloration

La terre décolorante (terre activée) exerce une action adsorbante sur les pigments colorés de l'huile.

La dose de terre varie de 1 à 3% selon la coloration de l'huile. L'agitation du mélange au bout de 20 à 30 min permet un meilleur contact entre l'huile et absorbant : puis on effectue la filtration sur le filtre-presse pour obtenir l'huile décolorée. Pratiquement l'opération est effectuée sous vide et à la température de 120°C.

## 2.5. DESODORISATION [21] [22] [23]

La désodorisation est l'élimination des substances volatiles odorantes par :

- Distillation sous vide à 800 bars, à température élevée environ 220°C. Les substances volatiles (produits de coupure ou d'oxydation (aldéhyde, cétone, etc.) et les acides gras libres restant)
- Le charbon actif peut aussi être utilisé pour adsorber les matières volatiles et odorantes de l'huile. Suivi même d'une filtration.

## 2.6. PERTES AU RAFFINAGE [9] [11] [14]

D'une façon générale, les origines de ces pertes sont :

- La neutralisation par la soude (saponification parasite et entraînement de l'huile neutre).
- L'élimination des produits odorants (entraînement d'huile neutre).
- Les terres décolorantes.

Les pertes au raffinage correspondent à la différence entre l'huile brute et de l'huile raffinée.



### 3. PROPRIETES REQUISES POUR L'USAGE DES HUILES OLEAGINEUSES COMME CARBURANT POUR MOTEURS DIESEL

Les huiles végétales doivent répondre à des certaines propriétés caractéristiques pour qu'elles soient utilisées comme combustible dans un moteur diesel. Parmi ces propriétés caractéristiques, on en trouve :

#### 3.1. POINT D'IGNITION [25]

C'est la température la plus basse à laquelle une concentration suffisante de vapeur d'huile dans l'air forme un mélange explosif au contact d'une flamme ou d'une étincelle.

Le point d'ignition renseigne sur la condition appropriée au stockage de l'huile.

#### 3.2. INDICE DE CETANE (IC) [2 ] [14 ]

L'indice de cétane sert à apprécier l'aptitude à l'auto inflammation d'un gazole. Elle mesure l'aptitude à l'allumage de l'huile sous l'effet de la pression. Plus l'indice de cétane est élevé, plus la combustion est facile.

Comme pour l'indice d'octane, il se détermine dans un moteur particulier, appelé moteur CFR, dont le taux de compression est variable et qui est équipé d'un délai-mètre qui détermine l'intervalle de temps entre le début de l'injection (levée d'aiguille de l'injecteur) et le début de combustion à partir de l'enregistrement de pression cylindre. Le moteur étant alimenté avec le gazole à évaluer, on fixe l'avance de l'injection à 13 degré.

L'indice de cétane est le pourcentage de cétane du mélange pour lequel cette condition est obtenue. A côté de cette mesure, il existe aussi un indice de cétane calculé à partir de données analytiques du gazole, et qui est plus ou moins bien corrélé avec la mesure.

L'indice de cétane est le pourcentage de cétane du mélange pour lequel cette condition est obtenue. A côté de cette mesure, il existe aussi un indice de cétane calculé à partir de données analytiques du gazole, et qui est plus ou moins bien corrélé avec la mesure.

La connaissance de cet indice est d'une extrême importance puisqu'elle conditionne également l'utilisation de l'huile comme carburant :

- ❖ Performance du combustible
- ❖ stabilité du moteur
- ❖ nature des fumés
- ❖ bruit du moteur
- ❖ etc.

La façon la plus rapide pour le déterminer est l'utilisation de l'équation 1. Cette équation peut également s'obtenir à partir des indices d'iode et de saponification des esters méthyliques déterminés expérimentalement [équation 2]

$$I_{Cé\ tan\ e} = 58,1 + 2,8 \times \frac{(n-8)}{2} - 15,9 \times N \quad (1)$$

$$I_{Cé\ tan\ e} = 46,3 + \frac{5458}{x} - 0,225 \times y \quad (2)$$

Où : n = nombre de carbone

N = nombre de doubles liaisons

x = indice de saponification

y = indice d'iode

En effet, plus la valeur de l'indice de cétane est élevée, plus le délai d'inflammation du combustible est court, plus la combustion est facile et plus la quantité de matières imbrûlée (hydrocarbure, monoxyde de carbone, etc.) est faible.

### 3.3. VISCOSITE [4] [38]

Par définition, la viscosité est la propriété d'un fluide qui tend à empêcher son écoulement lorsqu'il est soumis à l'application d'une force. Les fluides de grande viscosité résistent à l'écoulement et les fluides de faible viscosité s'écoulent facilement.

Une huile végétale dans un moteur doit être suffisamment fluide à base température afin de permettre les démarrages à froid et rester visqueuse à haute température afin de conserver ses qualités lubrifiantes.

### 3.4. POINT D'ECLAIR [36]

C'est la température minimale à laquelle l'huile végétale s'enflamme instantanément en présence d'une flamme ou d'une étincelle. Cette valeur permet d'évaluer la sécurité de manutention de l'huile végétale.

### 3.5. POUVOIR CALORIFIQUE [9] [36] [37]

Le pouvoir calorifique ou chaleur de combustion noté  $\Delta_c H^0$  d'un matériau d'un combustible est l'enthalpie de réaction de combustion par unité de masse. C'est l'énergie dégagée sous forme de chaleur par la réaction de combustion par l'oxygène. Le plus souvent, on considère un hydrocarbure réagissant avec l'oxygène de l'air pour donner du dioxyde de carbone, de l'eau et de la chaleur.

Elle est exprimée en général en kilojoule par kilogramme (noté kJ/kg ou kJ·kg<sup>-1</sup>), mais on rencontre également le pouvoir calorifique molaire (en kilojoule par mole, kJ/mol) ou le pouvoir calorifique volumique (en kilojoule par litre, kJ/l)

Il existe 2 types de pouvoir calorifique:

- le **pouvoir calorifique supérieur (PCS)** : c'est l'énergie résultant de la combustion à laquelle on ajoute l'énergie que la vapeur d'eau restitue à son environnement en se condensant.
- le **pouvoir calorifique inférieur (PCI)** : c'est l'énergie résultant de la combustion sans tenir compte de l'énergie consacrée à la vaporisation de l'eau.

Ces deux types de pouvoir calorifiques expliquent pourquoi certains vendeurs de chaudière à condensation vous parlent de rendement supérieurs à 100% (104%, 110% etc). Dans ce cas ils font référence au PCI. Le rendement calculé sur PCS ne dépasse jamais 100% et en fait ne l'atteint jamais bien sûr. Il existe une différence importante entre le pouvoir calorifique (Pc) des huiles végétales et celui du carburant diesel. En effet, les huiles végétales ont de 5 à 18% moins d'énergie que le gazole.

Le pouvoir calorifique peut être évalué par calcul à l'aide deux équations empiriques suivantes. La première est fonction des Résidus de Coradson

$$P_c = 80(100 - K)$$

Où K est le résidu de Coradson

L'autre équation empirique utilisée pour calculer la chaleur de combustion en kcal/kg., à partir des indices de saponification (Is) et d'iode (Ii) est la suivante :

$$P_c = 11380 - I_i - 9,15 \times I_s$$

Où P<sub>c</sub> = pouvoir calorifique supérieur en kcal/kg (avec 1 kcal/kg = 4.18 kJ/kg),

I<sub>i</sub> = indice d'iode,

I<sub>s</sub> = indice de saponification.

### **Conclusion partielle**

La valorisation des oléagineuses pourrait diversifier l'agriculture des pays producteur et être une source de revenus, surtout pour les femmes en milieu rural.

Les succès des produits naturels en pharmacie en pharmacie, cosmétique et agriculture pourraient donner un élan significatif à l'économie nationale. La valorisation des huiles végétales, des tourteaux aurait ajoutée une valeur économique, agricole et écologique très important pour ces pays producteurs.

La réalisation d'un système de valorisation des oléagineux pourrait s'insérer dans une politique de développement où il apparaîtrait les aspects suivants :

- Lutte contre la pauvreté
- Relance de l'industrie du savon
- Protection de l'environnement
- Une nouvelle source d'énergie (carburant vert).

**DEUXIEME PARTIE : ETUDES  
BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE  
*JATROPHA CURCAS***

## 1. ETUDES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE JATROPHA

Madagascar présente ce paradoxe où presque toutes les cultures oléagineuses sont possibles, alors que toutes sortes d'huiles sont importées.

Parmi les plantes annuelles, l'arachide et le soja sont les principaux fournisseurs d'huile alimentaire. Les plantes pérennes telles que le palmier à l'huile, les cocotiers, etc., se caractérisent par l'usage mixte qu'on peut en faire.

Le *Jatropha* est aussi une plante oléagineuse qu'on peut considérer comme faisant partie de la flore de Madagascar.

Il existe deux espèces de *Jatropha* à Madagascar :

- le *Jatropha mahafalensis*
- le *Jatropha Curcas*

La présente étude a porté sur cette deuxième espèce.

### 1.1. HISTORIQUE [20]

Le *Jatropha Curcas* est une plante originaire de l'Amérique tropicale. Cette plante a été introduite volontairement à Madagascar au XVIII<sup>ème</sup> siècle. D'après les renseignements obtenus auprès du SNGF (Silo National des Graines Forestières) à Ambatobe Antananarivo et dans la région d'Alaotra, les graines de *Jatropha Curcas* faisaient l'objet de collecte vers les années 1960 en tant que graines oléifères. Dans la région du Sud, la collecte et la transformation de ce produit ont commencé en 1983 – 1984.

### 1.2. ETUDES DE LA PLANTE [39]



Photo 1 : La plante de *Jatropha Curcas*

### 1.2.1. Description [1] [15] [20]

Le *Jatropha Curcas* est un arbrisseau mais peut atteindre une taille de 5m. Ses feuilles sont simples et alternées et vont de 17 cm de long et 15 cm de large. Sa tige est tortueuse. Sa section est généralement circulaire.

Sur les vieilles tiges, l'écorce a une couleur jaunâtre et l'épiderme s'en détache sous forme de fines pellicules. Sur les jeunes tiges, l'écorce a une couleur vert foncée, luisante. Les cicatrices de défoliation y sont bien visibles.

Une entaille pratiquée dans l'écorce fait apparaître une épaisseur de 5mm. Un latex translucide et abondant s'écoule à partir de cette entaille.

### 1.2.2. Différentes dénominations de la plante [14] [15] [19] [20] [30]

Le *Jatropha Curcas* est une plante oléagineuse que l'on peut considérer comme faisant partie de la flore de Madagascar.

#### **Nomination scientifique :**

Groupe : *Angiospermes dicotylédones superovarienes.*

Famille : *Euphorbiacées*

Nom Scientifique : *Jatropha Curcas*

#### **Noms vernaculaires :**

Français : Pignon d'Inde, Pourghère, Médicini, Médecinier.

Malagasy : Valavelona, Voanongo, Tanatanampotsy, Saova, Voanjohazo.

Comorien : M'ri mzungu, M'sumu.

Anglais : Physic nut, Purging nut.

Allemand : Purgiernuß, Brechnuß

### 1.2.3. Distribution géographique dans le monde [1] [3] [15] [16]

Le *Jatropha Curcas* ne se développe que dans les pays subtropicaux.

Il est décrit comme originaire de la région de l'Amérique Centrale. Des nombreux scientifiques ont essayé de définir l'emplacement exact de son origine mais les données restent encore controversées.

Actuellement, cette plante se cultive un peu partout dans l'hémisphère sud et dans certaine région du nord. On le trouve surtout en Amérique Centrale, en Amérique du Sud, aux Philippines, en Inde et dans l'est du continent Africain aussi bien qu'aux Comores.

#### 1.2.4. Distribution à Madagascar [3] [25 ]

A Madagascar, le *Jatropha Curcas* est très abondant, malgré sa répartition inégale dans toutes les régions de la grande île. On a constaté que cette plante est répartie géographiquement dans la région du sud et dans les régions des hautes terres, exceptée la région d'Ambatondrazaka.

Selon le chef de service provincial des eaux et forêts de Tuléar, dans la région Sud de Madagascar, le *Jatropha Curcas* se répartit dans le domaine central de cette région et le long des cours d'eau. Selon ce dernier, le développement de la plante dans les régions où l'abondance en cours d'eau est très importante (région de haute altitude). Tandis que dans les régions de basse altitude, la plante devient rare.

#### 1.3. UTILISATIONS DE LA PLANTE [3] [11 ] [13 ] [15 ] [16 ] [24 ] [39 ]

Les éléments constitutifs de la plante peuvent être utilisés sous différentes formes :

##### a) L'arbre

Grâce à sa facilité de multiplication par bouture, l'arbre est utilisé dans certains pays Africains pour l'aménagement des clôtures des lieux d'habitation et également comme bois de chauffage.

Actuellement, très rependu dans l'île, le *Jatropha Curcas* sert à plusieurs usages. Dans la région du Sava, il sert de tuteur de vanille. A Ambatodrazaka, on l'utilise pour lutter contre le phénomène de lavakisation. Dans la province de Fianarantsoa, la plante sert de haie vive.

Aux Comores, le pourghère occupe les surfaces cultivables là où l'on cultive la vanille. Il sert de support du vanillier et de haie de protection de jardins et champs contre la divagation des animaux.

##### b) La racine

La racine convient parfaitement pour les travaux de la défense et de la restauration du sol (DRS) aussi que pour la protection des sols entières dénudés.

Elle peut transformer les zones érodées en zones productrices de matières végétales : bois, grains.

Enfin, l'écorce de la racine intervient, en application externe, dans le traitement des rhumatismes.

##### c) Les feuilles

Dans la pharmacopée traditionnelle Comorienne, les feuilles du pignon d'Inde sèche, écrasées et additionnées avec de lait de coco est utilisée pour être employées dans les traitements des fractures et des entorses.



Dans la pharmacopée traditionnelle des autres pays, les feuilles de *Jatropha Curcas* sont utilisées Comme rubéfiant (rougeur de la peau due à des substances irritante) en application :

- Sur la peau contre les névralgies
- Sur la poitrine pour favoriser la sécrétion du lait maternel.

En décoction, elles jouissent également d'une telle propriété

Macérés dans l'eau, les feuilles et les tiges constituent une tisane purgative et surtout diurétique.

#### d) Les graines



Photo 2 : Graines de *Jatropha* (jeune graine, graines mûres et graines sèches)

Croquées, une fois décortiquées, les graines sont utilisées comme purgatif drastique.

De plus, elle contiennent une certaine activité insecticide, car l'extrait aqueux à 5% injecté par voie intraveineuses aux blattes américaines (*PERIPLANETA AMERICANA*), provoque en l'espace d'une heure 100% de paralysie sans possibilité de rétablissement.

En filées avec une ficelle ou une tige de bambou, elles sont utilisées comme source lumineuse.

#### 1.4. EXTRACTION DE L'HUILE

Etant une plante oléagineuse, l'huile de *Jatropha* est extraite comme les autres huiles oléagineuses. Les différentes méthodes utilisées sont décrites dans la première partie.

#### 1.5. TOURTEAUX [27] [28]



Photo 3 : Tourteaux de *Jatropha Curcas*

Au Mali, les paysans ont affiché un grand intérêt au fait que le tourteau, sous-produit de la production d'huile, est un excellent engrais organique.

DROIT [10] dans son ouvrage a montré que les tourteaux, ne pouvant servir d'aliments pour le bétail puisque toxiques, constituent un excellent engrais. Leurs propriétés fertilisantes sont très appréciées à cause de leur composition moyenne :

|                            |   |        |  |   |       |
|----------------------------|---|--------|--|---|-------|
| Azote                      | : | 3,2%   | Phosphore (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) | : | 1,4%  |
| Potasse (K <sub>2</sub> O) | : | 1,2%   | Soude (Na <sub>2</sub> O)                  | : | 0,21% |
| Cl                         | : | 0,13 % | SO <sub>2</sub>                            | : | 0,08% |

Les tourteaux peuvent servir aussi du charbon.

Quand aux cendres des tourteaux (environ 5,6%) donne aussi un engrais concentré de valeur, car il renferme :

|                               |   |        |                  |   |        |                   |   |       |
|-------------------------------|---|--------|------------------|---|--------|-------------------|---|-------|
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | : | 25, 7% | K <sub>2</sub> O | : | 20, 7% | Na <sub>2</sub> O | : | 3, 8% |
| SO <sub>2</sub>               | : | 1, 5%  | Cl               | : | 2, 4%  |                   |   |       |

## 1.6. UTILISATIONS DE L'HUILE [7] [13] [16] [18] [28] [29]

### 1.6.1. Utilisations traditionnelles

Localement, l'huile issue des moyens traditionnels entre dans la fabrication du savon.

Outre la fabrication artisanale du savon, l'huile de *Jatropha* est utilisée comme combustible domestique (lampe à *Jatropha Curcas*, cuisson des aliments), comme produit anti-moustique ou aussi médicament (purgatif à faible dose. A forte dose, elle est néfaste), comme éclairage public (en Inde) car elle donne une flamme ne dégageant ni odeur, ni fumée.

Actuellement, les graines de *Jatropha Curcas* coûtent aux environs de 1250 fmg le kg auprès des paysans. Pourtant, ces derniers considèrent la collecte et la commercialisation de ces produits comme des activités réservées aux enfants car le revenu apporté par la commercialisation ne sert que pour les petits besoins quotidiens.

### 1.6.2. Utilisations industrielles

Le développement des énergies de substitution végétale conduirait à une réduction des importations pétrolières.

Déjà en 1900, Rudolf DIESEL signalait la possibilité d'utiliser les huiles végétales ou animales dans les **moteurs Diesel**.

Au cours de la seconde guerre mondiale, les recherches effectuées ont démontré l'efficacité de l'huile de *Jatropha* utilisée comme carburant dans **les moteurs Diesel**. Les performances obtenues par la suite étaient sensiblement égales à celles obtenues avec le gas-oil. DIESEL a montré que les consommations spécifiques étaient plus fortes avec l'huile de pignon d'Inde du fait de la différence des pouvoirs calorifiques avec le gas-oil.

Actuellement, au Mali, l'huile de *Jatropha* est utilisée comme carburant dans:

e) **Le moteur Hatz-E 89 à Falan**: ce moteur marche depuis 1996 avec l'huile de pourghère. Le gas-oil est utilisé pour le démarrage et l'arrêt du moteur (au total moins de 10% de la consommation du moteur). Il marche sans incidents, mais l'entretien doit être effectué plus souvent que s'il marchait seulement au gas-oil pur (la tête de la buse d'injection doit être nettoyée tous les trois mois).

f) **Les moteurs indien** : les moteurs indiens à chambre de précombustion fonctionnent à l'huile de *Jatropha*

Actuellement, l'huile est utilisée pour la fabrication du Bio diesel.

L'huile de *Jatropha* est utilisée pour la fabrication semi industrielle du savon. Elle est utilisée en Inde à grande échelle. C'est une huile extralégère, donc pourvue d'une densité très difficilement maîtrisable en raison de la frivolité de ses molécules.

Au Mali, en Afrique, les productrices utilisent l'huile d *Jatropha* en le mélangeant avec le beurre de karité et en y ajoutant de la soude caustique, de la farine, de l'amidon ou du miel.

**Remarque :**

L'utilisation en agroalimentaire de l'huile de *Jatropha Curcas* n'est pas envisageable à cause de la présence du toxalbumine curcin dans l'huile. Ce dernier étant un produit extrêmement toxique pour l'homme.

## 2. ETUDES DE FACTEURS DE VARIABILITE DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

### 2.1. A BASSE TEMPERATURE OU A FROID [17 ] [18 ]

Quand on abandonne pendant un certain temps, l'huile de *Jatropha Curcas* à une température voisine de 0°C, elle se sépare en deux parties : une masse cristalline qui tombe peu à peu au fond du récipient et un liquide clair surnageant.

Le produit solide formé représente en définitive 5% environ de l'huile primitive.

L'huile résiduelle résiste bien à l'action du froid et ne prend en masse qu'à une température voisine de – 10°C. Les constantes de ces deux produits sont données dans le tableau suivant.

**Tableau 5 : constantes des produits de l'huile de *Jatropha Curcas* soumise sous l'action du froid**

|                        |                       | <b>Huile primitive</b> | <b>Partie fluide</b> | <b>Partie solide</b> |
|------------------------|-----------------------|------------------------|----------------------|----------------------|
| <b>Quantité (%)</b>    |                       | 100                    | 95                   | 5                    |
| <b>Densité</b>         |                       | 0,920                  | 0,919                | –                    |
| <b>Indices</b>         | <b>acidité</b>        | 0,55                   | 0,55                 | 0,6                  |
|                        | <b>saponification</b> | 177                    | 176                  | 189                  |
|                        | <b>iode</b>           | 97                     | 99                   | 61                   |
|                        | <b>acétyle</b>        | 4                      | 4                    | –                    |
| <b>Point de fusion</b> |                       | –                      | –                    | 30°                  |

### 2.2. A MOYENNE TEMPERATURE [18 ]

L'action ménagée de la chaleur ne modifie pas les principales caractéristiques physiques et chimiques de l'huile de *Jatropha Curcas*.

Elle augmente seulement sa viscosité, rendant son emploi avantageux dans la lubrification des pièces soumises à une température élevée. L'évolution des caractéristiques principales effectuées par DROIT [10] à partir différents essais est consignée dans le tableau suivant :

**Tableau 6 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de *Jatropha Curcas* soumise à moyenne température**

|                              |                          | Huile crue | Huile chauffée pendant 18h |
|------------------------------|--------------------------|------------|----------------------------|
| <b>Densité</b>               |                          | 0,9201     | 0,9336                     |
| <b>Viscosité</b><br><b>à</b> | <b>35°C</b>              | 0,352      | 0,680                      |
|                              | <b>100°C</b>             | 0,0623     | 0,0972                     |
| <b>Indice</b>                | <b>d'acide</b>           | 0,5        | 2,0                        |
|                              | <b>de saponification</b> | 177        | 195                        |
|                              | <b>d'Iode</b>            | 97         | 88                         |
|                              | <b>d'acétyle</b>         | 4          | 0,5                        |

DROIT [10] a affirmé à partir de ces résultats que l'huile de *Jatropha Curcas*, brute ou chauffée est soluble en toutes proportions dans les huiles de paraffine d'où possibilité de réaliser, pour l'industrie de graissage toute une gamme de produits nouveaux dont il serait facile de varier les propriétés.

### 2.3. PYROLYSE DE L'HUILE DE JATROPHA CURCAS [8] [18] [24]

Selon les recherches faites par DROIT [10], il a montré que l'action ménagée de la chaleur modifie surtout la viscosité de l'huile de *Jatropha Curcas*. Il est donc intéressant d'examiner le mode de décomposition du lipide sous une haute température.

De nombreux travaux ont été effectués sur la détermination des produits de la pyrolyse de l'huile surtout quand on cherche à en déterminer la composition.

La décomposition pyrogénée de l'huile de *Jatropha* à la température de 340 – 380°C semble donner naissance à de l'oxyde de carbone, à des anhydrides d'acides et des acrylacroléines. Ces derniers se décomposent en carbures et anhydrides carboniques d'une part, en acroléine et en acides gras d'autre part. Parmi ces différents produits, les acides saturés distillent sans décomposition et les acides éthyléniques se déshydratent en anhydrides et en carbures ou se scindent en acides gras de poids moléculaires moins élevés cycliques saturés et en carbures éthyléniques.

DROIT [10] a estimé la quantité de produits obtenus par la pyrolyse d'une tonne d'huile de *Jatropha*.

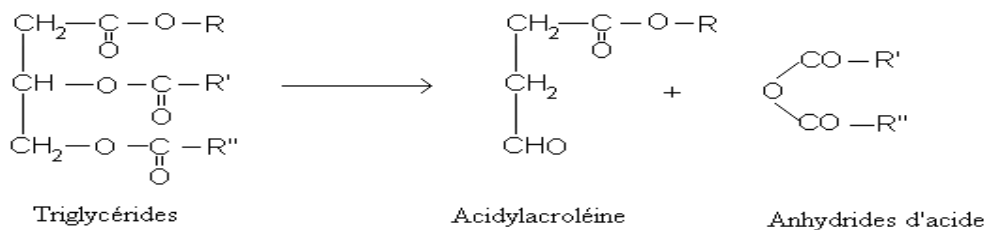
Tableau 7 : quantité de produits obtenus par la pyrolyse d'une tonne d'huile de *Jatropha Curcas*

| Quantité pour une tonne en kg | Type de produits  |
|-------------------------------|-------------------|
| 70                            | Carburant raffiné |
| 40                            | Gas-oil léger     |
| 40                            | Brai – sec        |
| 35                            | Semi – coque      |
| 270                           | Eau ammoniacale   |
| 270                           | Gaz, etc.         |

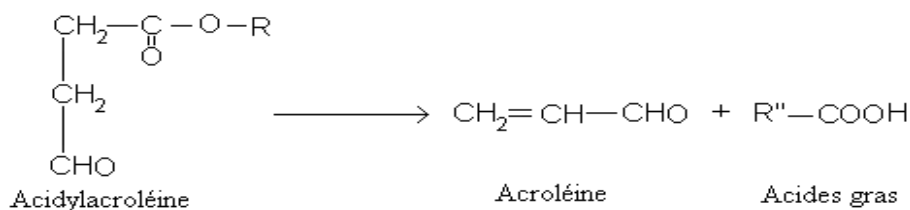
Dans le cas de l'huile de pignon d'Inde, uniquement constituée par des triglycérides, des acides palmitique, stéarique, oléique, accompagnés d'une petite quantité de matières insaponifiables, il serait utile de chercher à élucider les mécanismes de l'altération de l'huile.

Lors de la pyrolyse de l'huile, les parties neutre et acide subissent en même temps une décomposition.

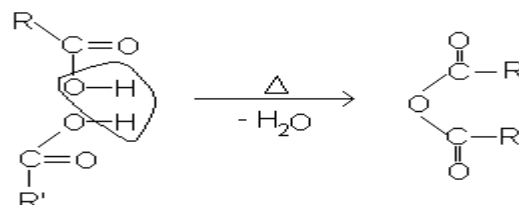
La partie neutre se décompose en acidylacroléine et en anhydride d'acide gras suivant le mécanisme :



Dans une décomposition plus avancée, l'acidylacroléine se scinde en acides gras et acroléine.



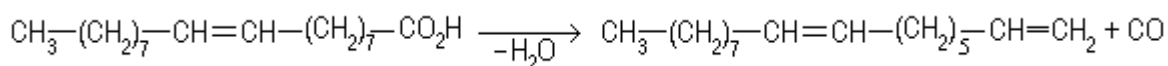
Les acides gras saturés formés ne sont pas altérés mais forment des anhydrides d'acides.



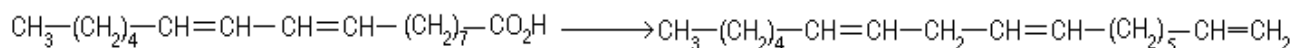
Quant aux acides gras éthyléniques présents dans l'huile de pignon d'Inde (acide oléique et linoléique), ils subissent :

- Une déshydratation

**Acide oléique**

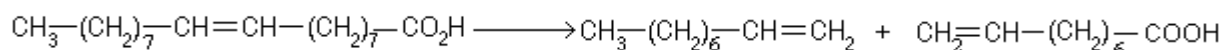


**Acide linoléique**

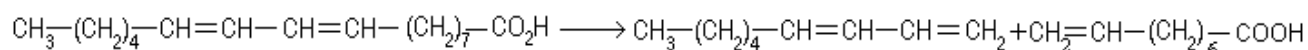


- **Une scission des acides à l'endroit plus vulnérable de la liaison éthylénique**

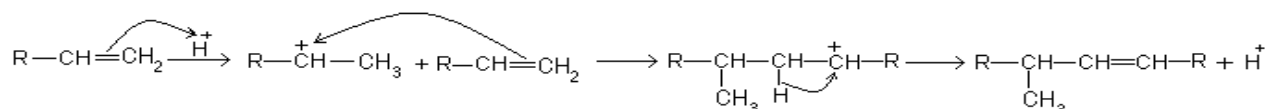
**Acide oléique**



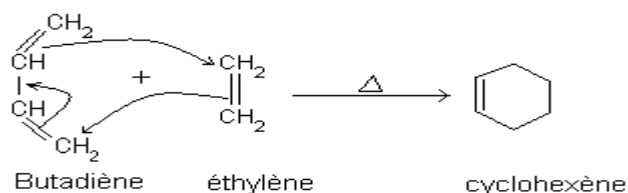
**Acide linoléique**



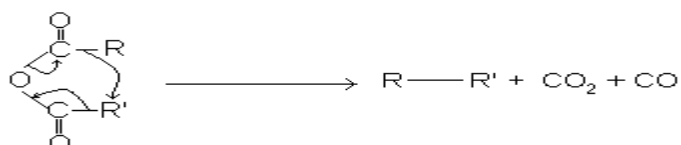
- **Une polymérisation des carbures formés provenant de la pyrolyse**



- **Une formation des acides gras cycliques à partir des carbures formés suivant la réaction de Diels – Alder. Par exemple**



Les anhydrides d'acides qui se sont formés peuvent subir une décomposition en hydrocarbures par perte de CO<sub>2</sub> et CO.



La pyrolyse des acides gras de l'huile de *Jatropha Curcas* conduit à la formation transitoire des anhydrides correspondants, de carbures éthyléniques, d'acides gras de poids moléculaires moins élevé mais plus saturés que ceux qui leur ont donné naissance, d'acide gras cycliques.

### 3. ESSAIS AVEC UNE HUILE DE JATROPHA BRUTE COMME COMBUSTIBLE DANS UN MOTEUR DIESEL

En se référant aux caractéristiques physico-chimiques et aux diverses applications de l'huile de *Jatropha Curcas*, nous avons intérêt à élargir les connaissances en alimentant avec ce produit un moteur diesel.

Plusieurs auteurs ont travaillé sur cette pratique notamment des chercheurs Malgaches que Maliens. Ce chapitre fera l'objet de l'étude bibliographique de cette pratique par des auteurs malgaches. Au cours de ces essais, il était difficile d'obtenir une mesure de la puissance fournie par le moteur. Et cela leur a incité à penser une méthode afin de pouvoir élaborer un résultat relatif à cette valeur. Pour ce faire, ils ont effectué un essai en charge de ce moteur en le couplant avec un broyeur de capacité 300 kg / h. ces essais ont été faits et avec l'huile toute seule, et des mélanges avec le gasoil.

#### 3.1. ESSAIS SUR UN MOTEUR DIESEL ALIMENTE A L'HUILE DE *JATROPHA CURCAS* [17] [26]

##### A) MELANGE DE L'HUILE AVEC DU GASOIL

Concernant ce mélange, ils ont prélevé les proportions suivantes : 67% de gasoil et 33% de cette huile. Les constatations suivantes ont été faites : Le moteur se met en marche, mais il est d'autant plus bruyant et vibrant qu'un moteur alimenté au gasoil seul.

##### B) MELANGE D'HUILE AVEC DU GASOIL AVEC LES PROPORTIONS % HUILE ≥ % GASOIL

En versant petit à petit de l'huile de manière que sa proportion soit légèrement plus élevée que celle du gasoil, on a fait les constatations suivantes : au niveau du régime moteur, il y a affaiblissement à mesure que l'on augmente le taux de l'huile et le bruit et la vibration s'intensifient de temps en temps.

#### 3.2. ESSAIS AVEC DE L'HUILE DE JATROPHA SEULE [16] [26]

Pour cette fois, nous avons alimenté le moteur sans recourir à une addition de gasoil, même au démarrage : 0% de gasoil et 100% de l'huile de *Jatropha Curcas*.

Les constatations suivantes ont été faites :

Le moteur démarre mais à un certain moment, il s'est éteint sans relâcher son accélérateur. Le ronflement ne dure que peu de temps, moins de 10 secondes.

Au cours de ces essais, nous avons enregistré les résultats consignés dans le tableau suivant :



Tableau 8 : Résultats bibliographique des essais

|   | Gazole seul    | Mélange huile-gazole                        | Huile brute seule |
|---|----------------|---|-------------------|
| Bruit du moteur                                       | +++++          | ++++  | ++++              |
| Couleur de fumée                                      | +++++          | ++++  | ++++              |
| Démarrage à froid                                     | Facile         | Facile                                      | Difficile         |
| Démarrage à chaud                                     | Facile         | Facile                                      | facile            |
| Stabilité de la rotation du moteur                    | Moyenne        | Moyenne                                     | Moyenne           |
| Temps de broyage de 20 kg de graines                  | 10 min         | 10 min                                      | 10 min            |
| Consommation de combustible (ml)                      | 95             |   | 112               |
| Consommation ramenée au kg de graines broyées (ml/kg) | 4,75           |   | 5,75              |
| Consommation spécifique (g / kWh)                     | 239,4          |   | 313,8             |
| Démontage de la culasse du moteur                     | Pas d'anomalie | Dépôt de calamine sur le nez de l'injecteur |                   |

### 3.3. COMMENTAIRES SUR LES RESULTATS

- La consommation en huile brute est supérieure à celle gazole, résultat auquel il faut s'attendre puisque le pouvoir calorifique de l'huile est inférieur à celle du gazole : 39,6 – 41,8 pour l'huile et 42,6 – 45 pour l'huile.
- L'huile brute nécessite un préchauffage d'environ 35 – 40°C pour ramener sa viscosité à une valeur proche de celle du gazole.
- Les fumées avec l'utilisation de l'huile et celle du mélange sont plus claires, preuve de que l'oxygène contenu dans le combustible a favorisé la combustion.
- Le brut du moteur est proportionnel à l'indice de cétane : plus l'indice de cétane est élevé moins le moteur est bruyant. D'ailleurs c'est l'intérêt de l'huile de *Jatropha* par rapport à d'autres huiles végétales.
- Comme la viscosité du mélange est proche du celle du gazole, le démarrage à froid avec ce combustible ne présente pas des difficultés particulières.
- L'odeur de la fumée pour chaque combustible est caractéristique de la nature du combustible.

- Au contrôle de l'injecteur, l'on a noté un dépôt de calamine sur le nez de l'injecteur, la raison est certainement la présence de matière non combustible dans l'huile. Produit qui serait enlevé lors d'un raffinage de l'huile.

### 3.4. CONCLUSIONS PARTIELLES

L'huile de *Jatropha Curcas* brute présente diverses utilisations notamment dans :

- ✓ Le domaine de la pratique traditionnelle (la pharmacopée et autres.),
- ✓ La fabrication du savon
- ✓ Combustible domestique
- ✓ Le biodiesel
- ✓ L'utilisation de l'huile brute directement comme carburant dans un moteur diesel.

Cette dernière pratique est utilisée dans différents pays du monde. Au Mali, par exemple on l'utilise pour faire fonctionner un certain moteur appelé moteur Hatz et des moteurs Indien. Mais ceci nécessite un entretien quotidien.

Les recherches faites à Madagascar ont montré certains avantages et inconvénients sur son utilisation dans un moteur diesel.

En ce qui concerne des inconvénients, on a noté :

- La viscosité qui entraîne une difficulté de démarrage à froid et qui demande un chauffage jusqu'à 40°C,
- Un dépôt de calamine au nez de l'injecteur
- Une consommation très peu élevée que celle du gazole.

Pour chercher à remédier à ces inconvénients, nous avons pensé à procéder à un traitement secondaire à l'huile brute c'est-à-dire à un raffinage pour améliorer les propriétés physico-chimiques de l'huile brute et de les amener à des valeurs proches de celle du gazole notamment la viscosité qui peut être fonction des matières non combustible comme les mucilages et les gommes. Et cela fera l'objet de notre troisième partie.

**TROISIEME PARTIE : PARTIE  
EXPERIMENTALE**

# 1. CARACTERISTIQUES DE L'HUILE DE JATROPHA CURCAS

Cette partie sera consacrée à l'étude :

- De l'extraction de l'huile
- Rendement
- Propriétés physiques
- Propriétés chimiques de l'huile extraite avant la neutralisation notamment l'acidité et l'indice d'acide
- Compositions en acides gras de l'huile extraite du *Jatropha Curcas*

L'huile de *Jatropha* est extraite, comme pour la majorité des graines oléagineuses de trois façons en général. Tout d'abord, pour les petites productions, les presses manuelles et hydrauliques sont généralement utilisées. Demandant un grand effort physique, ces presses tendent aujourd'hui à être remplacées par les presses mécaniques et à vis motorisées et pouvant produire des quantités plus ou moins importantes d'huile par jour.

D'autre part, certaines populations rurales produisent également les huiles en faisant bouillir la matière initialement pilée ou écrasée dans de l'eau. L'huile produite est ensuite recueillie à la surface de l'eau. Une dernière façon de la produire est celle utilisée en laboratoire et qui consiste à extraire l'huile à l'aide d'un solvant (pentane, hexane, alcool etc.).

## 1.1. TECHNIQUE D'EXTRACTION DE L'HUILE

### 1.1.1. Préparation des graines

#### **Collecte et triage des graines.**

Les graines sont collectées à l'ouest d'Antananarivo dans la région d'Analavory. Les paysans de cette région font un ramassage des graines et les stockent dans des sacs de 50 à 100 kg après avoir décortiqué la coque extérieure de la graine et séché pour éviter les moisissures ou les champignons.

#### **But de l'opération**

Cette opération sert à enlever :

- les graines avec téguments cassés car elles ne peuvent plus germer.
- Les graines écrasées, pourries, souillées.
- Les matières étrangères comme : Restes des capsules, feuilles, tiges, terre, sables, cailloux....

Après cette opération les graines sont prêtes pour l'extraction



Photo 4 : Graines sèches non décortiquées

### 1.1.2. Extraction de l'huile

#### a) Les caractéristiques de la presse

Vitesse : 16 trs /min

Fréquence : 50 Hz et 7,5 KW

On a pressé 100 kg des graines de *Jatropha Curcas* pendant 8h. Ce qui donne donc une capacité de transformer 12,5 kg / h.

#### b) Le pesage

Le pesage des graines se fait avec une balance romaine portative, de force maximale de 50 kg.

#### c) Le type de presse utilisée

L'extraction se fait avec une presse industrielle connue au nom de "**presse Sundhara**". Nous ne pouvons pas détailler les divers fonctionnements de cette presse au cours de cette opération. Voici quelques caractéristiques de cette presse.



Photo 5 : Vue de la presse mécanique utilisée

L'alimentation en graines dans la machine est discontinue sinon, l'on risque de bloquer le fonctionnement de la presse en l'alimentant avec trop de graines. Cinq minutes plus tard,

l'huile commence à se déverser dans le bac placé au dessous des ouvertures des plaques de la presse.

Le fonctionnement de cette presse est en discontinu et les suit les étapes suivantes :

Les broyats sont acheminés de la trémie d'approvisionnement vers le cône de sortie par le principe de la vis d'Archimède. Elle les fait avancer et les pousse contre le cône. Comme le cône obstrue partiellement la sortie, la pression monte dans la chambre constituée par le panier et les fourreaux. Voir fig. précédente.

Il est important que la vis soit de faible diamètre pour que la distance à parcourir par l'huile pour arriver jusqu'aux ouvertures entre les barres du panier soit la plus faible possible.

La montée de la pression est aussi créée partiellement par les tourteaux comprimés qui se trouvent à la sortie du fourreau qui complète l'action du cône.

Les broyats sont alors écrasés et libèrent les huiles. Les huiles ainsi extraites s'échappent par le chemin le plus facile c'est-à-dire l'intersection entre les barres du panier. Cet interstice est par contre trop étroit pour laisser passer les tourteaux qui sont évacués par le cône de sortie.

Les 100 kg des graines de *Jatropha Curcas* ont été triturés dans cette presse pendant 8h de temps. Ce qui donne donc une capacité de transformer 12,5 kg / h.

### 1.1.3. Clarification de l'huile

La clarification consiste à la mise en œuvre des techniques simples telles la décantation. La clarification de la solution retenue se fait en deux étapes :

Une première décantation,

Une deuxième décantation suivie d'un tamisage

#### **Première décantation :**

Au cours de l'extraction, des impuretés peuvent glisser dans l'huile, Ce sont des farines, de l'eau, des fractions de boues.

La technique utilisée pour l'enlèvement de ces impuretés solides consiste à effectuer en 1<sup>er</sup> lieu une décantation dans le bac de décantation équipé d'un fond en pente à 30° environ et un robinet de puisage (c'est-à-dire le bac de décantation de la photo suivante).



**Photo 6 : Cuve de collecte de l'huile**

Pour assurer une bonne filtration, on laisse se décanter l'huile pendant trois jours (après pressage), on récupère par siphonage le surnage qui est une huile très claire et une partie pâteuse reste décantée dans le récipient. Cette pâte contient une quantité très importante (environ 4 litres) d'huile qui sera récupérée par une deuxième décantation. Le liquide ainsi obtenu a une apparence claire dépourvue de suspension solide.

La première partie de l'huile récupérée est conditionnée dans un bidon en inox de 25 litres.

***Deuxième décantation :***

La pâte restante est versée sur un tamis (le morceau de tissu) de 1,60 m de long et de 1 m de large; équipé d'une toile de 60 à 90 mailles par pouce et posé sur le décanteur. Cette deuxième décantation est effectuée pendant 9 jours (pour permettre à l'huile restante dans la farine de s'infiltrer). Cela a permis le 3 / 4 de l'huile qui était restée dans la pâte de s'écouler dans le bac de récupération de l'huile et sera récupérée et conditionnée. Cette deuxième opération donne une huile très claire.

**1.1.4. Calcul des rendements**

**a) Rendement en huile :** à partir de 100 kg de graines, nous avons obtenu 23 kg d'huile. Soit 26 litres d'huile. D'où le rendement de :

$$\xi = \frac{23 \times 100}{100}, \text{ soit } 23\% \text{ du poids en huile.}$$

**b) Rendement en tourteaux :** on a obtenu 72 kg de tourteaux

$$\xi = \frac{72 \times 100}{100}, \text{ soit } 72\% \text{ en poids.}$$

**c) Rendement en farine** : nous avons obtenu 4 kg de farine après récupération de la quantité d'huile restante.

$$\xi = \frac{4 \times 100}{100}, \text{ soit } 4\% \text{ en poids.}$$

### 1.1.5. Spécification de l'huile de *Jatropha Curcas*

#### CARACTERISTIQUES ORGANOLEPTIQUES

Ces caractères se rapportent à :

**a) La couleur** : l'huile fraîche de *jatropha* est à peu près incolore, surtout lorsqu'elle est extraite à froid. Elle devient jaune par exposition à l'air. Elle a une couleur jaune sombre, et elle vire au jaune rougeâtre lors d'une exposition prolongée à l'air.

**b)**



**Photo 7 : Huile brute**

**b) L'odeur et la saveur** : son odeur dépend du procédé d'extraction et de la durée d'entreposage.

En général, l'huile a une odeur caractéristique semblable de celle de l'arachide qui la distingue des autres huiles. Sa saveur est douceâtre et agréable.

#### CARACTERISTIQUES PHYSIQUES

A la température ambiante, l'huile de *jatropha curcas* est fluide. Plusieurs auteurs ont déterminé les caractéristiques de l'huile de *Jatropha* : ADAM, dans son ouvrage "les plantes à matières grasses", a donné les chiffres consignés dans le tableau suivant :



Tableau 9 : Caractéristiques physiques de l'huile de *Jatropha curcas*

|                                | Bibliographie [20] | Valeurs expérimentales |
|--------------------------------|--------------------|------------------------|
| Densité à 20°                  | 0,920              | 0,9167                 |
| Indice de cétane               | 23 / 51            | 51                     |
| Indice de réfraction           | 1,4728             | 1,4711                 |
| Viscosité (mm <sup>2</sup> /s) | 75,7 à 20°C        | 58 à 25°C              |
| Pouvoir calorifique (MJ/kg)    | 39,628             | 40,6                   |
| Pouvoir rotatoire              | –                  | - 2,60°                |
| Point feu                      | 247°C              | –                      |
| Point d'éclair                 | 340°C              | 295 – 320              |

L'indice de réfraction (1,4711) qui est compris entre 1,470 et 1,476 indique que cette dernière appartient aux huiles sémi-siccatives. [20]

A partir de ce tableau, l'on peut noter que, la valeur de la densité inférieure ou égale à 0,920 permet de classer l'huile de *Jatropha* dans le groupe des huiles siccatives ( $0,913 < d_{15} < 0,920$ ). La densité ne dépend ni de l'année ni du lieu d'échantillonnage. [20]

La viscosité déterminée aux températures de 35°C et 100°C est nettement supérieure à celle de l'huile d'olive. Ceci indique les qualités lubrifiantes de cette matière grasse. Le point de congélation est relativement bas.

### CARACTERISTIQUES CHIMIQUES

Afin de juger la valeur utilitaire du *Jatropha Curcas*, il convient de déterminer les constantes chimiques de l'huile, car elles exercent une influence pour une utilisation éventuelle.

Ces constantes portent conventionnellement le nom d'indice et dépend de la nature des corps gras.

Ces indices sont :

- Indice d'acide et acidité
- Indice d'ester
- Indice de saponification

Chaque indice a un rôle spécifique sur l'huile. Dans la première partie on trouve la définition de chacun d'entre eux.

La détermination expérimentale de ces indices pour notre échantillon a été effectuée suivant la norme NFT – 60 .

Dans le tableau suivant différents auteurs ont déterminés les caractéristiques chimiques de cette huile :

**Tableau 10 : Caractéristiques chimiques de l'huile brute**

|                              | Valeurs expérimentales | Bibliographie [20] |
|------------------------------|------------------------|--------------------|
| <b>Indice d'ester</b>        | 190                    |                    |
| <b>Indice 'acide</b>         | 4,2                    | 3,66               |
| <b>Indice d'iode</b>         | 100                    | 100                |
| <b>Indice saponification</b> | 194                    | 194,2              |
| <b>Indice de cétane</b>      | –                      | 51                 |
| <b>Acidité</b>               | 0,42                   | 1,84               |

L'indice de saponification de l'huile de *Jatropha Curcas* qui est égal à 194 compris entre 190 et 200, il montre que cette huile n'a subi aucun traitement artificiel d'addition, tels que agents conservateurs, colorants et huiles de natures différentes. [20]

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres contenus dans l'huile exprimé conventionnellement selon le corps gras en : Acide palmitique, Acide oléique, Acide laurique,

Pour l'huile de *Jatropha Curcas*, l'acidité est exprimée en acide oléique

Il ressort du tableau que précédent que l'huile de *Jatropha Curcas* est moyennement saponifiable.

### 1.1.6. Détermination des acides gras

#### Composition de l'huile de *Jatropha Curcas*

Les principaux acides gras contenus dans l'huile de *Jatropha Curcas* [24] sont :

Acide palmitique (C<sub>16</sub>),

Acide oléique (18 : 1w 9)

Acide linoléique (18 : 2 w 9, 12).

D'autres acides peuvent être aussi présent mais leurs proportions sont relativement négligeables.

Ce sont :

Acide palmitoléique (16 : 1w9),

Acide stéarique (C<sub>18</sub>), l'acide linoléique (18 : 3w 9, 12, 15) et

Acide arachidique (C<sub>20</sub>).

Des divers constituant non triglycéridiques (en faible quantité) peuvent s'ajouter à ces acides gras. Ce sont surtout des phosphatides, des acides libres, des stérols et des pigments.

Au total, la masse moléculaire moyenne de l'huile de *Jatropha Curcas* est d'environ 433g.

### Proportion en Acide gras (par chromatographie en phase gazeuse)

Comme nous l'avons annoncé, l'huile de *Jatropha* est constituée en majeure partie par les acides gras cités dans le paragraphe précédent.

Les résultats d'analyse d'un échantillon d'huile de *Jatropha* obtenu par chromatographie en phase gazeuse sont représentés dans le chromatogramme suivant :

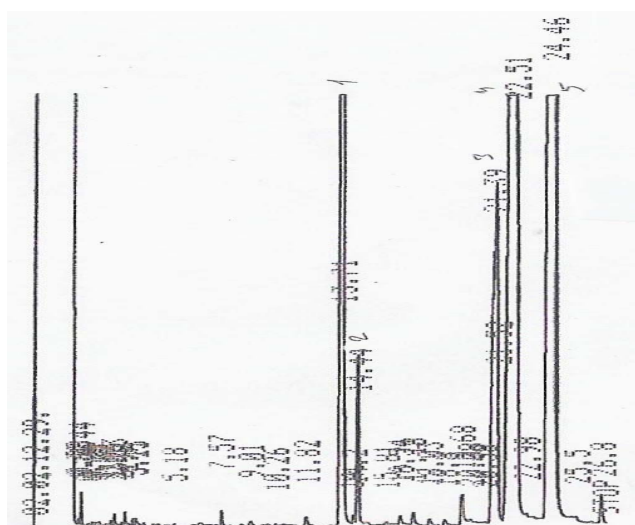


Figure 2 : Chromatogramme de l'huile brute

La proportion en acides gras obtenue par CPG est notée dans le tableau suivant. La détermination expérimentale de cette proportion est évoquée dans l'annexe n°7.

Tableau 11 : Composition chimique de l'huile de *Jatropha*

| Acides gras      | Proportions en %       |               |
|------------------|------------------------|---------------|
|                  | Valeurs expérimentales | bibliographie |
| Acide oléique    | 37,18                  | 39,48         |
| Acide linoléique | 41,48                  | 39,41         |
| Acide palmitique | 13,95                  | 14,56         |
| Acide stéarique  | 5,85                   | 5,94          |
| Insaponifiables  | —                      | 2             |

### **Interprétation**

La composition en acides gras de l'huile de *Jatropha Curcas* brute est assez similaire à celle de l'huile d'olive. Les acides palmitiques, oléiques et linoléiques prédominent dans l'huile de pourghère. L'acide linoléique en est le constituant majeur.

La somme acide oléique et acide linoléique atteint une valeur allant jusqu'à 78,66% ce qui justifie la fluidité de l'huile à la température ambiante

### **Insaponifiables**

Outre les glycérides, DROIT [10] a trouvé dans l'huile de *jatropha Curcas* 0,1% d'insaponifiable se scindant en une résine amorphe et un sitostérol bien cristallisé.

Cet insaponifiable se présente uniformément sous l'aspect d'une masse jaune, plus ou moins foncée, suivant la provenance de l'huile, amorphe, possédant une odeur âcre et nauséabonde. Il est difficile à décolorer. Son point de fusion par la méthode du tube capillaire est compris 135° - 136°C

## 2. OPERATIONS DE RAFFINAGE DE L'HUILE DE JATROPHA

### 2.1. ETUDES EXPERIMENTALES

#### 2.1.1. Généralités

L'huile brute ainsi extraite n'est évidemment pas formée exclusivement par les triglycérides et les insaponifiables. Elles contiennent en outre des acides gras libres et de diverses impuretés telles les protéines, les phospholipides qui confèrent à l'huile l'instabilité (détérioration de la qualité à la coloration trouble, à la production de mousse)

**Tableau 12 : Constituants d'une huile ou d'une graisse**

| CONSTITUANTS NATURELS |  | Substances d'origines externes<br>(contaminant)  |
|-----------------------|--|--|
| Majeurs               | Mineurs  |  |
| Triglycérides         | <ul style="list-style-type: none"> <li>- Mono et diglycérides</li> <li>- Acides gras</li> <li>- Phosphatides, glycolipides</li> <li>- Pigments</li> <li>- Vitamines A, D, E, K</li> <li>- Hydrocarbures</li> <li>- Cérides, esters, éthers</li> <li>- Composés soufré et azoté</li> <li>- enzymes</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>- Composés métalliques</li> <li>- Mycotoxines (aflatoxines)</li> <li>- Produits phytosanitaires (pesticides)</li> </ul> |

Ces diverses impuretés feront donc l'objet d'élimination car l'huile sera sujette à une détérioration. Nous allons mettre en œuvre les procédés usuels de traitement de raffinage d'huile pour rectifier les indices anormaux.

En effet, des essais effectués avec l'huile brute c'est-à-dire non traitée comme combustible dans le moteur que nous allons effectuer nos essais, ont donné des résultats non satisfaisants. On a enregistré :

- Une haute viscosité, ce qui entraîne la difficulté du démarrage à froid du moteur
- Un dépôt de calamine sur le nez de l'injecteur provenant de la présence de matière non combustible dans l'huile brute qui peut être des gommages contenues dans l'huile brute.
- Des effets négatifs à long terme sur les pièces mécaniques du moteur causés par l'effet des acides libres contenus dans l'huile : en effet, à long terme, les acides gras libres ont des effets corrosifs sur les matières métalliques

Dans cette partie, nous allons essayer de chercher une solution à ces problèmes en procédant au raffinage de l'huile brute. Cette opération comprend : la démulcination (dégommage), la neutralisation, le lavage et le séchage.

### **a) Dégommage au laboratoire**

#### **Conditions opératoires**

La littérature nous propose plusieurs procédés de dégomme des huiles végétales. Notamment l'utilisation des lessives alcalines, des acides (acide chlorhydrique, acide citrique, acide oxalique, acide phosphorique), ou bien l'utilisation de l'eau distillée. La méthode la plus utilisée de ces deux dernières est la méthode classique de dégomme par hydratation c'est-à-dire l'usage de l'eau distillée.

Certains auteurs portent la matière grasse à une température comprise entre 60 et 80°C avant de verser la quantité nécessaire d'eau. D'autres portent l'eau à 80 à 90°C avant de la verser dans l'huile. Pour effectuer cette opération, nous avons choisis le dégomme avec chauffage de l'huile au préalable à 90°.

Pour avoir des précisions sur ce dégomme, nous avons effectué des essais au laboratoire pour confirmer la quantité nécessaire d'eau à utiliser pour cette opération en utilisant différents volumes d'huile.

#### **Mode opératoire**

- Verser 100 ml d'huile dans un b cher de 200 ml et chauffer jusqu'  90°C
- Verser de l'eau distill e (3% par rapport au volume d'huile) et agiter le m lange   l'aide d'un agitateur magn tique pendant 20   30 minutes.
- Laisser d canter pendant cinq heures.

Trois phases apparaissent :

La premi re est la plus dense que les autres : ce sont les gommages

L'eau surnage au dessus des gommages form s

L'huile surnage au dessus de l'eau

On soutire l'huile et on p se les gommages par une balance analytique



Photo 8: Résultats de dégommage

Résultats des essais de dégommage effectués au laboratoire

Le tableau suivant vous présente les résultats des différents essais effectués au laboratoire de Votovorona.

Tableau 13 : Résultats de différents essais de dégommage effectués au laboratoire

| Essai N° | PE (ml) | Quantité d'eau ajouté en ml | Agitation (min) | Perte (ml) | Perte (%) | Rdt (ml) | Rdt (%) |
|----------|---------|-----------------------------|-----------------|------------|-----------|----------|---------|
| 1        | 100     | 3 (3%)                      | 15              | 3          | 3         | 96       | 96      |
| 2        | 100     | 5 (5%)                      | 30              | 4          | 5         | 95       | 94      |
| 3        | 100     | 7 (7%)                      | 20              | 4          | 5         | 96       | 94      |
| 4        | 160     | 4,8 (3%)                    | 30              | 3          | 4,8       | 155      | 97      |
| 5        | 160     | 8 (5%)                      | 20              | 8,5        | 5,31      | 147      | 92      |
| 6        | 160     | 11,2 (7%)                   | 15              | 7          | 4,68      | 148      | 93      |
| 7        | 200     | 6 (3%)                      | 30              | 7          | 3,5       | 192      | 96      |

### Interprétation

Les différents essais que nous avons effectués nous montrent que pour une même quantité de matière grasse à dégommer, plus la quantité de l'eau ajoutée est importante, plus le rendement en gomme précipité est important (cas des essais N°1 et N°2).

Le dégommage dépend bien évidemment de l'agitation. En prenant le cas de l'essai N°1 et N°2 on constate que plus l'agitation est intense plus les gommages se déposent plus et rapidement.

### b) Essai de neutralisation

Les opérateurs utilisent à plusieurs reprises les procédés physiques et de quantités de réactifs chimiques. Différents paramètres peuvent être combinés avec différentes variations afin d'obtenir une huile de qualité acceptable avec un rendement conséquent.

Les facteurs sont les suivants :

- Apport de soude : la neutralisation d'effectuant lors du contact entre phase aqueuse (solution sodique) et liquide (huile). La quantité théorique utilisée est titrée à

partir des formules et abaques proposés par RASOARAHONA (1980) [27] tout en tenant compte de la variation de l'excès pour faire l'élimination des impuretés indésirables.

- La modalité de contact : en simple ou en double traitement.
- La température à laquelle se déroule la réaction.
- La durée et l'intensité de l'agitation.

### **Mesure de l'acidité**

Avant l'essai, la valeur de l'acidité doit être connue car la quantité de soude utilisée en dépend. La détermination est faite suivant la norme NF60 – 204. Cette valeur est exprimée en général en acide oléique (%).

Cette mesure doit être refaite après chaque essai afin de vérifier l'efficacité de la neutralisation

### **Mesure du rendement**

C'est le rapport en pourcentage (%) de la fraction soutirée après sédimentation. Nous adoptons pour le calcul de ce rendement les proportions de solutions de RASOARAHONA (1980) [27].

Dans la perte totale, c'est-à-dire la quantité de soapstock obtenue à la fin de l'essai sont inclus le savon formé, l'huile neutre entraînée, le poids de la solution alcaline utilisé.

Par conséquent, en retranchant le poids de la solution de soude et le poids de soapstock, on obtient la perte nette c'est-à-dire les acides gras libres saponifiés, l'huile neutre saponifiée et l'huile neutre entraînée.

## **2.2. PROCEDURES EXPERIMENTALES, DETAILS DES RESULTATS**

### **a) Correspondance entre °Bé et caractéristiques des solutions de soude**

La graduation en degré Baumé (°Bé) est une graduation essentiellement densimétrique, effectuée à l'aide de densimètres conventionnellement gradués. Pour les solutions de soude dans l'eau, les correspondances sont données dans l'annexe 1.

### **b) Procédure d'essai au laboratoire**

Durant les essais, nous faisons varier, au cours des essais, les différents facteurs cités précédemment pour parvenir à des résultats comparables et choisir les conditions normales de neutralisation. Les essais effectués au laboratoire ont été faits dans des conditions parfaitement définies pour pouvoir être utilisés d'une manière reproductible.

### **c) Conditions opératoires**

Nos essais sont résumés dans le tableau ci-après :

**Tableau 14 : Programme d'essai pour la neutralisation**



| Essai | PE (g) | Température | Durée (min) | Mode de traitement | Concentration |
|-------|--------|-------------|-------------|--------------------|---------------|
| 1     | 50     | Ambiante    | 10          | Simple             | 20°Bé         |
| 2     | 50     | Ambiante    | 10          | Simple             | 20°Bé         |
| 3     | 50     | Ambiante    | 10          | Simple             | 20°Bé         |
| 4     | 50     | Ambiante    | 10×2        | Double             | 20°Bé         |
| 5     | 50     | Ambiante    | 10×2        | Double             | 20°Bé         |
| 6     | 50     | Ambiante    | 10×3        | Double             | 20°Bé         |

La teneur en acide gras libre est de 0,70%

pH initial est de 4,8.

### Mode opératoire

Comme il a été démontré dans les analyses, cette huile a un acidité élevée. Elle doit être préalablement raffinée en éliminant les acides gras libres sous forme de soap stock.

Industriellement, la séparation des soap stocks se fait par centrifugation. Pour l'étude on se contente de la séparation par simple décantation.

On procède comme suit :

- Peser 100 g d'huile brute dégomée dans un bêcher de 200 ml.
- Ajouter la quantité de lessive correspondante
- A l'aide d'un agitateur magnétique, agiter l'huile en versant la quantité de soude correspondante.
- Pendant 10 minutes, arrêter l'agitateur et laisser décanter le mélange. Après 2 heures de temps deux phases se séparent. l'une qui surnage est l'huile raffinée et l'autre de couleur blanche qui se décante est le soap stock.



Photo 9 : Résultats de neutralisation et soap stock

On sous tire l'huile par un simple siphonage.

- On lave l'huile à l'aide de l'eau (30 à 50% par rapport à l'huile) distillée en procédant à une agitation.
- En fin on procède à un séchage par le  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .

A la fin de cette opération de séchage par le  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , on a obtenu une huile de couleur jaune orangée qui est présentée dans la photo ci-dessous.



Photo 10 : Huile de Jatropha raffinée

**Remarque :** Cette couleur jaune orangée provient du fait que l'huile a été chauffée au préalable pendant l'opération de démulcination. En effet, la couleur est aussi influencée par le surchauffage. Une température trop élevée fixe cette couleur et fait que l'huile est difficile à blanchir. Ceci arrive régulièrement avec des huiles qui ont été surchauffées durant la démulcination.

#### d) Expression des résultats

Les résultats ont été comme suit :

Tableau 15 : Résultats des différents essais de neutralisation effectués au laboratoire

| Essai | PE (g) | pH <sub>i</sub> | Soude (g) | Soapstock (g) | Soapstock (%) | Rendement (g) | Rendement (%) | pH <sub>f</sub> |
|-------|--------|-----------------|-----------|---------------|---------------|---------------|---------------|-----------------|
| 1     | 50     | 4,8             | 0,04963   | 6,74          | 13,48         | 43,26         | 86,52         | 6,11            |
| 2     | 50     | 4,8             | 0,04963   | 6,4           | 12,8          | 43,6          | 87,2          | 6,11            |
| 3     | 50     | 4,8             | 0,04963   | 7,02          | 14,04         | 42,98         | 84,58         | 6,11            |
| 4     | 50     | 4,8             | 0,04963×2 | 13,09         | 26,18         | 36,91         | 73,82         | 7,11            |
| 5     | 50     | 4,8             | 0,04963×2 | 12,29         | 24,58         | 37,71         | 75,42         | 7,81            |
| 6     | 50     | 4,8             | 0,04963×2 | 12,05         | 24,1          | 37,91         | 75,82         | 7,91            |

Ces résultats sont interprétés ci-après par les diverses influences constatées lors de nos manipulations au labo de Vontovorona.

## 2.3. INFLUENCE DES DIVERS FACTEURS SUR LA QUALITE DE L'HUILE

### a) La couleur

En milieu alcalin, on rencontre une condensation des groupements carbonyles entre eux, et une formation de structures lourdes colloïdales rejoignant le soapstock. Une grande partie des phospholipidiques, pigments préexistants et autres impuretés d'origine oxydative sont donc enlevés et détruit par la soude durant ce phénomène.

Dans tous les essais, nous assistons à une décoloration notable après neutralisation à la soude et nous obtenons une huile de couleur jaune.

Les soapstocks contiennent donc en grande partie les composés responsables de la couleur de l'huile au début, et sont constitués essentiellement par :

- Savons formés par la neutralisation des acides gras libres
- Acides gras libres non saponifiés
- Huile neutre entraînée
- Les mucilages ou phospholipides
- Les insaponifiables et les autres pigments.

En effet, les essais réalisés ont des résultats qualitatifs corrects ce qui confirme la corrélation bien précise à l'effet de décolorant important de la soude et les différents paramètres de la neutralisation.

### b) L'agitation et la durée de contact

La durée de contact et l'intensité de l'agitation ont une influence très nette sur la qualité de l'huile obtenue. Ces deux conditions devront être conduites d'une manière plus favorable (optimale) et reproductible. Ils mettent en jeu l'efficacité de la réaction d'une part et les pertes inévitables d'autre part.

Dans notre programme, nous avons tenu en compte les hypothèses du travail proposé par RASOARAHONA (1980) [27]: le contact énergétique fait passer préférentiellement et rapidement les pigments et les autres impuretés de l'huile dans la phase aqueuse. Si on prolonge le contact, il peut se produire un phénomène de rediffusion de ces substances dans l'huile ce qui élimine l'avantage acquis par l'agitation.

De même une agitation peu importante et longue favoriserait l'imprégnation des particules de soapstock formées par adsorption d'huile. Certes, une agitation permet d'augmenter la surface de contact entre les deux phases, mais pourrait provoquer la formation des particules colloïdales d'émulsion d'huile dans la phase aqueuse, mais en réduisant la durée de contact, on limite ce risque.

En outre, une faible agitation n'ayant aucune influence très nette à l'atténuation de la couleur de l'huile. De plus une durée de contact très courte ne rend pas efficace la neutralisation.

L'agitation et la durée de contact procurent ou apportent donc à la neutralisation un dilemme avantageux d'une part et ingrat d'autre part. il s'avère donc dans nos programmes de voir les conditions optimales.

Dans nos conditions opératoires, nous mettons en œuvre une alternative, que nous estimons favorable, entre les deux.

- L'agitation entreprise au début de l'opération est forte, allant de 250 tours par minute, pour augmenter le coefficient de diffusion des pigments dans la phase aqueuse et l'accélérer un peu la réaction.
- La durée de contact, d'après l'observation des résultats dans la littérature, nous la faisons varier entre l'intervalle de 10 minutes à 30 minutes. Une durée plus prolongée pourra être inutile et induite probablement à une perte assez conséquente. Par contre, un temps très court ( $t > 10$ ) rend efficace la neutralisation d'où la valeur de l'acidité est encore assez élevée.

Dans tous les sens, la durée de contact ainsi que l'intensité de l'agitation sont des conditions opératoires très délicates car on devra tenir compte de son efficacité dans un temps donnée et la reproductibilité. Ils doivent être conduits de manière à obtenir un compromis efficace entre la qualité (physique, chimique) de l'huile et les pertes inévitables à la neutralisation.

### **c) Influence de la concentration**

D'après les analyses effectuées par RASOAROHONA (1980) [27], l'influence de la concentration des lessives de soude sur la couleur est relativement faible. La lessive procure un effet favorable sur l'atténuation de la couleur et une forte concentration de 22°Bé et 24°Bé favorise une rediffusion des pigments dans l'huile.

La littérature mentionne également que les soapstocks issus des lessives plus concentrées sont solubles, moins gras et plus compacts. Ces propriétés sont fort recherchées dans notre travail. Nous devons éliminer ce cas car une telle concentration induit la formation d'un gel de la masse d'huile et tend à générer considérablement la sédimentation.

Nous adoptons donc comme optimum la concentration à 20°Bé dans nos conditions opératoires.

### **d) Influence du mode de traitement**

Le mode de traitement a également un effet significatif. On constate en outre une influence importante sur les pertes à la neutralisation.

En simple traitement, cas de l'essai n°1, n°2 et n°3, les pertes se situent respectivement à 13,48%, 12,8%, et 14,04%, alors qu'en double traitement cas de l'essai n°4, n°5 et n°6, on parvient aux pertes de l'ordre de 26,18%, 24,58%, et 24,1%. De part ces résultats, le mode de traitement simple s'avère plus intéressant que le double pour diminuer les pertes totales à la neutralisation, de faciliter ainsi les manipulations et de réduire les pertes de temps.

## 2.4. RAFFINAGE D'HUILE DE JATROPHA CURCAS A L'ECHELLE ARTISANALE

### 2.4.1. Nécessité du raffinage

L'huile brute contient encore des impuretés (Cf § 2.2.1 tableau n°10). Celles-ci doivent être éliminées par le procédé de raffinage. A part l'huile au sens propre sous forme de triglycérides, les corps gras bruts contiennent aussi d'autres substances naturelles en quantités relativement faibles, comme les colorants, acides gras, et phospholipide tocophérols, produits d'oxydation. Seul le raffinage est capable d'éliminer ces composés.

### 2.4.2. Enjeux du raffinage

L'huile raffinée en grande partie, proche de 99%, est constituée par des triglycérides. Le but principal de cette pratique est de prévenir l'altération en supprimant les substances réactives. Nous aboutissons donc à une huile stable ou de qualité constante.

### 2.4.3. Raffinage à l'échelle d'une unité d'exploitation

#### a) Généralités

La conduite d'un raffinage à l'échelle réelle consiste à reproduire ou transposer les conditions opératoires du laboratoire dans lesquelles s'effectue la neutralisation.

Elle concerne :

- La concentration des lessives de soude : elle est à 20°Bé.
- Le mode de traitement : le traitement est simple
- La durée de contact : un temps de 10 minutes
- L'agitation : elle est 80 tours par minute
- La température de traitement : 25°C (ambiante)

#### b) Le traitement des huiles

#### c) La clarification (voir chap. précédent)

#### d) La séparation et la décantation (voir chap. précédent)

## 2.5. DEGOMMAGE

Cette opération consiste à éliminer de l'huile brute préalablement décantée les phospholipides, les glycolipides, les cires...

La présence de ces impuretés entraîne un certain nombre d'inconvénients qui nuisent aux qualités organoleptiques et chimiques dans un temps très limité même si les conditions de conservation sont parfaitement respectées.

Dès la démulcination, l'adjonction d'eau chaude se fait. L'utilisation d'une telle méthode a des limites. Seules les impuretés facilement hydrolysables y sont précipitées. Nous n'avons aucun moyen de vérifier ce propos (taux de phosphore) mais un décantât blanc en émulsion le confirme.

### **Equipements utilisés**

Durant les manipulations, nous avons utilisé les matériels et équipements suivants :

- marmite de 5 litres.
- réchaud à pétrole
- agitateur mécanique (un morceau de bois de 50 cm de long)
- thermomètre pour le contrôle de la température
- éprouvette graduée de 200 millilitres de volume pour la mesure de la quantité d'eau nécessaire
- lessive de soude à 20°Bé
- balance
- fûts de décantation

## 2.6. OPERATION DE NEUTRALISATION

A part la dépréciation de la qualité des graines, l'huile se dégrade aussi facilement si les conditions d'entreposage sont défavorables. De plus la démulcination n'est pratiquement pas une solution suffisante à l'amélioration de la qualité.

La démulcination vise seulement à éliminer les substances hydrosolubles de l'huile. Cette opération n'a pas d'influence sur la teneur en acides gras libres qui fait partie de nos études qui servent à les neutraliser pour éviter une attaque des pièces mécaniques du moteur que nous avons effectué nos essais avec l'huile de *Jatropha*. La neutralisation à la soude vise donc à éliminer les acides gras libres sous forme de savon ou pâtes de neutralisation.

### **Mesure de l'acidité**

Cette mesure doit être connue pour savoir la quantité de lessive préalablement nécessaire et d'avoir des résultats plausibles (qui peut être considéré comme vrai) à la neutralisation (Annexe n° 1). L'acidité de l'huile brute non neutralisée est de 0,70%.

## 2.7. METHODE DE NEUTRALISATION

Il existe divers moyens de neutraliser l'huile, mais nous distinguons généralement la méthode de traitement à sec et la méthode de traitement à l'eau.

### a) La méthode de traitement à l'eau

Cette méthode exige des températures plus élevées et des lessives plus claires. Le soapstock étant enlevé par lavage à l'eau. La charge est tout d'abord chauffée à la température voulue puis on y ajoute la lessive portée à la même température. Cette méthode est abandonnée fort longtemps par les industriels vu l'utilisation d'énorme quantité d'eau, d'énergie et de plus un manque à gagner par faute de valorisation des soapstocks.

### b) La méthode de traitement à sec

Nos conditions opératoires sont conformes aux exigences de cette méthode. Nous utilisons une lessive forte (20°Bé) à basse température (température ambiante).

Pendant que la charge (huile) est brassée à grande vitesse (100 tours/ min), nous ajoutons la lessive dont la température est celle de l'huile. Cette opération dure 10 minutes.

Nous arrêtons l'agitation et nous laissons le mélange se décanter pendant plusieurs heures (par exemple, pendant la nuit) jusqu'à ce qu'un soapstock ferme et concentré se soit formé. L'huile claire surnageante étant ensuite soutirée.

### c) La lessive utilisée

L'agent de neutralisation est la soude caustique perlée diluée jusqu'à un certain point de concentration exprimé en degré Baumé (Bé), les détails de la correspondance entre Bé et les caractéristiques de la solution sont mentionnées dans l'annexe n° 1.

#### Calcul de la quantité de soude caustique nécessaire :

Théoriquement, il faut 0,1418 kg de soude caustique pour neutraliser 1 kg d'acides gras libres (calculés en acide oléique). Il convient toutefois d'ajouter une certaine quantité supplémentaire appelée excès (Annexe 1), que l'on exprime en pourcentage de soude caustique par rapport au poids d'huile.

Supposons une huile contenant  $y$  % d'acides gras libres, et une charge à raffiner de  $Q$  kg d'huile. D'après les essais effectués par RASOARAHONA (1980) [27] avec l'excès de soude de 0,3% au laboratoire :

- La soude caustique nécessaire pour la neutralisation est donnée par la formule

$$S(\text{kg}) = 0,1418 \times \frac{Q \times y}{100} \quad (1)$$

- L'excès de soude caustique

$$T(\text{kg}) = \frac{Q \times E}{100} \quad (2)$$

- La quantité totale de soude caustique par charge est  $V = S + T$

D'après (1) et (2) on a :

$$V = S + T = (0,1418y + E) \frac{Q}{100} \quad (3)$$

Or 1 kg de soude est contenu dans 5,87 l de solution à 20°Bé. La quantité totale de lessive totale à utiliser pour la neutralisation d'une charge  $Q$  avec excès  $E$  est donc donnée par la formule :

$$W(\text{l}) = \frac{5,87}{100} \times (0,1418Q + E) \quad (4) \quad \text{Soit } W(\text{l}) = Q \cdot 10^{-4} (83,23y + 587E) \quad (4')$$

$W$  exprimée en litre et  $Q$  exprimée en kg

Dans notre manipulation, nous n'avons pas utilisé cet excès car avec l'huile de *jatropha Curcas*, ce dernier entraîne une très forte perte d'huile d'après nos recherches effectuées au laboratoire.

Donc la charge nécessaire pour neutraliser notre huile est donnée par la formule

$$V' = 0,1418y \frac{Q}{100} \quad (\text{Kg}) \quad \text{soit} \quad W' = 83,23 \times y \times Q \cdot 10^{-4} \quad (\text{litres})$$

La charge  $Q$  peut être fixée suivant la capacité de trituration de l'unité. Nous admettons la construction d'un abaque (Annexe) à partir de la relation (2)

Le raffinage à un triple objectif visant à éliminer :

- Les acides gras libres, les gommes
- Les matières colorantes
- Les odeurs indésirables
- Etc.



## 2.8. SEPARATION DE L'HUILE ET DES SOAPSTOCKS

Cette opération est effectuée dans des fûts transparents (bidon de 20 litres). Après avoir mélangé la solution de lessive calculée précédemment dans la quantité correspondante, et après agitation, on verse le mélange dans les fûts et on laisse décanter pendant une nuit.

Après décantation, deux phases se séparent l'une de l'autre. La partie saponifiée (les acides gras libres) sont décantées l'huile surnage que l'on récupère par siphonage.

### **Lavage**

Cette opération vise à éliminer les savons et à entraîner par l'eau les traces de soude et d'autres substances hydrosolubles pouvant subsister dans l'huile.

Nous effectuons le lavage de l'huile en deux étapes par mélange et brassage de l'huile avec de l'eau chaude ou froide dans le saut où nous faisons la neutralisation. Nous procédons ensuite à la séparation de deux phases par décantation. Nous avons utilisé l'eau de JIRAMA froide (à 25°C) représentant 20% de la charge.

Dans la littérature, une huile bien lavée de ce procédé représente moins de 30 mg/kg de savon.

Nous n'avons pas utilisé de l'eau froide pour la seule raison que l'eau froide chauffée l'huile au dessus de la température nécessaire pour le traitement, et dans cette condition la vitesse d'oxydation de cette huile est approximativement triplée pour chaque augmentation de 10°C. Ceci implique que l'équipement et le mode de traitement garantissent la température la plus basse possible.

Le lavage entraîne une légère modification de l'aspect et la couleur de l'huile. Cette modification peut être caractérisée par l'émulsion fine d'eau dans l'huile.

La température, le degré d'agitation, influent sur la taille des diverses particules (gouttes d'eau, bulle d'air) présentes dans l'huile.

### **Séchage**

L'huile préalablement lavée a une forte humidité. Le brassage de la précédente opération risque de former une fine émulsion d'eau dans l'huile qui est difficilement séparée lors de la décantation. On a donc une huile plus ou moins trouble. Le sulfate de sodium ayant un pouvoir absorbant d'eau nous a permis de sécher ces molécules. Le taux de l'humidité préconisé étant inférieur 0,2%. Ces molécules d'eau serviront à l'affaiblissement du démarrage du moteur.

A part le sulfate de sodium, la littérature propose d'autres méthodes de séchage. Notamment par le feu doux, par distillation sous vide à 60°C.

## 2.9. MESURE DU RENDEMENT

Bilan matière à chaque opération unitaire

Le bilan matière à toutes étapes exprime la conservation de la masse matière ainsi que la conservation de la masse de chacun des constituants.

Nous tenons en compte donc du bilan sur les matières totales : comme il n'y a pas d'accumulation de matières dans le système, nous pouvons écrire :

$$\text{Masse des matières entrantes} = \text{Masse des matières sortantes}$$

### Principe

La mesure des matières entrantes et sortantes à chaque opération se réalise par pesée direct ou par estimation de matière contenue ou à mélanger dans le bac.

Le diagramme montre le bilan matière au cours de la neutralisation

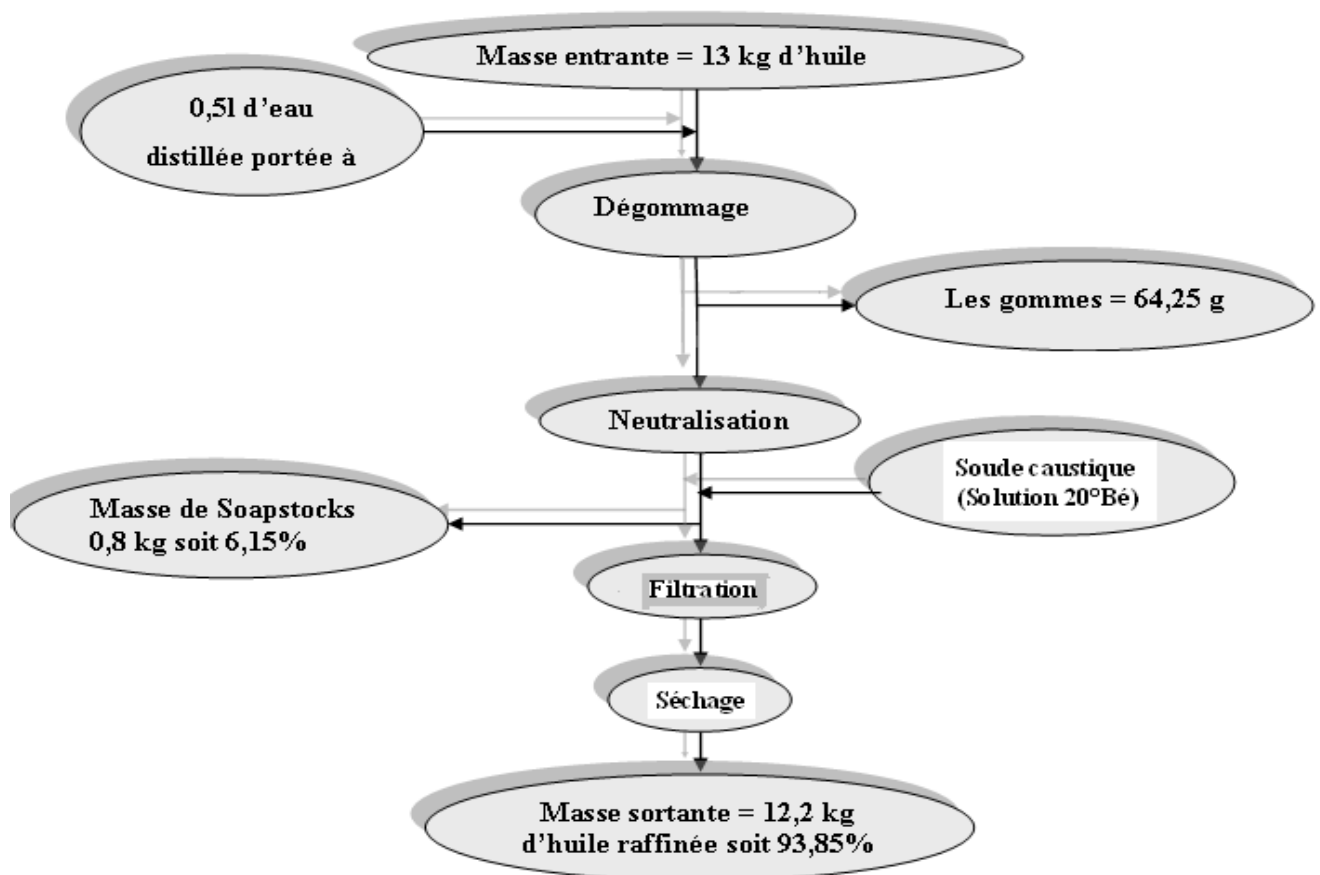


Figure 3: Diagramme du bilan des opérations de raffinage

## 2.10. LE FLOW SHEET

Industriellement, le procédé de production d'huile raffinée est divisé en trois opérations successives : (pressage, dégommage et raffinage). Chacun de ces sous-groupes peut être constitué par des nombres variables de série d'opérations unitaires.

### Schéma récapitulatif de l'opération de raffinage de l'huile de *Jatropha*

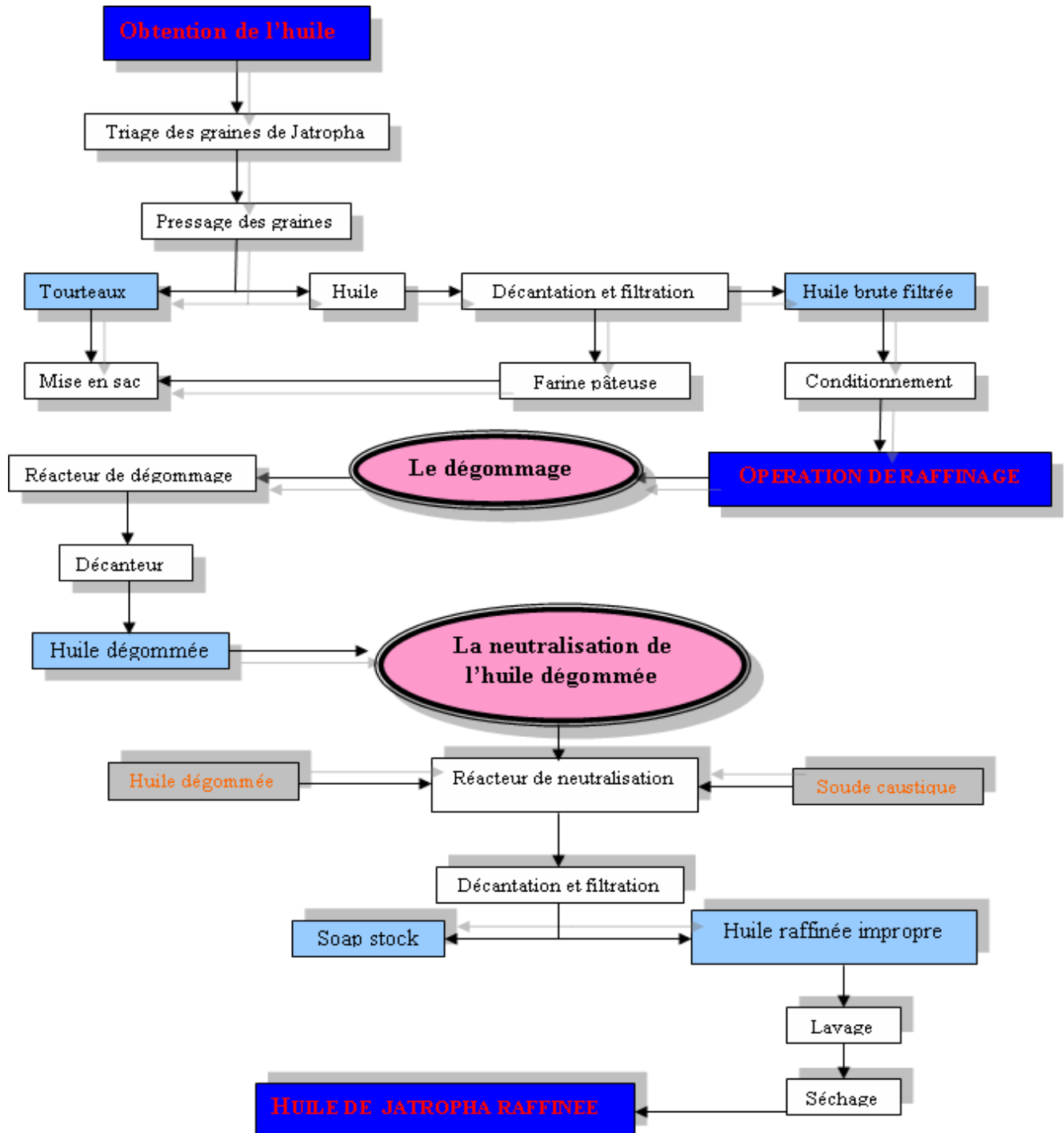


Figure 4: Diagramme de flow sheet de procédé de production d'huile raffinée

### 3. CARACTERISTIQUES SPECIFIQUES DEL'HUILE DE JATROPHA RAFFINEE

#### **Introduction**

Après avoir effectué l'opération de raffinage, l'huile obtenue doit être soumise à des analyses pour vérifier qualitativement et quantitativement ses propriétés qui lui sont nécessaire à une éventuelle utilisation comme carburant.

Ces analyses ont été effectuées dans différents laboratoires à Tana. Malgré les coûts importants de ces analyses, nous avons fait dans ces laboratoires les analyses qui donnent les caractéristiques adéquates pour une huile végétale d'être utilisée comme combustible dans un moteur Diesel.

Dans cette partie, nous ferons une étude comparative des caractéristiques de l'huile raffinée avec celle de l'huile brute et celle du gasoil.

#### 3.1. PROPRIETES PHYSIQUES DE L'HUILE DE JATROPHA RAFFINEE

Masse volumique : influence le débit et la combustion. Plus elle est faible, meilleure est la combustion.

##### **A) LA DENSITE**

L'huile obtenue après raffinage est plus lourde que le gazole et est légèrement moins lourde que l'huile brute. Sa densité à 20°C est égale à 0,915. Ceux du gazole et de l'huile brute sont respectivement 0,82 et 0,916 à cette même température.

Cette valeur de 0,915 qui est inférieure à celle de l'huile brute 0,916 montre que le produit de raffinage est moins lourd que celui du produit initial. Ce qui montre qu'au cours de cette opération, certains éléments lourds ont été éliminés de l'huile, comme les gommes. La détermination expérimentale est décrit dans l'annexe 5.

##### **b) la viscosité**

En effet, la valeur de la viscosité est limitée dans un certain intervalle puisque non seulement elle influe sur la propriété lubrifiante de l'huile raffinée mais elle contrôle aussi l'efficacité de son injection au niveau d'un moteur diesel.

La viscosité a une influence sur la régularité et la qualité de pulvérisation du combustible. Plus elle est faible, plus le produit est pulvérisé finement, ce qui optimise le mélange combustible/air à l'origine d'un meilleur fonctionnement du brûleur ou du moteur diesel.

**EXPRESSION DE RESULTATS**

À l'aide du viscosimètre à écoulement GESERCO que l'on voit dans la photo suivante, nous avons obtenus expérimentalement les résultats consignés dans le tableau suivant. Le mode expérimental de la détermination de la viscosité se trouve dans l'annexe 8. Dans ces tableaux, on trouve les différentes viscosités enregistrées en fonction des différentes températures effectuées au laboratoire de JIRAMA.



**Photo 11: Viscosité GESERCO**

Avec une lambourde de 3 mm et de 2,5 mm de diamètre, nous avons enregistré à l'aide de l'abaque de cette même annexe les résultats suivants :

Dans le tableau suivant on retrouve la variation des viscosités de l'huile de *Jatropha Curcas*, brute, raffinée et celle du gazole.

**Tableau 16 : Viscosité de l'huile brute et raffinée**

| Huile brute  |                  |               |                                | Huile raffinée |                  |               |                                |
|--------------|------------------|---------------|--------------------------------|----------------|------------------|---------------|--------------------------------|
| Orifice (mm) | Température (°C) | mps (seconde) | Viscosité (mm <sup>2</sup> /s) | Orifice (mm)   | Température (°C) | mps (seconde) | Viscosité (mm <sup>2</sup> /s) |
| 2,5          | 25               | 102           | <b>57,5</b>                    | 3              | 25               | 36            | <b>43</b>                      |
| 2,5          | 30               | 84            | <b>45</b>                      | 3              | 30               | 30,99         | <b>34</b>                      |
| 2,5          | 35               | 70            | <b>34</b>                      | 3              | 35               | 27,5          | <b>27</b>                      |
| 2,5          | 40               | 59            | <b>36</b>                      | 3              | 40               | 25,9          | <b>22,5</b>                    |
| 2,5          | 50               | 49            | <b>20,5</b>                    | 2,5            | 50               | 37            | <b>17,5</b>                    |
| 2,5          | 60               | 35            | <b>16,5</b>                    | 2,2            | 60               | 30            | <b>14,5</b>                    |

**Pour le gazole**

| Température (°C)               |                | 25   | 30  | 35  | 40   | 50   | 60   |
|--------------------------------|----------------|------|-----|-----|------|------|------|
| Viscosité (mm <sup>2</sup> /s) | Gazole         | 4,5  | 3,8 | 3,3 | 2,7  | 2,2  | 1,8  |
|                                | Huile raffinée | 43   | 34  | 27  | 22,5 | 17,5 | 14,5 |
|                                | Huile brute    | 57,5 | 45  | 34  | 36   | 20,5 | 16,5 |

La viscosité (probablement la plus grande différence entre les huiles végétales et le gazole) accroît avec le degré de saturation de l'huile [8].

Les huiles végétales sont généralement dix fois plus visqueuses (figure 17) que le carburant diesel à 40°C et trente fois plus visqueuses à 25°C

A partir de ces valeurs, nous avons pu établir les courbes comparatives des viscosités de ces trois combustibles en fonction de la température.

Nous avons varié la température de 25 à 60°C pour avoir les comportements de l'huile raffinée vis-à-vis de l'huile brute et du gazole.

Les valeurs obtenues expérimentalement montrent bien que l'huile raffinée est moins visqueuse que l'huile brute donc nous nous attendons à une amélioration d'un démarrage à froid par cette huile.

Dans le graphe suivant on trouve la variation de la viscosité cinématique des ces trois combustibles avec la température :

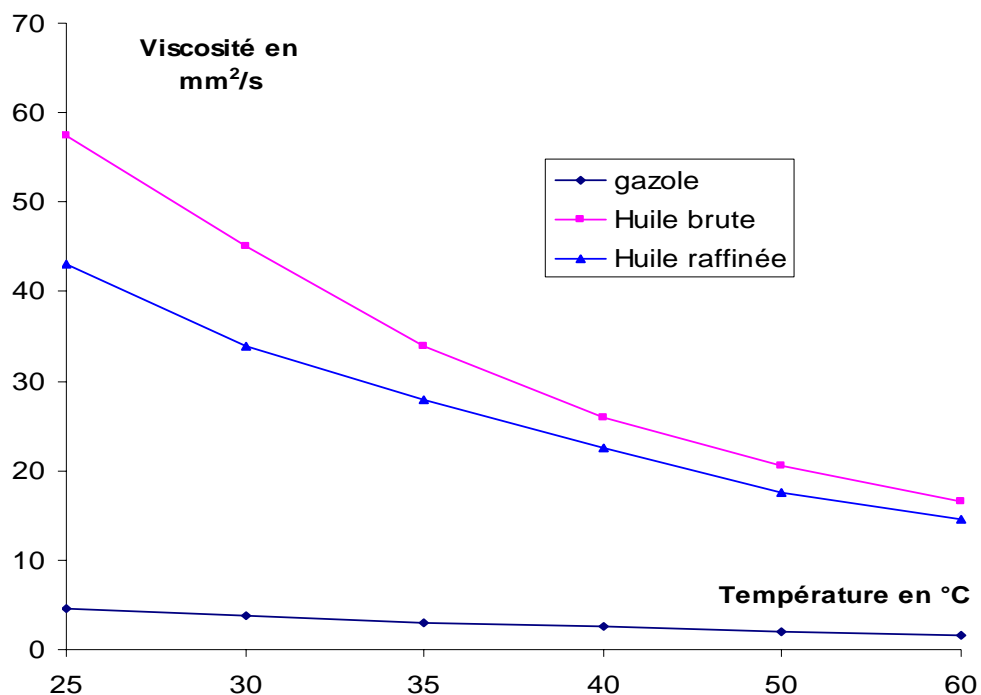


Figure 5: Variation de la viscosité avec la température

L'huile de *Jatropha* raffinée a l'avantage d'avoir une densité et une viscosité plus faibles que ceux l'huile de *Jatropha* brute. La viscosité (figure) des carburants décroissent avec l'augmentation de la température. Les courbes de viscosité de l'huile de *Jatropha* brute et raffinée décroissent plus rapidement que celle du gazole; ce qui montre qu'au dessus de 60°C, ces courbes se rapprochent très rapidement. Ce fait est très bénéfique pour la qualité de la pulvérisation de l'huile raffinée dans les chambres de combustion du moteur.

### 3.2. AUTRES PROPRIETES IMPORTANTES

#### a) Le CCR (Conradson Carbon Residue)

Elle mesure la tendance du carburant à former des dépôts de carbones lors de la combustion. Le CCR de l'huile de *Jatropha* raffinée a une valeur de **1,6** contre **0,35** pour le gazole. Cette valeur est en relation directe avec la teneur en acide libre, en glycérides, la teneur en savon, la teneur en impureté minérale de l'huile.

Cette valeur supérieure à celle du gazole indique que cette huile aura de percussion lors de la combustion car il aura bien des dépôts de carbone lors de la combustion. Ceci confirme les imbrûlés pendant la réaction de combustion et puisque la température est trop élevée l'huile est brûlée sous l'effet de cette température et met ces dépôts. La détermination expérimentale du CCR est décrite dans l'annexe n° 11.

#### b) Le pouvoir calorifique inférieur de l'huile raffinée

Etant la quantité de chaleur dégagée par la combustion complète d'un kilogramme de ce combustible pris à la température T et la pression P, où l'eau se retrouve à l'état de vapeur, le pouvoir calorifique de l'huile des huiles végétales est élevé d'où l'utilisation des corps gras comme combustible.

En effet le pouvoir calorifique de cette huile peut être déterminé par calcul par la formule empirique de *CASSAN* dans la technique de l'ingénieur

$$PCI = 80(100 - K)$$

Où K est la teneur en cendre ou bien K est le résidu de Conradson.

Alors connaissant K = 1,6 le pouvoir calorifique calculé de l'huile raffinée est :

$$PCI = 80(100 - 1.6) = 7872 \text{ kcal/kg} \quad \text{Soit } 32,936 \text{ MJ/kg}$$

**N.B** : 1 kilocalorie = 4184 joules

#### c) L'indice de cétane

L'indice de cétane représente la quantité de cétane dans un mélange cétane-alphaméthylonaphtalène qui donne des propriétés d'autoinflammation identiques à celles du gazole.

#### d) Le point d'éclair à vase ouvert

Étant la température minimale à laquelle l'huile s'enflamme instantanément en présence d'une flamme ou d'une étincelle, le point d'éclair de l'huile de Jatropha raffinée déterminé expérimentalement en vase ouverte au laboratoire de l'OMNIS est de 62°C. La détermination expérimentale du point d'éclair est décrite dans l'annexe n°10

Le point d'éclair de ce combustible est bas et se rapproche de celui du gazole, donc le stockage de l'huile peut poser des problèmes vaporisation.

L'une des facteurs qui baisse le point d'éclair est l'opération de dégommeage.

En effet, les phosphatides et les cires constituants principales des gommes offrent à l'huile une aptitude de résister à la chaleur, c'est ce qui fait que les huiles brutes présentent toujours un point d'éclair très haut. Cependant l'élimination de ces gommes fait perdre ce dernier. C'est cela qui fait que le point d'éclair de l'huile dégommee diminue très considérablement.

### 3.3. PROPRIETES CHIMIQUES

#### a) le pH

L'huile de Jatropha raffinée a un pH = 6,79. Cette valeur qui se rapproche de 7 (pH neutre) indique que les acides gras libres ont été éliminés de l'huile. Chose qui doit être confirmée par l'indice d'acide. Cette valeur est déterminée à l'aide d'un pH mètre à sonde au laboratoire de Vontovorona.

#### b) L'indice d'acide

Cet indice mesure la quantité d'acides gras libres contenue dans l'huile raffinée. Sa mesure est effectuée expérimentalement en utilisant la norme française A.F. NOR NFT 60 – 204. L'acidité et l'indice d'acide ont été déterminés expérimentalement par la méthode A.O.C.S de l'annexe 2

## RESULTATS EXPERIMENTAUX

L'indice d'acidité est une expression conventionnelle du contenu en pourcentage d'acides gras libres dans les huiles et graisses. L'indice d'acidité (Ia) s'exprime en pesant en mg la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) pour neutraliser un gramme d'huile. L'indice d'acide (IA) et l'acidité (A%) de l'huile raffinée se calcule par les formules suivantes

$$I.A. = \frac{V \times 56,1 \times N}{m} \quad \text{et} \quad A(\%) = \frac{V \times 56,1 \times N}{10 \times m} \quad \text{où :}$$

**V** est le volume en milligramme de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium utilisé

**m** la masse de la prise d'essai en gramme

Les résultats du tableau ci-dessous montrent que l'huile brute de Jatropha raffinée possède une acidité libre très basse par rapport à l'huile brute.



Tableau 17 Acidité libre et indice d'acide de l'huile raffinée

| N°             | Prise d'essai (gr) | V (ml) | Ia          | Acidité (%)    |
|----------------|--------------------|--------|-------------|----------------|
| 1              | 2,0063             | 0,5    | 0,249       | 0,0249         |
| 2              | 2,0012             | 0,6    | 0,29        | 0,0299         |
| 3              | 2,0014             | 0,5    | 0,24        | 0,0249         |
| 4              | 2,0036             | 0,55   | 0,27        | 0,02745        |
| 5              | 2,0023             | 0,5    | 0,24        | 0,02497        |
| 6              | 2,001              | 0,5    | 0,24        | 0,02498        |
| <b>Moyenne</b> |                    |        | <b>0,26</b> | <b>0,02621</b> |

**N.B.** : Normalement, en référence, l'acidité s'exprime en pourcentage d'acide oléique. Pour des cas particuliers, sa référence d'expression serait en pourcentage d'acide palmitique, laurique, ou autres selon la nature de la graisse ou de l'huile.

### c) L'indice de saponification

Le terme saponification signifie l'hydrolyse d'un ester. Lorsqu'elle est appliquée aux graisses et aux huiles, la réaction donne comme résultats la formation d'un savon (sel alcalin d'acides gras) et de la glycérine. L'indice de saponification est défini de la façon suivante : L'indice de saponification (Is) exprime la quantité de potasse (en milligrammes) nécessaire pour saponifier un gramme d'huile ou de graisse (c'est à dire pour faire passer à l'état de savon aussi bien les acides gras combinés que les acides gras libres). Cet indice est aussi appelé équivalent de saponification, c'est à dire le nombre de grammes d'acide gras saponifié par mole d'hydroxyde de potassium.

## RESULTATS EXPERIMENTAUX

La méthode expérimentale conduisant aux résultats ci-après est décrite à l'annexe 1. Six expériences ont été faites avec l'huile de pourghère raffinée pour la détermination de cet indice. L'indice de saponification est obtenu grâce à la formule suivante :

$$I_s = 28,05 \times \frac{(V - V')}{m}$$

Où V = volume en ml de HCl 0,5N consommé pour le titrage du blanc

V = volume en ml de HCl 0,5N consommé pour le titrage de l'échantillon

m = masse en g de l'échantillon

Is = indice de saponification

Les résultats obtenus figurent dans le tableau qui suit :

Tableau 18 : Indice de saponification de l'huile raffinée

| Expérience     | Huile raffinée |       |         |               |
|----------------|----------------|-------|---------|---------------|
|                | N°             | m (g) | V' (ml) | V (ml)        |
| 1              | 2,0363         | 4,8   | 15,8    | 151,52        |
| 2              | 2,0203         | 4,5   | 15,4    | 151,33        |
| 3              | 2,0012         | 5     | 16,2    | 156,98        |
| 4              | 2,02           | 4,8   | 15,75   | 152,05        |
| 5              | 2,0022         | 4,9   | 16      | 155,50        |
| 6              | 2,005          | 4,6   | 15,6    | 153,89        |
| <b>Moyenne</b> |                |       |         | <b>153,54</b> |

L'indice de saponification de l'huile de *Jatropha* raffinée est moins élevé que celui de l'huile brute. En conséquence, l'huile raffinée nécessite moins d'hydroxyde de potassium pour être transformée en savon ceci indique que la teneur en acides gras libres contenus dans l'huile raffinée est moins importante. D'autre part, l'indice de saponification joue un rôle très important. Il peut être utilisé pour calculer la masse moléculaire moyenne M de l'huile en utilisant la relation suivante : [2]

$$M[g] = \frac{(56,11 \times 1000)}{I_s} = \frac{(56,11 \times 1000)}{153,54} = 365,37 \text{ kgJ/mole}$$

Où M = masse moléculaire moyenne des huiles (kg/mole]

I<sub>s</sub> = indice de saponification des huiles.

Cette masse est de l'ordre de **365,37 kgJ/mole**

#### d) La teneur en eau

Elle mesure la quantité d'eau dissoute et ou dispersée dans l'huile après son traitement. Sa connaissance est aussi importante que pour les autres paramètres.

Pour l'huile de *Jatropha* raffinée, cette teneur est de **0,13%** contre 200mg/kg pour le gazole.

En effet, cette teneur joue un rôle très important car plus la teneur en eau est faible, meilleure est la qualité du produit. La quantité excessive d'eau dans l'huile conduit à la corrosion du système d'alimentation du moteur. L'eau attaque directement le métal par phénomène de corrosion, ou il s'acidifie au cours du temps et dissout le métal.

Lors du stockage, l'eau peut aussi favoriser la prolifération des microorganismes. Ces derniers forment des boues insolubles susceptibles de boucher les systèmes de filtrations du moteur.

Enfin, la présence d'eau dans l'huile accélère le phénomène d'hydrolyse donc dégradation de l'huile.

La méthode expérimentale conduisant au résultat ci dessus est décrite à l'annexe 6

#### f) La teneur en soufre

La teneur en soufre d'un combustible liquide est un caractéristique extrêmement importante à considérer.

Son abondance entraîne un impact nuisible lors de sa combustion. Cette teneur donne une indication sur le taux de rejet de SO<sub>2</sub>. Plus la teneur est faible, plus les rejets sont limités.

Pour l'huile de *Jatropha Curcas* raffinée, il présente un taux de 0,14% contre 0,13% pour l'huile brute et contre 1.16 pour le gazole. Nous pouvons dire par là que le fait de déshydrater l'huile avec du sulfate de sodium anhydre à augmenter la teneur en soufre de l'huile raffinée.

Toute fois cette moindre teneur en soufre de cette huile montre que ce combustible ne présente pas des risques considérables.

#### Analyse quantitative et qualitative de l'huile raffinée par CPG.

Le but de cette analyse est de faire une comparaison de la composition en acide gras avec l'huile brute et de l'huile raffinée et de vérifier si la composition en acide gras n'a pas changé lors de la réaction de neutralisation. Le mode opératoire de la détermination de ces acides gras se trouve dans l'annexe 7. L'analyse chromatographique de l'huile de *Jatropha* raffinée a donné les résultats du chromatogramme suivant :

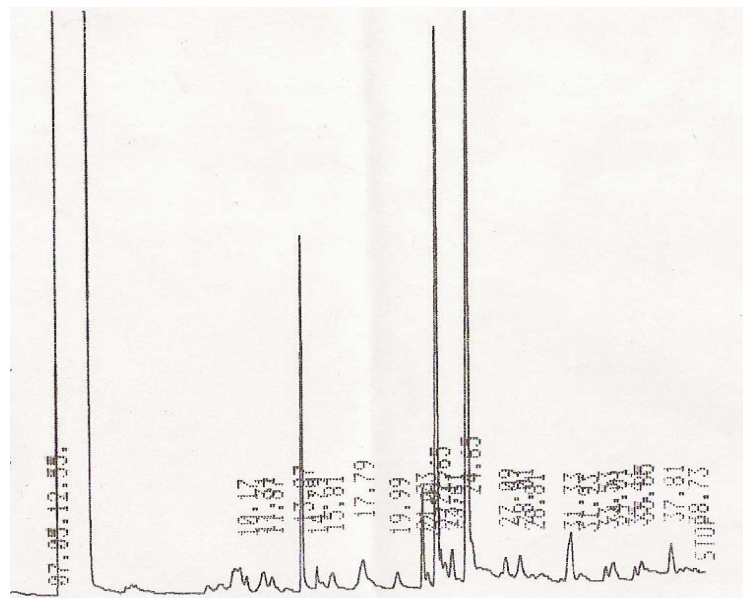


Figure 6 : Chromatogramme de l'huile de jatropha raffinée

Dans le tableau suivant on trouve la composition des esters en quantité majoritaire des acides gras contenue dans l'huile de *Jatropha Curcas* raffinée présentés par le chromatogramme ci-dessus.

Le tableau montre la composition en esters d'acides gras d'un échantillon de l'huile de *Jatropha* raffinée.

Les résultats montrent que la composition en esters d'acides gras a diminué pour l'huile raffinée. Mais les

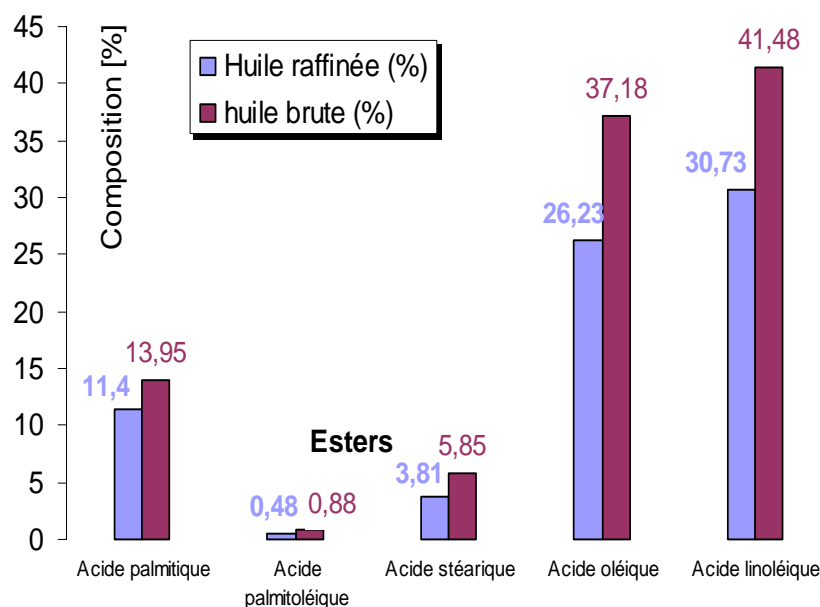
composés majoritaires y restes toujours. Ces composés majoritaires sont constitués essentiellement d'esters d'acide oléique (26,23% contre 37,18% pour l'huile brute), linoléique (30,73% contre 41,48% pour l'huile brute) et palmitique (11,40%). Les acides minoritaires de l'huile brute (acide palmitoléique et stéarique) restent toujours minoritaires dans l'huile raffinée (0,48% contre 0,88 pour l'huile brute et 3,81% contre 5,85% pour l'huile brute).

**Tableau 19 : Composition de l'huile de Jatropha raffinée**

| Acide gras          | Symbole    | Huile raffinée (%) | huile brute (%) |
|---------------------|------------|--------------------|-----------------|
| Acide palmitique    | 16 : 0     | 11,40              | 13,95           |
| Acide palmitoléique | 16 : 1 w 7 | 0,48               | 0,88            |
| Acide stéarique     | 18 : 0     | 3,81               | 5,85            |
| Acide oléique       | 18 : 1 w 9 | 26,23              | 37,18           |
| Acide linoléique    | 18 : 2 w 6 | 30,73              | 41,48           |

On confirme de ce tableau que la réaction de neutralisation a entraîné non seulement les acides gras libres en savon mais aussi une partie des esters méthyliques majoritaires de l'huile.

Les esters des acides insaturés peuvent contribuer à la polymérisation de l'huile en présence d'un initiateur comme l'oxygène ou la chaleur. La diminution de leurs teneurs dans l'huile aura donc une faculté de moins polymériser que la majeure partie des autres huiles, cela lui confère un atout supplémentaire dans son utilisation comme carburant.



**Figure 7: Proportion en esters de l'huile brute et raffinée**

L'huile de *Jatropha* raffinée est composée de nombreux triglycérides. D'une manière générale, à longueur de chaîne égale, un acide gras présentera un caractère plus acide s'il contient des liaisons doubles. En effet, la délocalisation des électrons favorisée par les doubles liaisons, renforcera le caractère acide.

De même, plus la chaîne aliphatique sera courte, plus le degré d'acidité sera marqué.

Observons, à la figure 16 que c'est principalement les acides *oléique et linoléique* (représentant 26,23 et 30,73% de la composition), qui seront responsables du degré d'acidité de l'huile de *Jatropha Curcas*.

## Conclusion

Le tableau suivant illustre les diverses propriétés physico-chimiques déterminées expérimentalement pour l'huile raffinée comparativement à l'huile brute et au gazole. Le gazole et l'huile brute représentent des combustibles témoin, en y incluant les caractéristiques données dans la littérature.

**Tableau 20 : Propriétés physico-chimiques de l'huile de *Jatropha***

| Caractéristiques          | Huile de <i>Jatropha brute</i> | Huile de <i>Jatropha raffinée</i> | Gazole   |
|---------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|----------|
| Densité (à 20°C)          | 0,916                          | 0,915                             | 0,82     |
| Viscosité (à 25°C)        | 56,9                           | 43                                | 2,69     |
| Point d'éclair [°C]       | 340                            | 62                                | 54 – 84  |
| Résidu carbone            | 0,45                           | 1,6                               | 0,35     |
| Pouvoir calorifique MJ/kg | 40,6                           | 33                                | 44,9     |
| Indice de cétane          | 51                             | –                                 | 51       |
| Indice d'acide            | 4,2                            | 0,26                              | –        |
| Indice de saponification  | 194                            | 160,84                            | –        |
| Teneur en eau             | –                              | 0,13%                             | 200mg/kg |
| Teneur en soufre          | 0,13%                          | 0,14%                             | 350 ppm  |
| Point de solidification   | - 13                           | 7,6°C                             | –        |
| Distillation de pointe    | –                              | 285°C                             | –        |

## 4. RESULTATS DES TESTS MOTEUR A L'HUILE DE JATROPHA CURCAS RAFFINEE

### 4.1. RAPPEL DES OBJECTIFS

Nous tenons tout de même à rappeler l'objectif premier de ce mémoire. Il s'agit de faire une étude sur l'éventuel emploi de l'huile de *Jatropha Curcas* raffinée dans un moteur diesel.

Ensuite nous avons abordé les différents **procédés de raffinage** de l'huile de *Jatropha Curcas* dans le but d'avoir une vision plus complète sur les problèmes qui surviennent lors de l'utilisation de l'huile brute.

Enfin, nous venons de découvrir certaines propriétés de l'huile de *Jatropha raffinée*. En comparant celles-ci avec celles du diesel et d'autres huiles végétales, nous avons pu situer cette huile de jatropha et en sortir déjà quelques points intéressants.

### 4.2. APERÇU GENERAL DU MOTEUR D'ESSAIS

Le moteur utilisé pour effectuer ces essais est un moteur Diesel de marque Chinoise qui a les indications suivantes :

|       |        |
|-------|--------|
| SHUHE | DIESEL |
| 180   | ENGINE |

La photo suivante montre l'architecture du moteur d'essai



Photo 12: Banc d'essai

On trouve dans la notice signalétique les indications suivantes :

|                      |                   |
|----------------------|-------------------|
| 1 hour rated output  | 5, 88 [kW] (8cv)  |
| 12 hour rated output | 5, 35 [kW]        |
| Rated speed          | 2200 [tr/mn]      |
| Net weight           | 95 [kg]           |
| Using standard       | JB/T51 104, 1- 94 |
| Engine N°201/0828    | Date 2000         |

Ce moteur sert à entraîner diverses charges comme un alternateur, une pompe à eau, une décortiqueuse. Il comprend les principaux éléments suivants :

- des tuyauteries de circulation du combustible et de l'huile moteur
- des réservoirs pour combustible, l'eau du radiateur et l'huile du carter
- une pompe d'injection 10CV
- un injecteur à téton
- un seul cylindre avec un alésage de 80 mm à préchambre de combustion
- un piston, une bielle, un vilebrequin
- un volant moteur muni d'une poulie

Pour vérifier les comportements de ce moteur alimenté à l'huile de *Jatropha* raffinée, nous avons couplé à ce moteur un alternateur. Sur la plaque de cet alternateur on lit les renseignements suivants :

|                 |                              |
|-----------------|------------------------------|
| P = 5 kW        | Cos $\varphi$ =1             |
| U = 220 V       | Exic T volt = 49 V           |
| I = 22,8 A      | Exic CURR = 2,6 A            |
| F = 50 Hz       | INS. CL. B IP 21             |
| V = 1500 tr/min | RAT. S <sub>1</sub> / 1phase |
| Standard        | JB / T 320 – 2 – 2000        |

#### 4.3. DEMARCHE A SUIVRE

Il est impératif de bien cerner le problème dès le départ. Il s'agit de faire une analyse préalable des caractéristiques de l'huile de *Jatropha raffinée* en vue d'observer le fonctionnement d'un moteur diesel tournant à cette dernière. Le but est donc d'essayer de faire fonctionner un moteur, conçu tout spécialement pour le diesel, (et qui a déjà fonctionné avec l'huile de *Jatropha brute*), avec l'huile de *Jatropha raffinée*.

En effet, Les essais de performances du moteur fonctionnant à l'huile de *Jatropha raffinée* sont effectués sur un banc d'essai sur lequel on relève certains paramètres classiques

- Le démarrage à froid du moteur avec l'huile brute et l'huile raffinée,
- Le comportement du moteur
  - Les fumées et ses caractéristiques,
  - bruits et vibrations du moteur
  - La tension affichée par l'alternateur
  - La vitesse de rotation du moteur (**N**)
  - La performance du moteur (puissance)
- La consommation

afin de pouvoir tirer une conclusion sur la qualité de l'huile énoncée dans le chapitre précédent.

Au cours de ces essais, aucun mélange de l'huile avec le gasoil n'a été envisagé.

Pour ce faire, nous avons soumis à ce moteur différentes charges (des chauffe eau variant de 500 à 5000 W) et nous avons enregistré à chaque fois qu'on change de régime les paramètres classiques cités précédemment

Cette opération est effectuée pour les trois combustibles : **Gazole; Huile brute et Huile raffinée.**

#### 4.4. DEMARRAGE

Le gasoil est le combustible diesel qui démarre à froid le moteur facilement.

En effet, nous prenons le démarrage avec le gasoil comme référence pour qualifier qualitativement le démarrage de ce dernier avec l'huile brute et celui de l'huile raffinée.

##### a) Démarrage à froid avec l'huile brute

Lorsque on alimente le moteur avec l'huile brute, on constate que le démarrage s'avère très difficile. En tamponnant c'est-à-dire qu'on mélange l'air avec de l'essence, le moteur démarre mais après un certain temps il s'éteint sans ralentir l'accélérateur.

En chauffant l'huile brute jusqu'à 40°C, le démarrage du moteur devient facile sans recourir à un tamponnage de l'air.

##### b) Démarrage à froid avec l'huile raffinée

Quand on alimente le moteur avec l'huile raffinée, on a remarquer la rapidité de démarrage à froid du moteur et ceci sans recourir à un tamponnage de l'air ou à un chauffage de l'huile.



#### 4.5. INTERPRETATION DES RESULTATS

Nous avons constaté que le démarrage à froid du moteur avec l'huile brute s'avère très difficile. Cela peut s'expliquer par le fait que la viscosité de l'huile brute à température ambiante (à 25°C) est très élevée (57,5 mm<sup>2</sup>/s). Cette valeur dépasse très largement celle du gasoil à 25°C.

En effet, dans la chambre de combustion, la pulvérisation s'avère difficile à cause de la viscosité très élevée et empêche la combustion (une condition préalable pour le démarrage du moteur) de se faire.

Quant à l'alimentation du moteur avec l'huile raffinée, le démarrage est immédiat sans intervention d'un tamponnage ni chauffage de l'huile. Ceci peut s'expliquer par l'amélioration (diminution) de la viscosité de l'huile raffinée à la température ambiante (43 mm<sup>2</sup>/s). La pulvérisation devient facile et favorise la combustion complète de l'huile, d'où le démarrage à froid facile.

En effet, on peut expliquer la bonne pulvérisation par la diminution de la quantité des gommes qui donnent à l'huile la viscosité très élevée. Ce démarrage explique bien l'importance de la viscosité dans le démarrage à froid.

L'amélioration apportée au niveau de la viscosité rend le moteur fonctionnel à froid avec l'huile raffinée. Le fait de dégommer l'huile au préalable est très essentiel. Le démarrage il est difficile pour le moteur de brûler toutes les fines gouttelettes qui arrivent dans la chambre de combustion. Par contre si l'huile est dégommée, le point d'inflammation est amélioré, et la combustion de l'huile dégommée est presque complète.

En réalité, la viscosité des huiles végétales est dix fois plus élevée que celle du gasoil à 25°C (2 à 5 mm<sup>2</sup>/s) ce qui fait que le démarrage à froid avec le gasoil s'avère facile. La valeur de la viscosité du gasoil à 25°C (2 mm<sup>2</sup>/s) est normalisée et devient une condition requise à l'écoulement de ce fluide afin de servir à bon escient le fonctionnement de l'injecteur.

Nous avons constaté de ce démarrage que malgré la viscosité très haute des huiles végétales, une diminution de cette dernière d'une unité donne à l'huile un comportement amélioré qui se rapproche à celui du gasoil.

#### 4.6. RECOMMANDATION

D'après les résultats obtenus au cours de ces essais, nous donnons la recommandation suivante : pour s'assurer à un meilleur démarrage à froid d'un moteur diesel alimenté avec l'huile de *Jatropha Curcas*, il faut passer à l'opération de dégomme.

**La nature des fumées et des bruits du moteur alimenté avec les trois combustibles (huile brute, huile raffinée et le gasoil)**

Pour s'assurer à des bons résultats comparatifs, nous avons procédé les essais en soumettant au moteur différentes charges et en variant à chaque fois le régime du moteur. Les résultats obtenus au cours de cette opération sont consignés dans les tableaux suivants.

**a) le démarrage avec une charge de 0%**

|                       | <b>Fumée</b>            | <b>Indications qualitatives</b> | <b>Bruit et vibration moteur</b> |
|-----------------------|-------------------------|---------------------------------|----------------------------------|
| <b>Gasoil</b>         | beaucoup de fumée noire | Fumées incommodantes            | plus bruyant et vibrant          |
| <b>Huile raffinée</b> | fumée noire épaisse     | Pas d'odeur particulière        | moins bruyant et vibrant         |
| <b>Huile brute</b>    | beaucoup de fumée noire | odeur de l'huile brûlée         | moins bruyant et vibrant         |

**b) En régime ralenti (N = 890 tr/min)**

| <b>Charge de 20%</b>  |               |                                 |                                     |
|-----------------------|---------------|---------------------------------|-------------------------------------|
|                       | <b>Fumée</b>  | <b>Indications qualitatives</b> | <b>Bruit et Vibration du moteur</b> |
| <b>Gasoil</b>         | Fumée normale | Fumées incommodantes            | Moins bruyant vibrant               |
| <b>Huile raffinée</b> | Fumée normale | Pas d'odeur particulière        | Moins bruyant et vibrant            |
| <b>Huile brute</b>    | Fumée normale | Pas d'odeur particulière        | Moins bruyant et vibrant            |

**c) Régime couple maximal (Nc = 1500 tr/min)**

| <b>Charge de 20%</b>          |               |                                 |                                     |
|-------------------------------|---------------|---------------------------------|-------------------------------------|
|                               | <b>Fumée</b>  | <b>Indications qualitatives</b> | <b>Bruit et Vibration du moteur</b> |
| <b>Gasoil</b>                 | Fumée normale | Fumées incommodantes            | Moins bruyant vibrant               |
| <b>Huile raffinée</b>         | Fumée normale | Pas d'odeur particulière        | Moins bruyant et vibrant            |
| <b>Huile brute</b>            | Fumée normale | Pas d'odeur particulière        | Moins bruyant et vibrant            |
| <b>Charge de 1000 W (20%)</b> |               |                                 |                                     |
|                               | <b>Fumée</b>  | <b>Indications qualitatives</b> | <b>Bruit et Vibration</b>           |
| <b>Gasoil</b>                 | Fumée normale | Fumées incommodantes            | Moins bruyant                       |
| <b>Huile raffinée</b>         | Fumée normale | Pas d'odeur particulière        | Moins bruyant                       |
| <b>Huile brute</b>            | Fumée normale | Pas d'odeur particulière        | Moins bruyant                       |
| <b>Charge de 3000 W (60%)</b> |               |                                 |                                     |
|                               | <b>Fumée</b>  | <b>Indications qualitatives</b> | <b>Bruit et Vibration</b>           |
| <b>Gasoil</b>                 | Fumée normale | Fumées incommodantes            | Moins bruyant                       |
| <b>Huile raffinée</b>         | Fumée noire   | Pas d'odeur particulière        | Moins bruyant                       |
| <b>Huile brute</b>            | Fumée normale | Pas d'odeur particulière        | Ronflement du moteur                |

**c) Régime de puissance maximal (N<sub>M</sub> = 2200 tr/min)**

| <b>Charge de 1000 W (20%)</b> |                                     |                                 |                                     |
|-------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|
|                               | <b>Fumée</b>                        | <b>Indications qualitatives</b> | <b>Bruit et Vibration du moteur</b> |
| <b>Gasoil</b>                 | Fumées normales                     | Fumées incommodantes            | Moteur moins bruyant                |
| <b>Huile raffinée</b>         | Fumées normales                     | Pas d'odeur particulière        | Moteur moins bruyant                |
| <b>Huile brute</b>            | Fumées normales                     | Pas d'odeur particulière        | Bruit normal du moteur              |
| <b>Charge de 3000 W (60%)</b> |                                     |                                 |                                     |
|                               | <b>Fumée</b>                        | <b>Indications qualitatives</b> | <b>Bruit et Vibration du moteur</b> |
| <b>Gasoil</b>                 | Fumées normales                     | Fumées incommodantes            | Bruit normal                        |
| <b>Huile raffinée</b>         | Fumées normales                     | Pas d'odeur particulière        | Bruit normal                        |
| <b>Huile brute</b>            | Fumées noires épaisses              | Pas d'odeur particulière        | Bruit normal                        |
| <b>Huile raffinée</b>         | Fumées noires et épaisses           | Pas d'odeur particulière        | Ronflement du moteur                |
| <b>Huile brute</b>            | Fumées très noires et très épaisses | Odeur d'huile brute             | Ronflement du moteur                |

#### 4.7. INTERPRETATION DES RESULTATS DE LA FUMEE

On constate qu'au démarrage, il y a beaucoup de fumées noires qui disparaissent petites à petites lorsque le moteur travail avec son régime. Le raisonnement est qu'il est difficile pour le moteur de brûler toutes les fines gouttelettes qui arrivent dans la chambre de combustion. Par contre lorsqu'il gagne un échauffement, le point d'inflammation est atteint rapidement, la combustion de l'huile est presque complète, c'est pourquoi les fumées disparaissent.

La qualité des fumées dégagées à l'usage de l'huile brute ou raffinée montre que le moteur réalise un cracking, c'est-à-dire les fines gouttelettes de l'huile qui se sont formées au moment de l'injection dans l'air comprimé, s'oxydent au contact de l'oxygène de l'air. Puis le produit obtenu même effectue une réaction chimique brutale qui tend à former immédiatement de carbone, et la chaleur dégagée réagit à l'intérieur avec les gouttelettes à l'état initial. Par conséquent la teneur en carbone des molécules du carburant diminue et entraîne aussi une diminution de la vitesse de combustion.

Quant à l'odeur de la fumée, elle reste respirable et est caractéristique de l'huile. Ceci est interprété par les imbrûlés c'est-à-dire la quantité d'huile qui n'a pas réagit avec l'oxygène lors de la réaction de combustion et se dégage sous pression d'où l'odeur caractéristique de l'huile.

#### 4.8. COMPARAISON DES CONSOMMATIONS AVEC LES TROIS COMBUSTIBLES

Une série de courbes de puissance et de consommation volumique a été tracée et interprétée pour comprendre le comportement de nos carburants : gazole, huile brute et d'huile raffinée. Ci-dessous, les figures (suivantes) indiquent les courbes de consommation volumique, de puissance, du moteur lorsqu'il est utilisé en diverse charge avec les divers carburants.

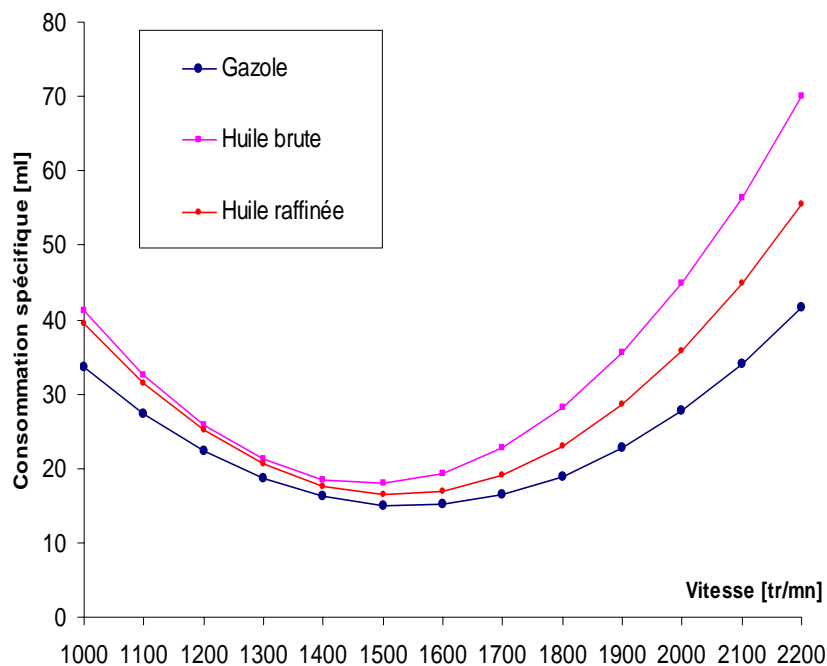
Pour chaque carburant, le moteur est mis en marche en le laissant tourner à vide avant d'appliquer la charge. Le couple moteur, ainsi que tous les autres paramètres permettant de calculer les caractéristiques de vitesse du moteur sont alors relevés.

Comme nous l'avons dit précédemment, la performance du moteur a été faite par soumission du moteur avec différentes charges variant de 1000 à 3000[W]. Le temps de prélèvement est fixé à deux minutes.

Les valeurs de ces dernières enregistrées lorsque le moteur est soumis d'une charge de 1000 W pour les trois combustibles sont consignées dans le tableau suivant.

**Tableau 21 : Comparaison des consommations de carburant, charge de 1000W**

| Charge 1000 [W] |         |            |             |         |            |                |         |            |
|-----------------|---------|------------|-------------|---------|------------|----------------|---------|------------|
| Gazole          |         |            | Huile brute |         |            | Huile raffinée |         |            |
| T [min]         | Cs [ml] | N [tr/min] | T [min]     | Cs [ml] | N [tr/min] | T [min]        | Cs [ml] | N [tr/min] |
| 2               | 33,56   | 1000       | 2           | 41,12   | 1000       | 2              | 39,45   | 1000       |
| 2               | 27,36   | 1100       | 2           | 32,44   | 1100       | 2              | 31,43   | 1100       |
| 2               | 22,41   | 1200       | 2           | 25,79   | 1200       | 2              | 25,12   | 1200       |
| 2               | 18,71   | 1300       | 2           | 21,14   | 1300       | 2              | 20,51   | 1300       |
| 2               | 16,26   | 1400       | 2           | 18,51   | 1400       | 2              | 17,6    | 1400       |
| 2               | 15,05   | 1500       | 2           | 17,89   | 1500       | 2              | 16,38   | 1500       |
| 2               | 15,1    | 1600       | 2           | 19,28   | 1600       | 2              | 16,87   | 1600       |
| 2               | 16,39   | 1700       | 2           | 22,69   | 1700       | 2              | 19,05   | 1700       |
| 2               | 18,94   | 1800       | 2           | 28,11   | 1800       | 2              | 22,94   | 1800       |
| 2               | 22,73   | 1900       | 2           | 35,54   | 1900       | 2              | 28,52   | 1900       |
| 2               | 27,77   | 2000       | 2           | 44,9    | 2000       | 2              | 35,8    | 2000       |
| 2               | 34,06   | 2100       | 2           | 56,45   | 2100       | 2              | 44,79   | 2100       |
| 2               | 41,6    | 2200       | 2           | 69,93   | 2200       | 2              | 55,47   | 2200       |



**Figure 8 : Variation des consommations avec la vitesse, sous charge de 1000W**

Celles enregistrées lorsque le moteur est chargé d'une charge de 3000 [W] sont consignées dans le tableau suivant :

Tableau 22 : Comparaison des consommations de carburant, charge de 3000W

| Charge 3000 [W] |         |            |             |         |            |                |         |            |
|-----------------|---------|------------|-------------|---------|------------|----------------|---------|------------|
| Gazole          |         |            | Huile brute |         |            | Huile raffinée |         |            |
| T [min]         | Cs [ml] | N [tr/min] | T [min]     | Cs [ml] | N [tr/min] | T [min]        | Cs [ml] | N [tr/min] |
| 2               | 36,38   | 1000       | 2           | 43,06   | 1000       | 2              | 41,06   | 1000       |
| 2               | 29,59   | 1100       | 2           | 33,94   | 1100       | 2              | 32,54   | 1100       |
| 2               | 24,17   | 1200       | 2           | 26,92   | 1200       | 2              | 25,98   | 1200       |
| 2               | 20,18   | 1300       | 2           | 22      | 1300       | 2              | 21,36   | 1300       |
| 2               | 17,56   | 1400       | 2           | 19,18   | 1400       | 2              | 18,69   | 1400       |
| 2               | 16,33   | 1500       | 2           | 18,46   | 1500       | 2              | 17,97   | 1500       |
| 2               | 16,49   | 1600       | 2           | 19,83   | 1600       | 2              | 19,2    | 1600       |
| 2               | 18,04   | 1700       | 2           | 23,31   | 1700       | 2              | 22,38   | 1700       |
| 2               | 20,99   | 1800       | 2           | 28,89   | 1800       | 2              | 27,5    | 1800       |
| 2               | 25,32   | 1900       | 2           | 36,57   | 1900       | 2              | 34,58   | 1900       |
| 2               | 31,05   | 2000       | 2           | 46,35   | 2000       | 2              | 43,58   | 2000       |
| 2               | 38,16   | 2100       | 2           | 58,23   | 2100       | 2              | 54,58   | 2100       |
| 2               | 46,67   | 2200       | 2           | 72,2    | 2200       | 2              | 67,5    | 2200       |

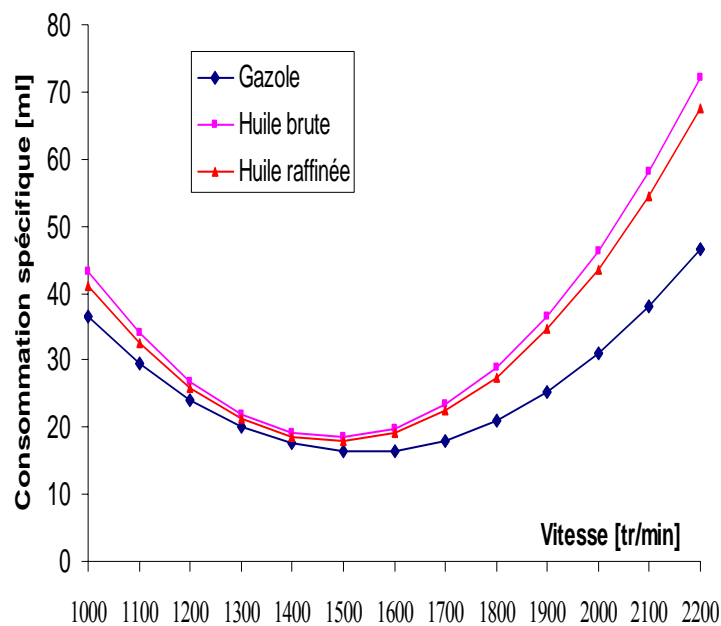


Figure 9: Variation des consommations avec la vitesse, sous charge de 3 000W

### Interprétation

Pour ce moteur monocyclique, nous avons découvert les consommations légèrement faibles en gazole par rapport à l'huile brute et l'huile raffinée. En régime minimal ( $N < 1400$  tr/min) quelque soit la charge soumise au moteur. Ce ci s'observe par le rapprochement des courbes de consommation de trois combustibles. Cela se produit à cause de la fluidité insuffisante de ces deux types d'huiles (brute et raffinée) par rapport à la fluidité du gazole.

En régime  $N > 1400$  tr/min, on assiste à un écartement des courbes de consommation du gazole à celles des deux huiles, c'est-à-dire la consommation spécifique est plus élevée pour les deux huiles que pour le gazole. Cette consommation est observée par ce que les huiles végétales ont en générale un pouvoir calorifique plus bas que le gazole.

Nous constatons également qu'à pleine charge (3000 W) les courbes de consommation de l'huile brute et de l'huile raffinée se rapprochent mais tous les deux s'écartent très remarquable de celle du gazole. Ceci est observé par ce que la combustion de ces deux huiles en pleine charge est quasi incomplète. Ce qui engendre des pertes des fines gouttelettes d'huiles qui n'ont pas été brûlées lors de la combustion. Ces imbrûlés sont remarqués par l'odeur de la fumée qui est une odeur caractéristique de l'huile.

Avec une charge de 1000 W, on assiste à un écartement des courbes de consommation de deux huiles (brute et raffinée) : la courbe de consommation de l'huile brute s'écartent largement de celle de l'huile raffinée c'est-à-dire que la consommation spécifique en huile brute est élevée par rapport à celle de l'huile raffinée. Ceci explique les avantages du raffinage qui ont donné à l'huile une propriété meilleure et particulière lorsque le moteur porte une charge de 1000 W.

**Tableau 23 : banc d'essai de puissance et de couple moteur**

| Gazole     |        |        | Huile brute |        |        | Huile raffinée |        |        |
|------------|--------|--------|-------------|--------|--------|----------------|--------|--------|
| N [tr/min] | P [kW] | C [Nm] | N [tr/min]  | P [kW] | C [Nm] | N [tr/min]     | P [kW] | C [Nm] |
| 1000       | 3,07   | 29,39  | 1000        | 3,16   | 30,21  | 1000           | 3,24   | 30,99  |
| 1100       | 3,44   | 29,88  | 1100        | 3,53   | 30,69  | 1100           | 3,62   | 31,46  |
| 1200       | 3,79   | 30,23  | 1200        | 3,89   | 31,02  | 1200           | 3,99   | 31,76  |
| 1300       | 4,14   | 30,45  | 1300        | 4,24   | 31,2   | 1300           | 4,34   | 31,91  |
| 1400       | 4,47   | 30,52  | 1400        | 4,57   | 31,21  | 1400           | 4,67   | 31,9   |
| 1500       | 4,78   | 30,46  | 1500        | 4,88   | 31,12  | 1500           | 4,98   | 31,72  |
| 1600       | 5,06   | 30,25  | 1600        | 5,16   | 30,85  | 1600           | 5,26   | 31,39  |
| 1700       | 5,32   | 29,91  | 1700        | 5,41   | 30,43  | 1700           | 5,5    | 30,9   |
| 1800       | 5,54   | 29,43  | 1800        | 5,63   | 29,87  | 1800           | 5,7    | 30,25  |
| 1900       | 5,73   | 28,81  | 1900        | 5,8    | 29,15  | 1900           | 5,85   | 29,44  |
| 2000       | 5,87   | 28,04  | 2000        | 5,92   | 28,29  | 2000           | 5,96   | 28,47  |

La puissance de sortie reste faible aux bas régimes, mais croît avec la vitesse jusqu'aux environs de 2000 tr/min. Le moteur est très puissant lorsqu'on utilise l'huile raffinée.

En effet, la plus basse consommation volumique obtenue pour chaque carburant correspond à la vitesse de 1000 tr/min.

Les couples maximaux observés sont respectivement de 30,52 N.m; 31,21 N.m; et 31,91 N.m (tableau 27) pour les vitesses de 1400 tr/min; et de 1300 tr/min, les trois carburants utilisés. A partir de ces valeurs

maximales (non observable sur les courbes), une brusque chute du couple est observé sur tout les carburants utilisés. La courbe du couple pour l'huile raffinée est au dessus des autres. Ce qui montre bien que le moteur fonctionné à l'huile raffinée développe une force très importante que les autres. Ces données expérimentales montre l'avantage de l'huile raffinée vis-à-vis de l'huile brute et du gazole.

|                      | Gazole | Huile brute | Huile raffinée |
|----------------------|--------|-------------|----------------|
| Couple maximal [N.m] | 30,52  | 31,21       | 31,91          |
| Vitesse [tr/min]     | 1400   | 1400        | 1300           |

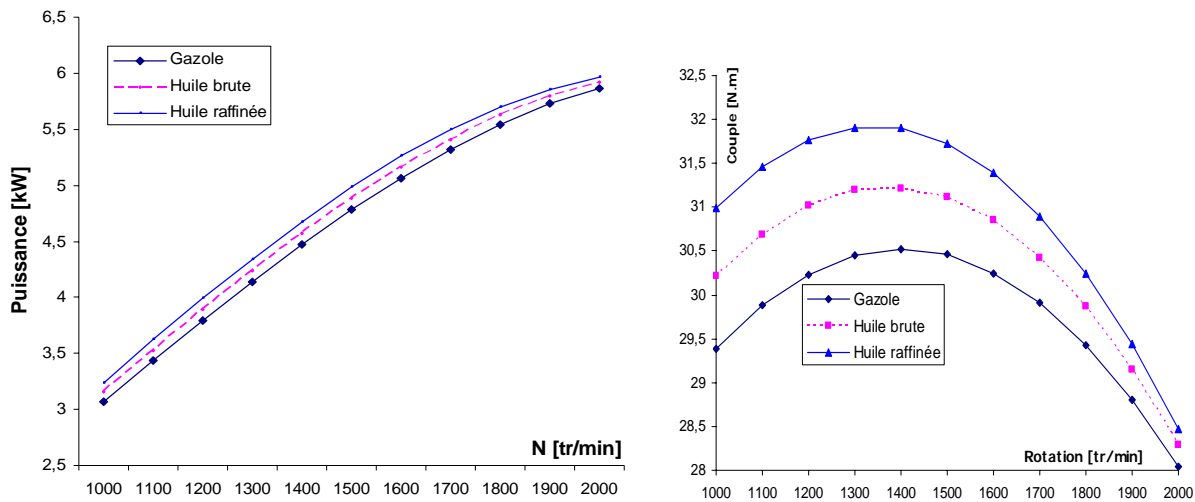


Figure 10 : Courbe de puissance et de couple du moteur

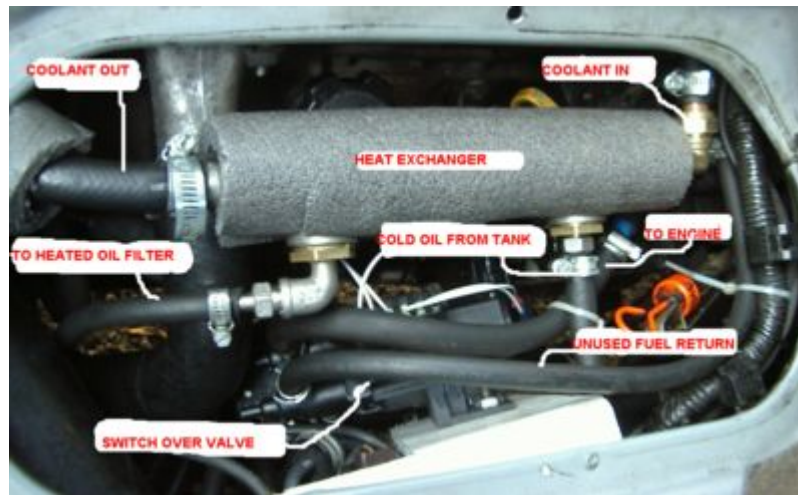
### Conclusion partielle

Les courbes de vitesse trouvées montrent en général qu'il y a de différence non significative entre les diverses caractéristiques de vitesse lorsque le gazole est remplacé par l'huile brute ou par l'huile raffinée. Dans ces conditions, à défaut d'utiliser seulement le gazole comme carburant (coût supérieur au gazole en général), l'utilisation de l'huile raffinée peut diminuer le coût énergétique. L'augmentation de la consommation spécifique lorsque les deux huiles sont utilisées comme carburant est due à la différence de pouvoir calorifique entre le gazole et les esters utilisés

## 4.9. RECOMMANDATIONS GENERALES

### 4.9.1. Modifications sur le moteur

Afin d'améliorer l'efficacité de l'huile utilisée comme combustible (diminution de la viscosité, ...) et de maintenir la durée de vie du moteur, la littérature mentionne de légères modifications des moteurs qui utilisent de l'huile de *Jatropha*. Le schéma y afférent est le suivant :



**Figure 11: Modifications sur un moteur diesel**

Les principales modifications portent sur :

- l'installation d'un petit échangeur de chaleur, et
- l'installation d'un filtre à huile végétale en lieu et place d'un filtre pour gazole.

#### 4.9.2. Besoin de raffiner l'huile pour faciliter le démarrage à froid

Le raffinage de l'huile élimine les gommages et réduit les dépôts dans diverses parties du moteur. De cette façon, les calamines et autres ne gêneront pas son bon fonctionnement.



## 5. EVALUATION ECONOMIQUE ET ASPECTS ENVIRONNEMENTAUX

### 5.1. Evaluation financière de la rentabilité d'une unité de production d'huile de *Jatropha* de 500 litres par jour

L'objectif de cette étude est d'estimer la rentabilité financière d'une unité de production d'huile de *Jatropha Curcas* raffinée en vue de son utilisation comme combustible diesel.

Vu le programme national de développement rural, nous nous sommes basés sur une unité d'extraction et de raffinage d'huile de *Jatropha* dont tous les travaux de décorticage se font manuellement. C'est une unité qui produira **500 l** d'huile de *Jatropha* par jour ou **10.000 l** par mois (soit 10 m<sup>3</sup>/mois) ou bien 100 m<sup>3</sup>/an. Avec un rendement de 26% (c'est-à-dire 27 l) pour 100 kg de graines, la quantité de graines nécessaire pour avoir 500 l d'huile sera voisine de 1 923 kg par jour (environ 2 tonnes de graines par jour).

#### **1 – Rappel de procédé de production et de raffinage de l'huile de *Jatropha Curcas***

L'huile est obtenue par trituration des graines suivie d'une opération de raffinage.

##### **Ø Le processus d'extraction suit les étapes suivantes :**

- Collecte suivie du décorticage des graines
- Tri des graines
- Extraction de l'huile par pression
- Décantation de l'huile brute obtenue
- Filtration de l'huile brute

A la fin du processus, on obtient de l'huile brute filtrée et des tourteaux.

Après cette opération, on obtient pour 100 kg de graines 26 kg (soit 25%) d'huile et 74 kg de tourteaux (soit 75%)

##### **Ø Le processus de raffinage suit les étapes suivantes :**

Dégommage de l'huile brute

Neutralisation de l'huile dégommée

Filtration de l'huile neutralisée

Lavage de l'huile neutralisée et filtrée

Séchage de l'huile lavée

A la fin du processus, on obtient de l'huile raffinée et des Soapstocks.

A la fin du processus de raffinage, on obtient pour 13 kg d'huile brute, 12,2 kg d'huile raffinée soit 93,853% de la masse initiale et 0,8 kg des *soapstocks* soit 6,15% de la masse initiale.

## 2 – les matières et les équipements requis

Cette unité est principalement constituée par :

### Pour le pressage :

- Ø D'une presse à huile à vis sans fin de capacité de 100 kg/h
- Ø D'un filtre à huile
- Ø D'un décanteur

### Pour le raffinage :

- Ø D'une cuve de dégomme et de neutralisation munie d'une agitation ou d'un centrifugeuse
- Ø D'une cuve pour le lavage et le décantage de l'huile munie d'un agitateur ou d'un centrifugeuse
- Ø Un distillateur d'une capacité de 300 l.

A part, l'unité d'extraction doit comporter aussi : des balances, des fûts pour collecter l'huile, des jeux de clés et ustensiles. Ces matériaux fonctionnent à l'aide du courant électrique de JIRAMA.

## 3 – Capacité de traitement et production envisagée

### a) Pour le pressage

La presse utilisée pour l'extraction de l'huile est une presse de à vis sans fin. Cette presse a la capacité de traiter 100 kg de *Jatropha* par heure. Une unité d'extraction de ce genre est prévue pour fonctionner d'une manière continue, la presse va traiter alors 2T de graines environs par jour. L'unité aurait produit 500 l d'huile/jour. En fonctionnant 200 jours par an, elle pourra traiter 400 Tonnes de graines de *Jatropha* pour produit 100 000 l d'huile par an.

La presse peut alors traiter la production de 70 ha de *Jatropha* en période de croisière.

Le rendement d'extraction en huile avec cette presse est de 23%.

Quantité de graines traitées (matières premières) :

|                                     |         |                    |
|-------------------------------------|---------|--------------------|
| capacité de production              | 100kg/h |                    |
| capacité graines en tonnes par jour | 2       |                    |
| capacité graines en tonnes par an   | 400     | 5,71 tonnes par ha |

### b) Pour le raffinage

La cuve de dégomme et de neutralisation a une capacité de traiter 50 l (soit 46kg) d'huile de *Jatropha* par heure.

Une unité de dégomme de ce genre est prévue pour fonctionner d'une manière continue. La cuve va traiter alors, 500 l soit 0,5m<sup>3</sup> ou bien 0,46 tonne d'huile environ par jour.

En fonctionnant 200 jours par an, elle pourra traiter 100.000 l/an (soit 92 T/an) d'huile de *Jatropha*.

Le rendement en huile raffinée est de 94%.

**Quantité d'huile raffinée**

|   |         |
|---|---------|
| Capacité de production                      | 46 kg/h |
| Quantité d'huile en kg par jour (10 heures) | 460     |
| Quantité d'huile en kg par an (200 jours)   | 92 000  |

Le tableau suivant montre la quantité d'huile brute et raffinée obtenue en fonction du rendement

|                       | Pressage | Raffinage |
|-----------------------|----------|-----------|
| Rendement             | 23%      | 94%       |
| Production en kg/jour | 520      | 432 000   |
| Production en kg/an   | 104 000  | 86 300    |

Le tableau suivant montre la quantité de tourteaux et de Soapstocks obtenues en fonction du rendement en huile.

|                        | Tourteaux (R = 74%) | Soapstocks (R = 6,15%) |
|------------------------|---------------------|------------------------|
| Quantité en tonne/jour | 1,48                | 0,028                  |
| Quantité en tonne/an   | 296                 | 5,658                  |

|                                 |              |                   |           |
|---------------------------------|--------------|-------------------|-----------|
| <b>INVESTISSEMENTS INITIAUX</b> | <b>TOTAL</b> | <b>93 748 175</b> | <b>Ar</b> |
|---------------------------------|--------------|-------------------|-----------|

| II - FRAIS D'ETABLISSEMENT       |         |    |
|----------------------------------|---------|----|
| - Frais de contact               | 400 000 | Ar |
| - Frais de premier établissement | 200 000 | Ar |
| - Frais de prospection           | 200 000 | Ar |
| Total                            | 800 000 | Ar |

| I2 - LOCATIONS DIVERSES |           |    |
|-------------------------|-----------|----|
| - Bureaux (3 ans)       | 2 400 000 | Ar |
| - autres                | 0         | Ar |
| Total                   | 2 400 000 | Ar |

| I3 - TERRAIN       |                              |                                 |    |            |              |  |  |
|--------------------|------------------------------|---------------------------------|----|------------|--------------|--|--|
| DESIGNATION        | SUPERFICIE (m <sup>2</sup> ) | COUT UNITAIRE (m <sup>2</sup> ) |    |            | COUTS TOTAUX |  |  |
| - Terrain communal | 0                            | 0                               | Ar | 0          | Ar           |  |  |
| - Terrain privé    | 500                          | 50 000                          | Ar | 25 000 000 | Ar           |  |  |
| Total              | 500                          |                                 |    | 25 000 000 | Ar           |  |  |

| I4 - CONSTRUCTIONS ET ADDUCTIONS   |                              |               |  |           |              |  |  |
|------------------------------------|------------------------------|---------------|--|-----------|--------------|--|--|
| DESIGNATION                        | SUPERFICIE (m <sup>2</sup> ) | COUT UNITAIRE |  |           | COUTS TOTAUX |  |  |
| - Atelier de pressage              | 75                           | 25 000        |  | 1 875 000 |              |  |  |
| - Atelier de raffinage             | 75                           | 25 000        |  | 1 875 000 |              |  |  |
| - Magasin                          | 0                            | 0             |  | 0         |              |  |  |
| - bascule                          | 1                            | 400 000       |  | 400 000   |              |  |  |
| - Hangar                           | 50                           | 20 000        |  | 1 000 000 |              |  |  |
| - Autres                           | 0                            | 0             |  | 0         |              |  |  |
| - Adduction d'eau et d'électricité | 1                            | 2 000 000     |  | 2 000 000 |              |  |  |
| Total                              | 202                          |               |  | 7 150 000 | Ar           |  |  |

| I5 - MATERIEL ET OUTILLAGES |              |                     |  |            |    |
|-----------------------------|--------------|---------------------|--|------------|----|
| DESIGNATION                 | NOMBRE/UNITE | COUT UNITAIRE LOCAL |  | MONTANT    |    |
| Presse                      | 2            | 4 484 000           |  | 8 968 000  |    |
| Décanteur                   | 4            | 100 000             |  | 400 000    |    |
| Filtre à huile              | 4            | 1 805 000           |  | 7 220 000  |    |
| Cuve munie de centrifugeuse | 4            | 1 864 000           |  | 7 456 000  |    |
| Autres                      | 0            | 0                   |  | 0          |    |
| Total                       |              |                     |  | 24 044 000 | Ar |

| PROVISION D'ACHAT DE NOUVEAUX MATERIELS ET OUTILLAGES |           |     |
|---|-----------|-----|
| DESIGNATION   | ANNEE 3   | NB  |
| Presse  | 4 484 000 | 1   |
| Décanteur   | 100 000   | 1   |
| Filtre à huile  | 1 805 000 | 1   |
| Autres  | 1 000 000 | lot |
| Montant total   | 7 389 000 | Ar  |

| OPERATIONS                 | COUT      |    |
|----------------------------|-----------|----|
| - Aménagement terrain      | 400 000   | Ar |
| - Agencement               | 0         | Ar |
| - Installation du matériel | 1 600 000 | Ar |
| Total                      | 2 000 000 | Ar |

| I5 - FONDS DE ROULEMENT INITIAL (FDRI) |              |   |   |              |   |      |          |   |   |            |
|--|--------------|---|---|--------------|---|------|----------|---|---|------------|
| DESIGNATION                            | CONSOMMATION |   |   | ESTIMATION A |   |      | COUT     |   |   | VALEUR     |
|  | ANNEE 1      |   |   | POURVOIR     |   |      | UNITAIRE |   |   |            |
| -                                      | -            | - | - | -            | - | -    | -        | - | - | -          |
| - MATIERES PREMIERES                   |              |   |   |              |   |      |          |   |   | 25 000 000 |
| Graines de Jatropha (kg)               | 400 000      |   |   |              |   | 0,25 | 250      |   |   | 25 000 000 |
| Autres                                 | 0            |   |   |              |   | 0,25 | 0        |   |   | 0          |
| - ACHAT CONSOMMABLES                   |              |   |   |              |   |      |          |   |   | 378 825    |
| Sulfate de sodium anhydre (kg)         | 915          |   |   |              |   | 0,25 | 1 500    |   |   | 343 125    |
| Soude caustique (kg)                   | 84           |   |   |              |   | 0,25 | 1 700    |   |   | 35 700     |
| Autres                                 | 0            |   |   |              |   | 0,25 | 0        |   |   | 0          |
| - T.F.S.E.                             |              |   |   |              |   |      |          |   |   | 762 250    |
| Carburant (l)                          | 0            |   |   |              |   | 0,25 | 0        |   |   | 0          |
| Combustible (kg)                       | 0            |   |   |              |   | 0,25 | 0        |   |   | 0          |
| Eau (m <sup>3</sup> )                  | 40           |   |   |              |   | 0,25 | 500      |   |   | 5 000      |
| Electricité (kWh)                      | 13 000       |   |   |              |   | 0,25 | 233      |   |   | 757 250    |
| Emballage (kg)                         | 0            |   |   |              |   | 0,25 | 0        |   |   | 0          |
| - ENTRETIEN ET<br>MAINTENANCE          | 2 404 400    |   |   |              |   | 0,25 |          |   |   | 601 100    |
| - FRAIS PERSONNEL                      | 22 448 000   |   |   |              |   | 0,25 |          |   |   | 5 612 000  |
| Total                                  |              |   |   |              |   |      |          |   |   | 32 354 175 |

| DESIGNATION                                | VALEUR D'ORIGINE |      | DUREE         |           |           |           |           |           |
|--|------------------|------|---------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|  |                  |      | AMORTISSEMENT | ANNEE 1   | ANNEE 2   | ANNEE 3   | ANNEE 4   | ANNEE 5   |
| - Frais d'établissement                    | 800 000          | 0,8  | 3             | 266 667   | 266 667   | 266 667   |           |           |
| - Frais de recherche et de développement   | 2 400 000        | 2,4  | 3             | 800 000   | 800 000   | 800 000   |           |           |
| - Constructions                            | 7 150 000        | 7,2  | 10            | 715 000   | 715 000   | 715 000   | 715 000   | 715 000   |
| - Matériel et outillages                   | 24 044 000       | 24,0 | 10            | 2 404 400 | 2 404 400 | 2 404 400 | 2 404 400 | 2 404 400 |
| - Agencement. Aménagements. Installations. | 2 000 000        | 2,0  | 3             | 666 667   | 666 667   | 666 667   |           |           |
| - Fonds de roulement                       | 32 354 175       | 32,4 | 10            | 3 235 418 | 3 235 418 | 3 235 418 | 3 235 418 | 3 235 418 |
| - Achat nouveaux matériels et outillages   | 7 389 000        | 7,4  | 10            |           |           | 738 900   | 738 900   | 738 900   |
| Total annuel                               | 76 137 175       | Ar   |               | 8 088 151 | 8 088 151 | 8 827 051 | 7 093 718 | 7 093 718 |

**PROGRAMME DE PRODUCTION ET PREVISION DE CONSOMMATIONS**

| DESIGNATION                    | ANNEE 1     |       | ANNEE 2     |       | ANNEE 3     |       | ANNEE 4     |       | ANNEE 5     |       |
|--------------------------------|-------------|-------|-------------|-------|-------------|-------|-------------|-------|-------------|-------|
| -                              | -           | -     | -           | -     | -           | -     | -           | -     | -           | -     |
| PRODUCTION                     | QUANTITE    | P.U.  | QUANTITE    | P.U.  | QUANTITE    | P.U.  | QUANTITE    | P.U.  | QUANTITE    | P.U.  |
| HUILE DE JATROPHA (kg)         | 100 000     | 1 880 | 120 000     | 1 880 | 160 000     | 1 880 | 180 000     | 1 880 | 200 000     | 1 880 |
| TOURTEAUX (kg)                 | 27 000      | 198   | 32 400      | 198   | 43 200      | 198   | 48 600      | 198   | 54 000      | 198   |
| MATIERES PREMIERES             |             |       |             |       |             |       |             |       |             |       |
| Graines                        | 400 000     | 250   | 480 000     | 250   | 640 000     | 250   | 720 000     | 250   | 800 000     | 250   |
| Autres                         | 0           | 0     | 0           | 0     | 0           | 0     | 0           | 0     | 0           | 0     |
| Total.....                     | 100 000 000 |       | 120 000 000 |       | 160 000 000 |       | 180 000 000 |       | 200 000 000 |       |
| ACHATS                         |             |       |             |       |             |       |             |       |             |       |
| Sulfate de sodium anhydre (kg) | 915         | 1 500 | 1 098       | 1 500 | 1 464       | 1 500 | 1 647       | 1 500 | 1 830       | 1 500 |
| Soude caustique (kg)           | 84          | 1 700 | 101         | 1 700 | 134         | 1 700 | 151         | 1 700 | 168         | 1 700 |

|   |             |     |             |     |             |     |             |     |             |     |
|---|-------------|-----|-------------|-----|-------------|-----|-------------|-----|-------------|-----|
| Autres  | 0           | 0   | 0           | 0   | 0           | 0   | 0           | 0   | 0           | 0   |
| Total.....                                    | 1 515 300   |     | 1 818 360   |     | 2 424 480   |     | 2 727 540   |     | 3 030 600   |     |
| STOCK DE SECURITE (10 %<br>ANNEE 1)           | 151 530     |     |             |     |             |     |             |     |             |     |
| FOURNITURES & SERVICES                        |             |     |             |     |             |     |             |     |             |     |
| Carburant                                     | 0           |     | 0           | 0   | 0           | 0   | 0           | 0   | 0           | 0   |
| Combustible                                   | 0           |     | 0           | 0   | 0           | 0   | 0           | 0   | 0           | 0   |
| Eau   | 40          | 500 | 48          | 500 | 64          | 500 | 72          | 500 | 80          | 500 |
| Électricité                                   | 13 000      | 233 | 15 600      | 233 | 20 800      | 233 | 23 400      | 233 | 26 000      | 233 |
| Total.....                                    | 3 049 000   |     | 3 658 800   |     | 4 878 400   |     | 5 488 200   |     | 6 098 000   |     |
| - Entretien et maintenance (10 %<br>matériel) | 2 404 400   |     | 2 644 840   |     | 2 909 324   |     | 3 200 256   |     | 3 520 282   |     |
| Total général                                 | 107 120 230 | Ar  | 128 122 000 | Ar  | 170 212 204 | Ar  | 191 415 996 | Ar  | 212 648 882 | Ar  |

| <b>PRIX DE REVIENT PAR KILOGRAMME D'HUILE DE JATROPHA</b> |             |
|---|-------------|
| PRODUCTION  | 100 000     |
| -   | -           |
| <b>COUTS VARIABLES</b>                                    |             |
| - Matières premières et achats consommables               | 98 616 825  |
| - Force motrice   | 2 938 130   |
| - Eau   | 19 400      |
| - Emballage   | 0           |
| - Main d'oeuvre directe                                   | 21 774 560  |
| Total   | 123 348 915 |
| <b>COUTS FIXES</b>  |             |
| - Main d'oeuvre indirecte                                 | 0           |
| - Frais divers de gestion                                 | 485 000     |
| - Impôts et taxes (sauf TVA)                              | 485 000     |
| - Dotations amortissements et provisions                  | 7 845 506   |
| - Frais financiers  | 159 138     |
| - Transport et déplacements                               | 1 940 000   |
| Total   | 10 914 644  |
| Coût total  | 134 263 559 |
| PRIX DE REVIENT PAR KG en Ar                              | 1 343       |
| PRIX DE VENTE PAR KG en Ar                                | 1 880       |

| <b>POINT MORT HUILE DE JATROPHA</b> |             |
|-------------------------------------|-------------|
| PRODUCTION (KILOGRAMME)             | 100 000     |
| PRIX UNITAIRE (Ar)                  | 1 880       |
| COUTS VARIABLES                     | 123 348 915 |
| COUTS VARIABLES UNITAIRES           | 1 233       |
| COUTS FIXES                         | 10 914 644  |
| POINT MORT (kg)                     | 16 890      |
| POINT MORT EN Ar                    | 31 748 876  |
| POURCENTAGE SUR CHIFFRE D'AFFAIRES  | 16,42       |

| <b>PRIX DE REVIENT PAR KILOGRAMME DE TOURTEAU</b> |           |
|---|-----------|
| PRODUCTION  | 27 000    |
| <b>COUTS VARIABLES</b>                            |           |
| - Matières premières et achats consommables       | 3 050 005 |
| - Force motrice                                   | 88 144    |
| - Eau   | 582       |
| - Emballage                                       | 0         |
| - Main d'oeuvre directe                           | 653 237   |



|  |           |
|--|-----------|
| Total                                    | 3 791 968 |
| <b>COUTS FIXES</b>                       |           |
| - Main d'oeuvre indirecte                | 0         |
| - Frais divers de gestion                | 14 550    |
| - Impôts et taxes (sauf TVA)             | 14 550    |
| - Dotations amortissements et provisions | 235 365   |
| - Frais financiers                       | 4 774     |
| - Transport et déplacements              | 58 200    |
| Total                                    | 327 439   |
| Coût total                               | 4 119 407 |
| PRIX DE REVIENT PAR KG en Ar             | 153       |
| PRIX DE VENTE PAR KG en Ar               | 198       |

|                                       |           |
|---------------------------------------|-----------|
| <b>POINT MORT TOURTEAUX</b>           |           |
| PRODUCTION (KILOGRAMME)               | 27 000    |
| PRIX UNITAIRE (Ar)                    | 198       |
| COUTS VARIABLES                       | 3 791 968 |
| COUTS VARIABLES UNITAIRES             | 140       |
| COUTS FIXES                           | 327 439   |
| POINT MORT (kg)                       | 5 655     |
| POINT MORT EN Ar                      | 1 121 701 |
| POURCENTAGE SUR CHIFFRE<br>D'AFFAIRES | 0,58      |

| <b>CHIFFRES D'AFFAIRE PREVISIONNELS</b> |             |   |             |   |             |   |             |   |             |   |  |
|---|-------------|---|-------------|---|-------------|---|-------------|---|-------------|---|--|
| DESIGNATION                             | ANNEE 1     | % | ANNEE 2     | % | ANNEE 3     | % | ANNEE 4     | % | ANNEE 5     | % |  |
| 1 - HUILE DE JATROPHA (kg)              | 100 000     |   | 120 000     |   | 160 000     |   | 180 000     |   | 200 000     |   |  |
| Prix de vente unitaire                  | 1 880       |   | 1 880       |   | 1 880       |   | 1 880       |   | 1 880       |   |  |
| 2 - TOURTEAUX (kg)                      | 27 000      |   | 32 400      |   | 43 200      |   | 48 600      |   | 54 000      |   |  |
| Prix de vente unitaire                  | 198         |   | 198         |   | 198         |   | 198         |   | 198         |   |  |
| Chiffres d'affaire prévisionnels en Ar  | 193 324 211 |   | 231 989 054 |   | 309 318 738 |   | 347 983 581 |   | 386 648 423 |   |  |

| <b>TABLEAU DE REMBOURSEMENT DES EMPRUNTS</b> |                       |               |         |            |                     |         |  |  |  |  |  |
|--|-----------------------|---------------|---------|------------|---------------------|---------|--|--|--|--|--|
| EMPRUNT LMT                                  | CAPITAL DEBUT PERIODE | AMORTISSEMENT | INTERET | ANNUITE    | CAPITAL FIN PERIODE | PERIODE |  |  |  |  |  |
| 65 623 723                                   | -                     | -             | -       | -          | -                   | -       |  |  |  |  |  |
| DUREE DE REMBOURSEMENT                       | 65 623 723            | 13 124 745    | 164 059 | 13 288 804 | 52 498 978          | ANNEE 1 |  |  |  |  |  |
| 5  | 52 498 978            | 13 124 745    | 131 247 | 13 255 992 | 39 374 234          | ANNEE 2 |  |  |  |  |  |
| TAUX D'INTERET                               | 39 374 234            | 13 124 745    | 98 436  | 13 223 180 | 26 249 489          | ANNEE 3 |  |  |  |  |  |
| 25%  | 26 249 489            | 13 124 745    | 65 624  | 13 190 368 | 13 124 745          | ANNEE 4 |  |  |  |  |  |
|  | 13 124 745            | 13 124 745    | 32 812  | 13 157 556 | 0                   | ANNEE 5 |  |  |  |  |  |
| Total  |                       | 65 623 723    | 492 178 | 66 115 900 |                     |         |  |  |  |  |  |

| <b>BILAN PREVISIONNEL SUR CINQ ANS</b>    |               |             |             |             |             |             |
|---|---------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| ACTIF                                     | DEBUT ANNEE 1 | FIN ANNEE 1 | FIN ANNEE 2 | FIN ANNEE 3 | FIN ANNEE 4 | FIN ANNEE 5 |
| -   | -             | -           | -           | -           | -           | -           |
| <b>ACTIF IMMOBILISE</b>                   |               |             |             |             |             |             |
| IMMOBILISATIONS INCORPORELLES             | 3 200 000     | 2 133 333   | 1 066 667   | (0)         | 0           | 0           |
| - Frais d'établissement                   | 800 000       | 533 333     | 266 667     | 0           |             |             |
| - Frais de recherche et de développement  | 2 400 000     | 1 600 000   | 800 000     | (0)         |             |             |
|   |               |             |             |             |             |             |
| IMMOBILISATIONS CORPORELLES               | 58 194 000    | 54 407 933  | 50 621 867  | 53 485 900  | 49 627 600  | 45 769 300  |
| - Terrains                                | 25 000 000    | 25 000 000  | 25 000 000  | 25 000 000  | 25 000 000  | 25 000 000  |
| - Constructions                           | 7 150 000     | 6 435 000   | 5 720 000   | 5 005 000   | 4 290 000   | 3 575 000   |
| - Matériel et outillages                  | 24 044 000    | 21 639 600  | 19 235 200  | 23 480 900  | 20 337 600  | 17 194 300  |
| - Agencements.Aménagements.Installations. | 2 000 000     | 1 333 333   | 666 667     | 0           | 0           | 0           |
|   |               |             |             |             |             |             |
| IMMOBILISATIONS FINANCIERES               | 0             | 0           | 0           | 0           | 0           | 0           |
| Total ACTIF IMMOBILISE                    | 61 394 000    | 56 541 267  | 51 688 533  | 53 485 900  | 49 627 600  | 45 769 300  |
|   |               |             |             |             |             |             |
| <b>ACTIF CIRCULANT</b>                    |               |             |             |             |             |             |
| STOCK ET EN COURS                         | 25 378 825    | 151 530     | 151 530     | 151 530     | 151 530     | 151 530     |
| - Matières premières                      | 25 000 000    | 151 530     | 151 530     | 151 530     | 151 530     | 151 530     |
| - Autres approvisionnements               | 378 825       |             |             |             |             |             |
| DISPONIBLES                               | 6 975 350     | 51 460 485  | 51 643 370  | 54 516 606  | 57 532 907  | 56 012 973  |
| - Banques                                 | 5 231 513     | 38 595 363  | 38 732 528  | 40 887 455  | 43 149 681  | 42 009 729  |
| - Caisse                                  | 1 743 838     | 12 865 121  | 12 910 843  | 13 629 152  | 14 383 227  | 14 003 243  |
| Total ACTIF CIRCULANT                     | 32 354 175    | 51 612 015  | 51 794 900  | 54 668 136  | 57 684 437  | 56 164 503  |

|  |               |   |             |             |             |             |             |
|--|---------------|---|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| -  | -             | - | -           | -           | -           | -           | -           |
| Total général en Ar                        | 93 748 175    |   | 108 153 281 | 103 483 434 | 108 154 036 | 107 312 037 | 101 933 803 |
| -  | -             | - | -           | -           | -           | -           | -           |
| PASSIF                                     | DEBUT ANNEE 1 |   | FIN ANNEE 1 | FIN ANNEE 2 | FIN ANNEE 3 | FIN ANNEE 4 | FIN ANNEE 5 |
| -  | -             | - | -           | -           | -           | -           | -           |
| CAPITAUX PROPRES                           |               |   |             |             |             |             |             |
| - Capital social                           | 28 124 453    |   | 28 124 453  | 28 124 453  | 28 124 453  | 28 124 453  | 28 124 453  |
| - Résultat net de l'exercice               |               |   |             |             |             |             |             |
| - Provision renouvellement immobilisations |               |   |             |             | 7 389 000   |             |             |
| - Autres                                   |               |   | 27 529 851  | 35 984 748  | 46 391 095  | 66 062 840  | 73 809 350  |
| Total CAPITAUX PROPRES                     | 28 124 453    |   | 55 654 303  | 64 109 200  | 81 904 547  | 94 187 293  | 101 933 803 |
| DETTES                                     |               |   |             |             |             |             |             |
| DETTES FINANCIERES                         | 65 623 723    |   | 52 498 978  | 39 374 234  | 26 249 489  | 13 124 745  | 0           |
| - Dettes à LMT                             | 65 623 723    |   | 52 498 978  | 39 374 234  | 26 249 489  | 13 124 745  | 0           |
| - Dettes à CT                              | 0             |   | 0           | 0           | 0           | 0           | 0           |
| DETTES EXPLOITATION ET AUTRES              |               |   |             |             |             |             |             |
| DETTES                                     | 0             |   | 0           | 0           | 0           | 0           | 0           |
| Total des DETTES                           | 65 623 723    |   | 52 498 978  | 39 374 234  | 26 249 489  | 13 124 745  | 0           |
| -  | -             | - | -           | -           | -           | -           | -           |
| Total général en Ar                        | 93 748 175    |   | 108 153 281 | 103 483 434 | 108 154 036 | 107 312 037 | 101 933 803 |
| -  | -             | - | -           | -           | -           | -           | -           |

**COMPTES DE RESULTAT PREVISIONNELS SUR 5 ANS**

MP: matières premières

MC: matières consommables

| (Valeur en millions Ar)                   | ANNEE 1     | ANNEE 2     | ANNEE 3     | ANNEE 4     | ANNEE 5     |
|---|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| A. CHIFFRE D'AFFAIRES HORS TAXES          | 193 324 211 | 231 989 054 | 309 318 738 | 347 983 581 | 386 648 423 |
| Total A                                   | 193 324 211 | 231 989 054 | 309 318 738 | 347 983 581 | 386 648 423 |
| 1. Stock initial M.P. et M.C.             | 25 378 825  | 151 530     | 151 530     | 151 530     | 151 530     |
| 2. Achat M.P. et P.C.                     | 76 288 005  | 121 818 360 | 162 424 480 | 182 727 540 | 203 030 600 |
| 3. Stock final M.P. et P.C.               | 151 530     | 151 530     | 151 530     | 151 530     | 151 530     |
| Total B                                   | 101 515 300 | 121 818 360 | 162 424 480 | 182 727 540 | 203 030 600 |
| C. MARGE BRUTE (A - B)                    | 91 808 911  | 110 170 694 | 146 894 258 | 165 256 041 | 183 617 823 |
| 4. FOURNITURES ET SERVICES EXTERIEURS     | 3 049 000   | 3 658 800   | 4 878 400   | 5 488 200   | 6 098 000   |
| 5. Transport et déplacements              | 2 000 000   | 2 300 000   | 2 645 000   | 3 041 750   | 3 498 013   |
| 6. Frais divers de gestion                | 500 000     | 575 000     | 661 250     | 760 438     | 874 503     |
| Total D                                   | 5 549 000   | 6 533 800   | 8 184 650   | 9 290 388   | 10 470 516  |
| E. VALEUR AJOUTEE ( C - D )               | 86 259 911  | 103 636 894 | 138 709 608 | 155 965 653 | 173 147 307 |
| 7. Frais personnel de production          | 22 448 000  | 22 448 000  | 24 692 800  | 0           | 0           |
| 8. Autres frais de personnel              | 0           | 0           | 0           | 0           | 0           |
| 9. Impôts et taxes (sauf TVA)             | 500 000     | 1 000 000   | 2 000 000   | 2 000 000   | 2 000 000   |
| Total F                                   | 22 948 000  | 23 448 000  | 26 692 800  | 2 000 000   | 2 000 000   |
| G. EXCEDENT BRUT D'EXPLOITATION ( E - F ) | 63 311 911  | 80 188 894  | 112 016 808 | 153 965 653 | 171 147 307 |
| 10. Frais financiers sur dettes LMT       | 164 059     | 131 247     | 98 436      | 65 624      | 32 812      |

|   |            |            |             |             |             |
|---|------------|------------|-------------|-------------|-------------|
| 11. Frais financiers sur dettes CT      | 0          | 0          | 0           | 0           | 0           |
| Total H                                 | 164 059    | 131 247    | 98 436      | 65 624      | 32 812      |
| I. CASH FLOW BRUT ( G - H )             | 63 147 852 | 80 057 646 | 111 918 373 | 153 900 029 | 171 114 496 |
| 12. Amortissements                      | 8 088 151  | 8 088 151  | 8 827 051   | 7 093 718   | 7 093 718   |
| 13. Provisions                          |            |            |             |             |             |
| Total J                                 | 8 088 151  | 8 088 151  | 8 827 051   | 7 093 718   | 7 093 718   |
| K. RESULTAT AVANT IMPOTS ( I - J )      | 55 059 701 | 71 969 496 | 103 091 322 | 146 806 312 | 164 020 778 |
| 14. Impôts sur les bénéfices (45% de K) | 27 529 851 | 35 984 748 | 51 545 661  | 73 403 156  | 82 010 389  |
| 15. Dividendes                          | 0          | 0          | 5 154 566   | 7 340 316   | 8 201 039   |
| Total L                                 | 27 529 851 | 35 984 748 | 56 700 227  | 80 743 472  | 90 211 428  |
| M. CASH FLOW NET ( I - L )              | 35 618 002 | 44 072 899 | 55 218 146  | 73 156 558  | 80 903 068  |
| N. RESULTAT NET ( K - L ) en Ar         | 27 529 851 | 35 984 748 | 46 391 095  | 66 062 840  | 73 809 350  |
| O. CASH FLOW NET CUMULE en Ar           | 35 618 002 | 79 690 900 | 134 909 046 | 208 065 604 | 288 968 671 |

| <b>RATIOS DE RENTABILITE</b>       |                |
|------------------------------------|----------------|
| <b>RATIOS</b>                      | <b>ANNEE 1</b> |
| FRAIS FINANCIERS<br>-----<br>E.B.E | 0,26%          |
| VALEUR AJOUTEE<br>-----<br>C.A.H.T | 44,62%         |
| DELAI DE RECUPERATION              | 2,75 ans       |

Le projet est donc rentable car, en seulement 32 mois, on récupère les montants investis même si la production n'est que de 500 litres/j

## 5.2. Aspects environnementaux

### 5.2.1. Introduction

L'Environnement fait l'objet de multiples définitions. Ce terme possède des significations différentes selon les secteurs d'activités reposant sur l'utilisation des écosystèmes des divers milieux et sur les conséquences de ces activités. Ces variables sont fonction des facteurs économiques, politiques, et sociologiques.

En de simples mots, l'Environnement représente l'ensemble des milieux naturels et artificiels entourant l'Homme dont il est en relation directe comme l'eau, l'air, les conditions sociales, économiques et les infrastructures.

Une autre définition définit l'environnement comme étant l'ensemble des milieux naturels et artificiels qui interagissent avec les milieux humains. Ce sont notamment :

- ✓ l'entourage biophysique : c'est - à - dire, l'équilibre biologique, les ressources naturelles, le climat et le sol ;
- ✓ l'entourage socio - culturel, c'est - à - dire le patrimoine matériel ou culturel engendré par la nature ou créé par l'homme ;
- ✓ l'organisation sociale ;

Autrement dit, on entend par Environnement, l'ensemble des facteurs qui conditionnent l'existence de la nature, qu'ils soient d'ordre matériel ou spirituel.

Dès le début de l'élaboration d'un projet, on doit prévoir les mesures d'accompagnement palliatives des effets éventuels directs ou indirects, et étudier les aspects positifs et négatifs.

### 5.2.2. Objectifs

A l'heure actuelle, à cause de la trop grande vitesse de dégradation de l'environnement, tous les Etats se penchent sur leur préservation. De ce fait, l'utilisateur d'huiles végétales doit avoir en ses possessions un permis environnemental en conformité, notamment, aux lois et décrets suivants :

- ✓ Charte de l'Environnement Malagasy
- ✓ Loi n°099-021 sur la politique de gestion et de contrôle de pollutions
- ✓ Le décret n°99-954 relatif à la Mise en Compatibilité des Investissements avec l'Environnement.

Pour ce faire, nous allons porter notre intérêt sur l'analyse se rapportant à l'essai d'un moteur diesel alimenté d'huile de *Jatropha Curcas*. En effet, l'utilisation d'une huile végétale dans un moteur diesel engendre des avantages et des inconvénients sur l'environnement. Notons que les impacts négatifs sont envisagés aussi en amont qu'en aval du processus, c'est-à-dire de l'extraction au raffinage et du raffinage à l'utilisation l'huile dans un moteur.

Ces impacts sont classés comme suit :

- ✓ **Impacts négatifs**
- ✓ **Impacts positifs**

Pour notre projet, nous allons étudier à chaque fois les sources de ces différents impacts afin de pouvoir apporter une mesure d'atténuation aux impacts négatifs.

### 5.2.3. Rappel des textes législatifs de base relatifs aux gaz d'échappement

Conformément à l'arrêté interministériel N° 6941/2000 fixant les émissions de fumées relatives aux gaz d'échappement des véhicules automobiles et abrogeant les dispositions prévues par l'arrêté N° 1186 du 26 mars 1971 fixant en articles 1 et 7 le texte suivants :

**Article 1 :** Le présent, arrêté a pour objet de réglementer les émissions de fumées relatives aux gaz d'échappement des véhicules. A cet effet, Il en fixe les limites d'émission admissibles.

**Article 2 :** Les moteurs des véhicules automobiles doivent être conçus, construits, réglés, entretenus et conduits de façon à ne pas provoquer des émissions de fumées incommodantes.

**Article 6 :** Les véhicules neufs équipés d'un moteur à combustion interne présentée à la réception par type ou à type isolé pourront faire l'objet d'une mesure de l'opacité de la fumée (pour les moteurs diesel) dans les conditions fixées à l'article 7 ci-dessous.

**Article 7 :** Selon le mode de carburation du moteur (diesel, essence), la mesure de l'émission sera faite au moyen d'un opacimètre ou d'un analyseur de gaz d'un modèle agréé par l'Etat. L'appareil devra être étalonné avant chaque série de mesures.



Conformément aux conditions spécifiées par les protocoles opératoires, la mesure ne devra pas excéder les valeurs indiquées ci-après pour les véhicules de la catégorie concernée :

**Tableau 24 : Emissions pour les véhicules Diesel**

| Catégorie                             | Moyenne arithmétique des coefficients d'absorption ( $m^{-1}$ ) |
|---------------------------------------|---|
| Voitures particulières                | $\leq 2,50$   |
| Autobus et autocars                   | $\leq 2,50$   |
| Véhicules industriels et commerciaux  | $\leq 2,50$   |
| Véhicules et tracteurs agricoles      | $\leq 2,50$   |
| Véhicules spéciaux de travaux publics | $\leq 2,50$   |

#### 5.2.4. Impacts négatifs

Les impacts négatifs sont envisagés dans les opérations unitaires du projet.

##### 1 . Sources des impacts

- ✓ Le transport des graines vers le site de transformation
- ✓ Extraction de l'huile
- ✓ Stockage de l'huile
- ✓ L'opération de raffinage
- ✓ Le stockage des produits chimiques
- ✓ L'utilisation de l'huile dans le moteur diesel.

##### a) Le transport des graines vers le site de transformation

Les graines ne se trouvent pas sur le site de travail. Il faut les transporter sur le lieu et pour cela il faut des automobiles pour les transporter.

Nous savons qu'au cours du chemin, l'automobile dégage une des émissions qui sont des gaz à effet de serre et risque d'accident. Les conséquences sont consignées dans le tableau suivant :

**Tableau 25 : Evaluation des impacts**

| Sources d'impacts | Impacts | Importance |
|-------------------|---------|------------|
|-------------------|---------|------------|

|                                   |  |  |
|-----------------------------------|--|--|
| Emissions de gaz à effet de serre | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Contribution au réchauffement climatique</li> <li>✓ Effondrement des glaces des pôles</li> <li>✓ Augmentation du niveau des eaux de mer</li> <li>✓ Inondation des petites îles insulaires.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Mineure<sup>1</sup></li> <li>✓ Mineure</li> <li>✓ Mineure</li> <li>✓ Mineure</li> </ul> |
| Risques d'accident                | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Risques de blessures</li> </ul>   | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Cela dépend du cas : indépendant du type de carburant</li> </ul>                        |

### b) l'extraction de l'huile et déversement accidentel

Notons que dans notre projet, nous avons utilisé une presse à vis sans fin. Cette presse consomme de l'énergie électrique. Au cours de l'extraction, plusieurs impacts négatifs peuvent se présenter au cours, de l'usage de l'électricité, de l'alimentation en graines qu'à l'évacuation de l'huile dans le bac de décantation. Dans le tableau suivant, nous mentionnons seulement les sources d'impacts et les impacts négatifs.

| Sources d'impacts              | Impacts   |
|--------------------------------|---|
| La presse à vis sans fin       | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Risques d'accident</li> </ul>  |
| L'usage de l'électricité       | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Risques d'accident</li> </ul>  |
| Déversement accidentel d'huile | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Pollution créée par les matières organiques déversées</li> <li>✓ Sol glissant</li> </ul> |

En effet, de l'huile rejetée dans le milieu naturel nuit sérieusement à l'oxygénation du sol et des eaux et présente un caractère toxique pour la faune et la flore. Il est à noter que si l'huile est déversée dans un réseau d'assainissement d'eaux (usées), cela provoque des perturbations graves au niveau de la station d'épuration y afférente (forte réduction de l'oxygénation des boues activées en cas d'épuration biologique, mauvaise sédimentation des boues dans les décanteurs, importantes difficultés de déshydratation mécanique des boues résiduaires).

### c) Les eaux usées

Elles proviennent du lavage des cuves, pour le lavage de l'huile après la neutralisation a des effets.

Ces eaux contiennent de l'huile (matières organiques). Après les opérations de lavage, les eaux usées ne devront pas être déversées ni dans la nature, ni acheminées dans une rivière ou dans des caniveaux sans traitement.

<sup>1</sup> Les impacts sont mineurs car les quantités utilisées sont faibles

## e) Le stockage des produits chimiques

Le stockage des produits chimiques (la soude caustique NaOH et le sulfate de sodium Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) doit être conforme aux règles et bonnes pratiques y afférentes.

### 1) Cas de l'hydroxyde de sodium (ou soude caustique)

C'est une base forte et corrosive qui réagit violemment au contact des acides et produit une quantité importante de chaleur en se dissolvant. La dissolution dans l'eau est exothermique. Il y a donc des risques de projection lors de l'introduction de soude solide dans l'eau. Le contact de ce produit avec le corps provoque de graves brûlures.

Dans une étude publiée dans le site Internet (<file:///G:/ali/La%20soude%20caustique.htm>), on révèle des effets suivants

#### Irritation et corrosion :

- ✓ Sur la peau, une sensation d'irritation après un délai de quelques minutes, brûlures graves, ulcération profonde
- ✓ Dans les yeux, une désintégration et escarrification de la conjonctive et de la cornée, oedème, ulcération, possibilité d'opacification permanente de la cornée

#### Ingestion:

- ✓ Corrosion des voies digestives, douleur intense,
- ✓ Vomissements sanglants avec fragments de muqueuse,
- ✓ Diarrhée,
- ✓ Inflammation du larynx (suffocation possible),
- ✓ Possibilité de perforations oesophagiennes et gastriques, de *collapsus* et de mort;
- ✓ Exposition aux aérosols: peau (multiples petites brûlures avec perte temporaire de poils),
- ✓ Voies respiratoires (irritation et possibilité d'ulcération des voies nasales et d'oedème pulmonaire).

### 2) Cas du Sulfate de sodium

Ce produit est absorbé par les voies respiratoires, la peau et les voies digestives et peut développer les effets suivants :

|                        |                          |                                     |
|------------------------|--------------------------|-------------------------------------|
| Yeux (conjonctivite,   | dommages à la cornée),   | Si inhalé sous forme de poussières: |
| Respiration difficile, | Toux, Congestion nasale, |                                     |
| Maux de tête.          | Gorge sèche,             |                                     |

## d) Impacts causés par l'utilisation de l'huile dans le moteur diesel

### 1) Les odeurs

Pour le moteur alimenté avec de l'huile de *Jatropha Curcas*, les gaz à la sortie d'échappement sont remarquables du fait que leur odeur aromatisée par la présence de composés aromatiques. Nous avons montré



également qu'il y a des imbrûlés lors de la combustion. Les huiles non brûlées ne sont que des hydrocarbures. C'est de cette raison que nous sentons l'odeur de la fumée comme caractéristique de l'huile. Ces odeurs peuvent entraîner des effets gênants la respiration de ceux qui font le travail de la maintenance de ce moteur.

## 2) Les bruits

Le bruit d'une unité d'extraction peut parfois être intense. Dans ce cadre, les normes sont les suivantes :

**Tableau 26 : Normes OMS sur le bruit**

| Environnement spécifique  | Effet critique sur la santé | Leq [dB(A)] | Base de temps [heures] | Lmax |
|---|-----------------------------|-------------|------------------------|------|
| Zones industrielles, commerciales, marchandes, de circulation, extérieur et intérieur | Perte de l'audition         | 70          | 24                     | 110  |

Les employés devront donc porter des stop bruit ou des casques. Sinon, on peut aussi procéder à une rotation du personnel pour réduire les durées d'exposition.

## 3) Les vibrations

L'effet de la vibration sur un employé ne peut pas être négligé, en cas d'excès de celle-là, elle peut entraîner le déséquilibre physique et psychologique, le tremblement ainsi que la perte de la mémoire à l'âge de la vieillesse.

## 4) Les hydrocarbures imbrûlés

L'effet des hydrocarbures imbrûlés au cours d'une combustion incomplète est dangereux pour la santé. Il s'agit d'un effet purgatif toxique total qui est à l'origine d'une maladie cancéreuse et respiratoire.

La préparation de cette huile nécessite une grande précaution, car c'est un produit non comestible. Deux gouttes ont un effet purgatif pour un enfant. Une faible dose entraîne des diarrhées, vomissements, tandis qu'une forte dose mène à l'inconscience ainsi qu'à la mort

Tout ce que nous avons vu précédemment n'est que des impacts non contrôlés provenant des actions de ce produit. Cette situation sera très délicate si nous ne parlons entre autres que de la toxicité de ces effets. A l'inverse, les côtés positifs se rapportant à l'exploitation de ce produit nous fournissent des traits de mise en valeurs que nous énumérons ci-dessous.

### 5.2.5. Impacts positifs

Les avantages de cette huile sont très nombreux :

#### 1) Avantages des émissions

La différence fondamentale entre les biocarburants et les carburants d'origine fossile est que, lors de leur combustion, les carburants fossiles créent une accumulation de CO<sub>2</sub>, tandis que la quasi-totalité du CO<sub>2</sub>, dégagé

lors de la combustion d'un biocarburant n'est autre que celui que la plante a prélevé dans l'atmosphère au cours de sa période de végétation et qui est donc quasi totalement recyclé (selon les résultats de chercheurs écologistes). Ceci confère aux huiles végétales un énorme avantage par rapport aux carburants fossiles.

Mais soyons honnête, n'oublions pas que dans la phase de production des biocarburants, il y a dépense d'énergie. Malgré celle-ci, les biocarburants en général, **réduisent** le dégagement de CO<sub>2</sub> de plus de **60%** par rapport à l'essence et au gasoil. Ce chiffre est une très bonne approximation des biocarburants en général, certaines sources mentionnent même une réduction totale de CO<sub>2</sub> de 75%.

Cela a été bien vérifié pendant les essais. Les fumées de l'huile raffinée dégagées par l'échappement lors de nos essais sont très respirables alors que celle dégagée par le gazole est tout à fait toxique que la population des alentours ne peut pas résister. Donc nous concluons que la fumée rejetée à l'échappement lors de l'utilisation de l'huile de Jatropha dans ce moteur présente moins d'impacts négatifs au point de vue social (fumée non toxique) et écologique (réduit très considérablement les émissions des gaz à effet de serre).

Un autre gros problème, posé par les carburants d'origine fossile, est leur teneur en **soufre**. Ce soufre retombe sous forme d'acide sulfurique et agresse les toitures et dégradent notamment les façades des monuments. Il joue également un rôle important dans la formation des pluies acides, néfastes pour les forêts. Mais, vu que les biocarburants contiennent **très peu** (100 fois moins) ou **pas** de **soufre**, 0,13% pour le Jatropha contre 1,2% pour le gazole, ce problème ne se pose pas. Une fois de plus, ceci donne un autre avantage à l'emploi d'huiles végétales comme carburants.

Certaines de ces différentes informations peuvent être vérifiées par les analyses de l'opacité de l'huile de Jatropha raffinée effectuées au Centre de Sécurité Routière d'Ampasapito à Antananarivo.

Conformément aux articles 1 et 6 et 7 de l'arrêté interministériel N°6941/2000 cités précédemment, l'huile de Jatropha raffinée se plaçant dans la catégorie des combustibles Diesel, utilisée comme combustible dans le moteur Diesel que nous avons décrit dans le chapitre précédent donne les résultats suivants après la mesure de l'opacité de la fumée dans les conditions fixées dans l'article 7.

Le contrôle de cette opacité est effectué au Centre de Sécurité Routière d'Ampasapito.

Mesurages : conforme à la norme NF R 10 – 025.

La température du moteur au moment de la mesure est 80°C.

Les valeurs relevées dans l'opacimètre sont consignées dans le tableau suivant :

**Tableau 27 : Contrôle des gaz d'échappement**

| Mesure    | Coefficient d'absorption ( $m^{-1}$ ) | Température moteur ( $^{\circ}C$ ) | Régime moteur (tr/min) |
|-----------|---------------------------------------|------------------------------------|------------------------|
| <b>C1</b> | 3,37                                  | Chaud                              | 1533                   |
| <b>C2</b> | 2,83                                  | Chaud                              | 1911                   |
| <b>C3</b> | 2,57                                  | Chaud                              | 1966                   |
| <b>C4</b> | 1,61                                  | Chaud                              | 1908                   |
| <b>C5</b> | 1,11                                  | Chaud                              | 1937                   |

Résultat retenu :  $\leq 0,5 m^{-1}$  (acceptable)

Ce résultat ( $\leq 0,5 m^{-1}$ ) indique que les gaz émis ne sont pas nuisibles ( $2,50 m^{-1}$  est la limite)

**En résumé**, l'utilisation d'une huile végétale qu'elle soit brute ou raffinée comme carburant, apporte en général une diminution des émissions des gaz d'échappement par rapport aux carburants pétroliers. En effet, la quantité de  $CO_2$  rejeté est plus ou moins la même quantité que la plante a absorbée durant sa croissance. Les huiles végétales ne contiennent pas ou très peu de soufre. Les émissions du CO, NOx et des HC sont du même ordre de grandeur mais pas nécessairement plus faibles.

Nous avons donc tout à gagner en utilisant cette huile comme carburant, qui est globalement moins polluantes.

## 2) Avantage Ecologique

L'avantage de cette unité favorise le développement de la culture du *Jatropha Curcas*. Par conséquent, sa culture protégera les sols contre l'érosion éolienne et hydrique.

Lors de la combustion de cette huile, elle ne se dégage pas des oxydes métalliques, de plus les gaz carboniques que la plante absorbe lors de la photosynthèse chlorophyllienne seront totalement dégagés dans cette transformation.

## 3) Avantage médical

Cette huile n'a aucun effet nuisible sur la peau de l'homme. Des études sur les effets dermatologiques du savon et des produits cosmétiques à base de cette huile sont effectuées actuellement.

## 4) Avantage social

La culture de cet arbrisseau constitue une nouvelle source d'activité dans la lutte contre le chômage. L'installation de cette unité créera des emplois, et réduira le chômage.

## 5) Avantage économique

La valorisation des tourteaux (qui présentent une proportion de 74% de la masse) dans le domaine d'engrais porte une valeur économique dans le pays.

La vente de l'huile de *Jatropha* raffinée comme combustible est une activité qui est génératrice de revenus pour les paysans en général.

Un autre avantage de ce secteur est que les *Soapstocks* ne constituent pas un déchet mais peut être valorisé pour fabriquer des savons. Cette perspective soulèverait un autre domaine d'activité économique.

### **6) Avantage agricole**

Les tourteaux provenant de l'extraction ne sont pas menaçant au point de vu environnemental. L'utilisation du tourteau comme engrais organique améliorera la récolte. Des recherches sont en cours pour voir la possibilité de la fabrication de pesticides à partir d'une telle huile.

### **7) Avantage énergétique**

L'utilisation de l'huile de *Jatropha* comme substituant du gasoil dans des moteurs à préchambre de combustion permettrait de résoudre en partie le problème d'énergie.

Des études pourraient bien être menées en vue de la possibilité d'utilisation de cette huile dans les foyers à la place du pétrole lampant,

#### **5.2.6. Mesures d'atténuation des effets néfastes**

Pour une éventuelle installation de l'unité d'extraction, on doit se conformer à la politique nationale de l'environnement, qui vise à établir un équilibre durable et harmonieux entre les besoins du développement de l'homme et les soucis écologiques. Il faut penser pour chaque recherche à une mesure qui minimise les effets dégradants de l'environnement.

Dans ce paragraphe, nous allons proposer à notre vision des mesures d'atténuation qu'en les appliquant réduiraient les impacts néfastes.

#### **Pour l'installation de l'unité**

- ✓ Installer l'unité dans une zone où l'acheminement des graines ne constitue pas un goulot d'étranglement. Ceci diminuera non seulement les dépenses mais aussi les risques d'accident de la route.
- ✓ Eviter le conditionnement de l'huile dans des récipients cassables et ces derniers doivent être bien fermés pour éviter les déversements accidentels.
- ✓ En ce qui concerne les eaux usées, recycler pour les réutiliser à nouveau au lieu de les déverser dans la nature.



## Bruit et vibrations

Pour éviter les bruits du moteur, l'unité de production doit être écartée des zones peuplées de la ville et prévoir des filtres à air avec amortisseur de sifflement et chambre d'ionisation, ou l'usage de silencieux en augmentant le trajet que les gaz d'échappement parcourent avant la sortie dans l'atmosphère.

Afin de minimiser les dégâts éventuels causés par les vibrations, l'installation de l'unité nécessite un système d'amortisseur régulier. Les normes concernant l'intensité de bruit et de vibration que l'on doit respecter sont les suivantes :

Extrait valeurs guides OMS pour le bruit dans les collectivités en milieux spécifiques

| ENVIRONNEMENT SPÉCIFIQUE      | EFFET CRITIQUE SUR LA SANTÉ                   | Leq [dB(A)] | BASE DE TEMPS [heure] | Lmax |
|-------------------------------|---|-------------|-----------------------|------|
| Zone résidentielle extérieure | Gêne sérieuse pendant la journée et la soirée | 55          | 16                    | -    |
|                               | Gêne modérée pendant la journée et la soirée  | 50          | 16                    | -    |

## Stockage des produits chimiques

A fin de réduire les impacts négatifs que peut causer le stockage des produits chimiques, les employés de l'unité doivent se conformer aux exigences suivantes :

- ✓ éviter tout contact physique au moyen de vêtements adaptés;
- ✓ le personnel doit au préalable porter des gants pour éviter tout contact avec la peau,
- ✓ le port de casque et de lunettes est obligatoire pour éviter l'inhalation de vapeurs.

Pour le stockage de ces produits, le caoutchouc et le PVC sont de très bons matériaux de protection contre la lessive de soude et peuvent éviter toutes sortes de déversement accidentel.

D'une manière générale, le développement de la technologie progresse avec l'environnement. Quand il y a un nouvel exploit, l'entourage se dégrade petit à petit. C'est dans ce sens que l'on considère indispensablement une étude d'impact environnemental en vue de prévoir les mesures d'atténuation adéquates.

Pour notre cas, la réalisation de ce projet consiste à bien montrer les avantages dans tous les cas (économique, écologique,...) de cette opération et les mesures de sauvegarde environnementale à mettre en place.

## CONCLUSIONS GENERALES

La plante de *Jatropha*, si elle est bien exploitée, peut donc constituer une importante source de revenu. De l'extraction (qui donne de l'huile brute et des tourteaux qui peuvent servir d'engrais organique) au raffinage (qui donne de l'huile raffinée et des *soapstocks* qui peuvent être récupérés pour la fabrication du savon), chaque maillon du système *Jatropha* possède son domaine d'utilisation.

Dans ce travail, nous avons étudié, l'utilisation de l'huile de *Jatropha* raffinée comme carburant dans un moteur diesel.

Dans une première partie, après une étude basée sur des généralités relatives aux huiles oléagineuses, nous avons revu les techniques d'obtention, les procédés de raffinage, et fait une étude des propriétés physico-chimique des huiles en fonction de la température. Des études bibliographiques sur les différentes utilisations du *Jatropha* (de la plante à l'huile en passant par les tourteaux) ont donc été faites.

Dans la deuxième partie de l'étude, nous avons donné les propriétés de base que doit avoir une huile végétale pour qu'elle puisse être utilisée comme combustible diesel.

La troisième partie qui synthétise les études pratiques, a commencé par l'extraction de l'huile avec une presse. Avec cette presse mécanique à vis sans fin, nous avons obtenu un rendement de 26% en huile, de 70% en tourteaux et de 4% en farine pâteuse. L'huile a été récupérée après une phase de décantation et de filtration.

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile brute déterminées expérimentalement, notamment la viscosité, confirment bien la difficulté de cette dernière de servir comme carburant de remplacement dans le moteur diesel. Cependant à partir d'une certaine température, son utilisation est possible dans un moteur diesel et, cela, avec un démarrage facile.

L'opération de raffinage a été faite en quatre grandes étapes : (i) la démulcination ou le dégomme pour diminuer la viscosité de l'huile à l'aide de l'eau chaude et pour éliminer les gommages, (ii) la neutralisation ou la désacidification pour éliminer les acides gras libres avec une solution à 20°Bé de soude caustique, (iii) un lavage par de l'eau froide suivi d'un (iv) séchage avec du sulfate de sodium anhydre de l'huile raffinée. L'opération de raffinage a donné les rendements suivants pour 13 kg d'huile brute : 64,25 g soit 0,49% de gommages, 0,8 kg soit 6,15% de *soapstocks*, et 12,1 kg soit 93,35% d'huile raffinée.

Après ces opérations, une série d'analyses physico-chimiques a été effectuée dans différents laboratoires pour caractériser l'huile obtenue. Les résultats obtenus montrent qu'il y a eu une amélioration des propriétés physico-chimiques de l'huile. La viscosité de l'huile a diminué de 13,9 unités par rapport à celle de l'huile brute. Les analyses chimiques et chromatographiques effectuées montrent que l'huile raffinée présente une résistance élevée à la polymérisation et à la détérioration à la condition qu'elle ne soit pas stockée pendant sur de longues périodes.

Pour la production d'huile raffinée à l'échelle pilote, il faut 2 tonnes de graines pour une unité de traitement d'un volume de 500 litres (soit 0,46 tonne) par jour. 0,091% de soude caustique (du marché officiel) et 9,15 kg de sulfate de sodium anhydre sont nécessaires pour obtenir un bon rendement en huile raffinée de 93,85% et 6,15% de *soapstocks*.

L'utilisation de l'huile raffinée lors des essais avec un moteur diesel a été très satisfaisante. Au banc d'essai, l'huile raffinée s'est bien comportée et aucun problème majeur n'a été noté. Ceci a bien confirmé l'amélioration de la qualité de l'huile (démarrage facile du moteur à froid)

Au cours de ces essais, une étude comparative de consommation est faite lorsque le moteur est soumis à des charges variables de 1000 W et de 3000 W et a montré une légère hausse de la consommation en huile raffinée par rapport au cas de l'huile brute. La consommation en huile raffinée reste comparable à celle du gazole à 1000 W et est comparable à celle de l'huile brute à 3000 W, ce qui est dû à la différence du pouvoir calorifique des divers carburants.

Le prix du carburant "huile raffinée" peut diminuer en partant d'une évaluation du système "*Jatropha*". Autrement dit, des économies peuvent être faites depuis la cueillette des graines en passant par le pressage (récupération et vente du tourteau) jusqu'au raffinage (récupération et vente de *soapstocks*). La mise en place d'une unité de raffinage de 500 l par jour est rentable et peut donc contribuer efficacement à la réduction de certaines émissions et à la préservation de l'Environnement.

## BIBLIOGRAPHIE

1. ADAM. J  
"Les plantes à matières grasses" 1953; société d'éditions géographiques, Maritimes et coloniales, IV,  
Paris, France, p. 101 – 119
2. Aliou Ousmane HAIDARA.  
"Valorisation d'une huile végétale tropicale: l'huile de pourghère".  
Université de Sherbrooke, Faculté des Sciences Appliquées, Département Génie Chimique
3. ANDRIAMANANTENA Tovonany Barisor : Technique de culture et de valorisation du Jatropha à  
Madagascar
4. ANONYME, livre de procédé Volume I à IV Documentation T.O.P (Ex ES MAMISOA)
5. A.WILLEMART (Maître de conférence à la faculté des Sciences de Paris sous-Directeur à l'Ecole  
nationale supérieure de Chimie et R.CHAUX Ingénieur en chef aux charbonnage de France "Les  
grandes fonctions de la chimie organique et leurs principales applications" Deuxième édition  
augmentée  
Paris DUNOD 92, RUE BONAPARTE (6<sup>e</sup>) 1958
6. B.PAZIL; A. TERENCEY  
"Chimie organique "  
Edition MIR Moscou  
Adresse 1<sup>er</sup> Rijski péréoulouk, 2, Moscou, 278, URSS
7. BRUWER, J. J., B. V. D. BOSHOFF, F. J. C. HUGO, J. FULS, C. HAWKINS, A N. V. D.,WALT A  
ENGELBRECHT et L. M. DUPLESSIS (1980). The utilization of sunflower seed oil as a renewable  
fuel for diesel engines, American Society o f Agricultural Engineers,vol. 2, publ. no 4 – 8 1.
8. COLL, 1980 ; Hunke et BamicJ982; Yurbrough et c d , 1982 j.
9. Dictionnaire Encyclopédie Microsoft® Encarta® 2005. © 1993-2002 Microsoft Corporation.
10. DROIT S.  
"Recherches sur les graines et l'huile de pourghère"  
Thèse de Doctorat en Pharmacie, Imprimerie Barnéoud, Laval, France, 1932
11. ENTREPRISE WORKS.  
"Production et transformation des Oléagineuses",  
Pays d'opération (Bénin, Mali, Sénégal, Tanzanie)  
Business and Market Expansion

12. GAYDOU – MENET – RAVELOJAONA – GENEST. “Ressources énergétiques d’origine végétale à Madagascar”. Oléagineux, 37, 3, 1982, page 135 – 140
13. I.S.F.R (Institut Supérieure de Formation et de Recherche) et Centre National de Documentation et de Recherche Scientifique (C.N.D.R.S). Fax ; (269)74-41-89, email : [isfr@snpt.km](mailto:isfr@snpt.km). P.B. 881 Moroni Comores. Valorisation des oléagineux aux Comores
14. J-C Guibert,  
"Carburants et moteurs",  
Publication de l'Institut Français du Pétrole,  
ISBN 2-7108-07041
15. KERHRO. ADAM. J  
"La pharmacopée traditionnelle Sénégalaise, plantes médicinales et toxiques"  
Edition Vigot Frères, France, Paris, 1973, p. 419 – 421
16. Les plantes à matières grasses 1953. Société d’éditions géographiques, Maritimes et coloniales, IV,  
Paris, France, P.101-119,
17. MENSIER P.H.  
"Dictionnaire des huiles végétales"  
Editions le Chevalier, Paris, France, 1975, p. 125 - 129
18. Münch / Kiefer: Mourez Purgiernuss, Université de Hohenheim, Allemagne, Febr. 1986, p. 128 (86.2-1)
19. NASSURILLAH – NAGARAJA K.U. (22).  
"Detection of the presence of toxic oils in edible vegetable oils".  
Oléagineux 42, 1987, n°1, p.35-38
20. RADOTONIANA PATRICK Mamimaniraka  
"Contribution à la valorisation du jatropha curcas, études antérieures fraction lipidique, essai de valorisation"  
Mémoire de fin d’études, Département : Industries Agricoles et Alimentaires, ESSA Université d’Antananarivo 1989.
21. RAKOTOMANIRAKA Mamitiana Josué  
"Contribution à étude de raffinage de l’huile de coprah, cas du T.O.P"  
Mémoire de fin d’études, Département IAA, ESSA, Université d’Antananarivo 1976
22. RALAIMANARIVO Andriamiarana Auguste  
"Etude sur les possibilités de raffinage de l’huile de palme à Madagascar"  
Mémoire de fin d’études ESSA Département Industrie Agricole et Alimentation (IAA)

**23. RANDRIHASIPARA Marie Laurent**

"Contribution à la connaissance et à l'étude des possibilités d'utilisation et de valorisation de savons, jatropha, plante oléagineuse, utilisation"

1976 Université de Madagascar

**24. RANDIMBISOA Mirindra Tsitohaina**

"Conception d'un réacteur et expérimentation à l'échelle pilote de la transestérification de l'huile de jatropha curcas en Biodiesel"

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur Génie Chimique, année 2004, ESPA, Université d'Antananarivo

**25. RANDRIAFAMATANANSOA Misaharinome Lovola**

"Conception et réalisation d'un réacteur à Jatropha Curcas"

Mémoire d'Ingénieur 2003, Département Génie Industriel, Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo

**26. RANDRIHASIPARA M.L.**

"Contribution à la connaissance et à l'étude des possibilités d'utilisation et des valorisations du Saova"

Mémoire de fin d'études Département Eaux et Forêts. 1987, ESSA Université d'Antananarivo

**27. RASOARAHONA J.R.E. 1881**

"L'huilerie de coton à Madagascar, amélioration des procédés de raffinages et perspectives d'avenir"

Mémoire de fin d'études Département IAA/ ESSA, Université d'Antananarivo

**28. REINHARD HENNING, OUMOU Sanakoura, YAYA Sidibé**

"Production et utilisation de l'huile de jatropha comme carburant". Rapport annuel du projet PN93.2202.

5 – 01. 100 Janvier 1996

Bamako, République de Mali. B.P. 134 Tel : +223 227 803, Fax : +223 227 184

**29. REINHARD HENNING, Mme BA OUMOULY Sedou Touré**

"Étude économique sur les productions artisanales et semi industrielle de savon à base de pourghère" Direction nationale de l'hydraulique et d'énergie

Projet pourghère DNHE – GTZ, Novembre 1994 Bamako, République de Mali. B.P. 134 Tel : +223 227803, Fax : +223 227 184

**30. SIAKA KONE, Seminaire-Atelier du CCA-ONG, Bamako, mars 1995 (95.19)**

**31. STERN R., O. PERDU, G. HILLION (1 988). Replacement for fuel oils with vegetable oil ester: an opportunity for some countries, Rev. Inst. Fr. Pet., 92506, vol. 34, no 6, p. 883-893. 32. BACON, D. M.,**

P. BREAR, I. D. MONCRIEFF et K. L. WALKER (1981). The use of vegetable oils straight and modified form as diesel engine fuels, vol- 3, p. 1525-1 533.

32. "Technique de l'ingénieur pour les combustibles solide ou liquide"

Page A. 2150 – 13

33. VAITILINGOM G., P. KIGELIN, J. ANDRZEJEWSKI et A. SAPINSKI (1991). Effect of hexyl nitrate and intake air temperature on the ignition delay of vegetable oils, Entropie, vol. 2, no 161, p. 39-43.

34. WHITTED, K E. (1 98 1). Vegetable oils: fuels for diesel engines, 1 st Ag. Fuels Research.

35. [http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Point\\_d'Éclair](http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Point_d'Éclair)

36. [http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Pouvoir\\_calorique](http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Pouvoir_calorique)

37. [http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Viscosité\\_cinématique](http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Viscosité_cinématique)

38. [http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Détermination\\_de\\_l'indice\\_d'acide](http://www.fr.wikipedia.org/wiki/Détermination_de_l'indice_d'acide)

39. <http://www.jatropha.de/p-o-engines/index.html>

# **ANNEXES**

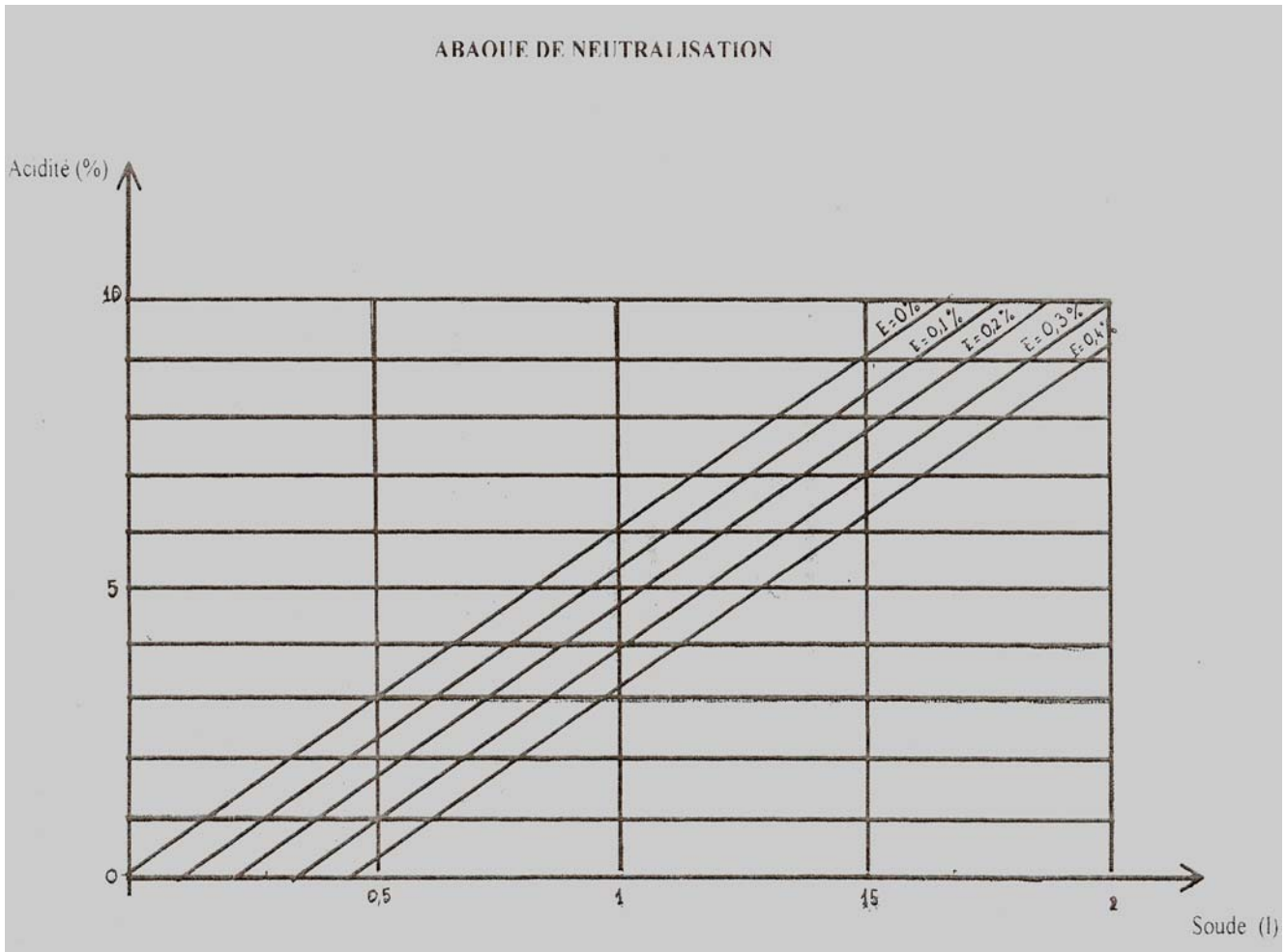


## ANNEXE 1 : Correspondance entre degré Baumé et la solution de soude

Tableau : la densité et la concentration des solutions de soude et de potasse caustique

| Degré Baumé (°Bé) | Densité à 15°C | 1Kg de solution contient : (g NaOH) | 1Kg de solution contient : (g KOH) | 1l de solution contient : (g NaOH) | 1l de solution contient : (g KOH) |
|-------------------|----------------|-------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|
| 5                 | 1,036          | 33,500                              | 45                                 | 35                                 | 46                                |
| 6                 | 1,045          | 40,000                              | 56                                 | 42                                 | 58                                |
| 7                 | 1,052          | 46,400                              | 64                                 | 49                                 | 67                                |
| 8                 | 1,060          | 52,900                              | 74                                 | 56                                 | 78                                |
| 9                 | 1,067          | 58,700                              | 82                                 | 63                                 | 88                                |
| 10                | 1,075          | 65,500                              | 92                                 | 70                                 | 99                                |
| 11                | 1,083          | 73,100                              | 101                                | 79                                 | 109                               |
| 12                | 1,091          | 80,000                              | 109                                | 87                                 | 119                               |
| 13                | 1,100          | 86,800                              | 120                                | 95                                 | 132                               |
| 14                | 1,108          | 94,200                              | 129                                | 104                                | 143                               |
| 15                | 1,116          | 100,600                             | 138                                | 112                                | 153                               |
| 16                | 1,125          | 109,700                             | 148                                | 123                                | 167                               |
| 17                | 1,134          | 118,400                             | 157                                | 134                                | 178                               |
| 18                | 1,142          | 126,400                             | 165                                | 144                                | 188                               |
| 19                | 1,152          | 135,500                             | 176                                | 156                                | 203                               |
| 20                | 1,162          | 143,700                             | 186                                | 167                                | 216                               |
| 21                | 1,171          | 151,300                             | 195                                | 177                                | 228                               |
| 22                | 1,180          | 159,100                             | 205                                | 188                                | 242                               |
| 23                | 1,190          | 167,700                             | 214                                | 200                                | 255                               |
| 24                | 1,200          | 176,700                             | 224                                | 212                                | 269                               |
| 25                | 1,210          | 185,800                             | 233                                | 225                                | 282                               |
| 26                | 1,220          | 195,800                             | 242                                | 239                                | 295                               |
| 27                | 1,231          | 205,900                             | 251                                | 253                                | 309                               |
| 28                | 1,241          | 214,200                             | 261                                | 266                                | 324                               |
| 29                | 1,252          | 226,400                             | 270                                | 283                                | 338                               |
| 30                | 1,263          | 236,700                             | 280                                | 299                                | 353                               |
| 31                | 1,274          | 248,100                             | 289                                | 316                                | 368                               |
| 32                | 1,285          | 258,000                             | 298                                | 332                                | 385                               |
| 33                | 1,297          | 268,300                             | 307                                | 348                                | 398                               |
| 34                | 1,308          | 278,000                             | 318                                | 364                                | 416                               |
| 35                | 1,320          | 288,300                             | 327                                | 384                                | 432                               |
| 36                | 1,332          | 299,300                             | 337                                | 399                                | 449                               |
| 37                | 1,345          | 312,200                             | 349                                | 420                                | 469                               |
| 38                | 1,357          | 324,700                             | 359                                | 441                                | 487                               |
| 39                | 1,370          | 336,900                             | 369                                | 462                                | 506                               |
| 40                | 1,383          | 349,600                             | 378                                | 483                                | 522                               |
| 41                | 1,397          | 362,500                             | 389                                | 506                                | 543                               |
| 42                | 1,410          | 374,700                             | 399                                | 528                                | 563                               |
| 43                | 1,424          | 388,000                             | 409                                | 553                                | 582                               |
| 44                | 1,438          | 399,900                             | 421                                | 575                                | 605                               |
| 45                | 1,453          | 414,100                             | 434                                | 602                                | 631                               |
| 46                | 1,468          | 428,300                             | 446                                | 629                                | 655                               |

|    |       |         |     |     |     |
|----|-------|---------|-----|-----|-----|
| 47 | 1,483 | 443,800 | 458 | 658 | 679 |
| 48 | 1,498 | 461,500 | 471 | 691 | 706 |
| 49 | 1,514 | 476,000 | 483 | 721 | 731 |
| 50 | 1,530 | 490,200 | 494 | 750 | 756 |



## ANNEXE 2 : INDICE DE SAPONIFICATION

### D'après la norme française A.F.NOR. NFT 60 – 206

#### Définition

L'indice de saponification d'un corps gras est défini par le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier un gramme de produit.

#### Réactifs

- Hydroxyde de potassium: solution titrée à environ 0,5 N dans l'éthanol 95 – 96% V/V.
- Acide chlorhydrique : solution aqueuse titrée à 0,5N.
- Phénolphtaléine : solution titrée à 1% m/v dans l'éthanol à 95 – 96% V/V.

#### Appareillage

- Ballon de 50ml et chauffe-ballon correspondant
- Réfrigérant à reflux tota
- Burette graduée de 25ml au 1/10
- Balance électronique au dixième de milligramme
- Système d'agitation magnétique

#### Mode opératoire

- Peser 2 g d'huile
- Ajouter 25ml de solution éthanolique d'hydroxyde de potassium de titre connu 0,5N
- Adapter au réfrigérant le ballon contenant la prise d'essai et la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium
- Porter à légère ébullition en agitant de temps en temps pendant 60 min en présence de Phénolphtaléine
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions

#### Résultats

L'indice de saponification I.S est calculé à partir de la formule :

$$I.S = \frac{(V_0 - V_1) \times T \times 56,1}{m} \quad \text{Où}$$

$V_0$  et  $V_1$  sont les volumes en ml de la solution d'acide chlorhydrique pour l'essai à la balance et pour la détermination

$T$  est le titre exact de la solution d'acide chlorhydrique utilisé

$M$  est la masse de prise d'essai

**ANNEXE 3 : INDICE D'ACIDE****D'après la norme française****A.F. NOR NFT 60 – 204****Définition**

L'indice d'acide d'un corps gras est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser l'acidité libre d'un gramme de ce corps gras.

**Réactifs**

- Ethanol à 95% v/v au minimum, à neutraliser au moment de l'emploi
- Hydroxyde de potassium 0,01N
- Phénolphtaléine à 1% dans l'éthanol

**Appareillages**

- Bécher de 250ml
- Burette graduée de 25ml au 1/10
- Pipette de 25ml
- Système d'agitation magnétique
- Balance analytique de précision au 0,1mg

**Mode opératoire**

- Peser une masse de 4g d'huile
- Ajouter à la prise d'essai environ 35ml d'éthanol neutralisé
- Titrer, en agitant énergiquement, avec la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium jusqu'à virage de l'indicateur

**Résultats**

En tenant compte que 1ml de solution normale d'hydroxyde de potassium correspond à 56,1mg d'hydroxyde de potassium, l'indice d'acide est égal à :

$$I.A = \frac{V \times 56,1 \times N}{m}$$

Avec

**V** est le volume en milligramme de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium utilisé  
**m** la masse de la prise d'essai en gramme

## ANNEXE 4 : INDICE D'ESTER

### Définition

C'est le nombre de milligramme de KOH nécessaire à la neutralisation de 1 g de corps gras.

### Principe

Hydrolyse des esters par chauffage, dans des conditions définies en présence d'une solution éthanolique titrée de KOH, & dosage de l'excès d'alcoolique par une solution titrée de HCl.

### Réactifs

- Toujours de l'eau distillée
- Ethanol à 95% (v/v) à 20°C récemment neutralisé par la solution de KOH, en présence de l'indicateur coloré, utilisé par la détermination
- KOH, solution éthanolique titrée,  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol} / \text{l} = 0,5\text{N}$
- HCl, solution titrée,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol} / \text{l} = 0,5\text{N}$
- Indicateur coloré : phénophtaléine  $\phi\phi$  : solution à 2g /l dans l'éthanol

### Appareils

- Ballon en verre résistant aux alcalins, de capacité 100 à 250 ml, à col rodé auquel peut être adapté en tube en verre d'extrémité codée
- Eprouvette de 5ml
- Burette de 25 ml, gradué en 0,1ml
- Bain d'eau bouillant
- Balance analytique

### Mode opératoire

#### Prise d'essai

Peser à 0,5 près 2 g  $\pm$  0,05 g de l'échantillon

#### Détermination

- Dans le ballon de 100 à 200 ml, introduire la prise d'essai (2 g  $\pm$  0,001 g)
- Ajouter à l'aide d'une burette, 25 ml de la solution de KOH et des fragments de pierre ponce ou de porcelaine
- Adapter le tube en verre le réfrigérant et placer le ballon sur le bain d'eau bouillante et l'y laisser pendant une durée précise
- Laisser refroidir, démonter le tube et ajouter 20 ml d'eau, puis 5 gouttes de la solution de  $\phi\phi$  / de la solution de rouge de phénol selon le cas.

- Titrer l'excès d'hydroxyde de potassium avec la solution de HCl 0,5 N (le virage est blanc). On note  $V_1$  le volume de HCl nécessaire pour le virage.

### Essai à blanc

Parallèlement à la détermination effectuée en essai en blanc, dans la même condition et utilisant les mêmes réactifs ( $\text{KOH } 0,5\text{N} + \varphi\varphi \Rightarrow \text{couleur rose} + \text{HCl} \Rightarrow \text{couleur blanche}$ ) et on note  $V_0$  le volume de HCl nécessaire pour ce virage.

### Expression des résultats

L'indice d'ester est donné par la formule suivante :

$$IE = \frac{28,05}{m}(V_0 - V_1) - IA \quad \text{ou bien} \quad IE = IS - IA$$

Où :

$V_0$  : le volume en ml de la solution de HCl , utilisé pour l'essai à blanc.

$V_1$  : le volume, en ml de la solution de HCl, utilisé pour la détermination

$m$  : la masse , en gramme de la prise d'essai ( $2 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ )

$IA$  : Indice d'acide déterminé par la formule  $IA = \frac{V \times 56,1}{m}$

## ANNEXE 5 : DETERMINATION DE LA DENSITE RELATIVE A 20°C

D'après la norme française

NFT 75 – 111 – Juin 1982 et NF – 130 – 279 Mars 1999

### Définition

La densité relative à 20°C d'un corps gras est le rapport de la masse d'un certain volume de corps gras à 20°C à la masse d'un volume d'eau distillée à 20°C. Cette grandeur est sans dimension et son symbole est  $d_{20}^{20}$ .

### Principe

Pesées successives de volumes égaux de corps gras et d'eau à température de 20°C à l'aide d'un pycnomètre.

### Mode opératoire

#### a) Préparation du pycnomètre

Nettoyer soigneusement puis rincer le pycnomètre, par exemple au moyen d'éthanol puis d'acétone et le sécher en faisant passer un courant d'air sec. Si nécessaire, essuyer l'extérieur du pycnomètre avec un chiffon sec ou un papier filtre.

#### b) Pesé de l'eau distillée

Remplir le pycnomètre avec de l'eau récemment bouillie puis refroidie aux environ de 20°C. Plonger le pycnomètre dans le bain thermostatique. Au bout de 30 min, ajouter si nécessaire le niveau d'eau au trait de repère.

Boucher le pycnomètre s'il y a lieu et essuyer l'extérieur avec un chiffon sec ou un papier filtre.

Lorsque l'équilibre de température avec la salle est réalisée, peser le pycnomètre plein, plein, muni de son bouchon s'il y a lieu à 1 mg près.

#### c) Pesé du corps gras

Vider le pycnomètre, puis rincer et le sécher comme la préparation du pycnomètre. Effectuer les mêmes opérations qu'à la pesé de l'eau distillée en remplaçant l'eau par l'échantillon pour essai.

#### d) Expression des résultats

La densité relative  $d_{20}^{20}$  est donnée par la formule suivante :

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \text{ Où}$$

$m_0$  : la masse en gramme du pycnomètre

$m_1$  : la masse en gramme du pycnomètre rempli d'eau

$m_2$  : la masse en gramme du pycnomètre rempli du corps gras

**Remarque :** On exprime les résultats avec trois décimales.



## ANNEXE 6 : TENEUR EN EAU

### Matériels

- Cristalliseur
- Etuve
- Dessiccateur muni d'un déshydratant
- Balance analytique

### Mode opératoire

- Tarer un cristalliseur
- Peser 10g d'huile
- Peser l'ensemble
- Porter les à l'étuve pendant 1heure de 100 à 105° C
- Laisser refroidir dans un dessiccateur, peser
- Repartir l'opération jusqu'à ce que la différence de masse entre deux pesés soit inférieure à 0,01g

### Expression des résultats

Soit H% la teneur en pourcentage de l'eau dans la matière grasse. La teneur en eau se calcul par la formule suivante :

$$H\% = \frac{(P_1 - P_2)}{P} \times 100$$

Où

- P<sub>1</sub> : Poids du cristalliseur contenant l'huile avant étuvage
- P<sub>2</sub> : le poids du cristalliseur contenant le savon après étuvage
- P : le poids de la prise d'essai

## ANNEXE 7 : DETERMINATION DE LA COMPOSITION EN ACIDE GRAS PAR CPG

### 1 – Préparation des esters méthyliques

#### Matériels

- 2 flacons
- Effilé
- Pipette
- Evaporateur rotatif
- Etuve

#### Réactifs

- Solution de potasse méthanoïque à 1%
- n – hexane
- Eau distillée

#### Mode opératoire

- Mettre 100 mg d'huile dans un flacon
- Ajouter 2,5 ml d'une solution de potasse méthanoïque à 1%
- Porter à l'étuve pendant 1 h à 2 h à 65°C
- Ajouter quelques gouttes d'eau distillée
- Extraire 2 fois avec 4 ml d'hexane
- Réunir les 2 fractions hexanique dans l'autre flacon
- Evaporer à sec et sous vide

### 2 – Analyse des esters méthyliques par chromatographie en phase gazeuse (CPG)

#### Conditions opératoires des analyses chromatographiques

##### a) 1<sup>er</sup> chromatographe

|                              |   |
|------------------------------|---|
| Chromatographe :             | CIRDEL Série 300                                      |
| Détecteur :                  | à ionisation de flamme                                |
| Intégrateur :                | ENICA 10  |
| Colonne :                    | Carbowax 20M capillaire en silice fondue              |
|                              | Longueur : 25 m; diamètre intérieur : 0,28 mm         |
| Gaz vecteur :                | azote sous une pression de 0,5 bar en tête de colonne |
| Température de l'intérieur : | 230°C   |
| Température du détecteur :   | 230°C   |

Température du four : 180°C (isotherme)  
 Quantité injectée : 0,5 l  
 Durée d'analyse : 20 min  
 Vitesse de déroulement du papier de l'enregistrement : 5 mm / min  
 Atténuation : 2<sup>5</sup>

**b) 2<sup>nd</sup> chromatographe**

Chromatographe : VARIAN 3000  
 Détecteur : à ionisation de flamme  
 Enregistreur – intégrateur – calculateur : VARIAN 4400  
 Colonne : DB – 23 capillaire e silice fondue ; longueur 30 m  
 Diamètre intérieur : 0,323 mm  
 Gaz vecteur : azote sous une pression de 0,5 bar en tête de colonne  
 Température de l'intérieur : 220°C  
 Température du détecteur : 220°C  
 Température du four : 170°C (isotherme)  
 Quantité injectée : 1 l d'une solution de 5%  
 Durée d'analyse : 30 min  
 Vitesse de déroulement du papier de l'enregistrement : 0,5 mm / min  
 Atténuation : 8  
 Largeur de pic : 3  
 Seuil d'intégration : 12

**Calcul des longueurs de chaînes équivalentes (LCE)**

On a la formule :

$$LCE = n - 2 \times \frac{\log \left( \frac{t'}{t_{n'}} \right)}{\log \left( \frac{t_{n-2}}{t_{n'}} \right)} \quad \text{Où :}$$

n = nombre d'atome de carbone de l'acide gras saturé linéaire pris comme référence (n = 18)

t' = temps de rétention corrigé du temps mort de l'acide gras à déterminer

t<sub>n'</sub> = temps de rétention corrigé du temps mort de l'acide gras saturé linéaire à n atome de carbone

t<sub>n-2</sub> = temps de rétention corrigé du temps mort de l'acide gras saturé linéaire à n – 2 atome de carbone

Les LCE obtenues sont par la suite, confrontées avec celles trouvées par RASOARAHONA

## ANNEXE 8 : DETERMINATION DE LA VISCOSITE

## VISCOSIMETRE A ECOLJLEMENT GESERCO

**B - MESURES DE VISCOSITÉS A DIFFÉRENTES TEMPÉRATURES  
UTILISATION DE LA COUPE CHAUFFANTE  
HUILES, FIOULS.... Tous autres produits liquides.**

Pour cette mesure, il faut utiliser la coupe chauffante. Choisir l'orifice calibré correspondant à la viscosité à la température de mesure pour que le temps d'écoulement de 50 cm<sup>3</sup> soit supérieur à 10 à 20 secondes

Méthode B1 : avec régulation de la température.

Méthode B2 : sans régulation de la température.

Le principe général est identique à celui décrit en A.

L'utilisation du chauffage de la coupe permet de déterminer plusieurs valeurs de la viscosité à des températures différentes:

- Va à température ambiante  $T_a$ , voir A avec la coupe sans chauffage ou avec la coupe chauffante, le chauffage de la coupe n'étant pas en service
- $V_1, V_2$  une ou plusieurs températures  $T_1, T_2$  supérieures à la température ambiante avec la coupe chauffante et ainsi pouvoir pour ce liquide
  - tracer la droite D de variation de la viscosité en fonction de la température sur l'abaque ASTM, qui est fourni
  - déterminer le point P- représentant l'huile sur l'abaque de Groff qui est fourni et déterminer l'indice de viscosité  $VI_E$  du liquide.

Ainsi, on pourra ensuite déterminer avec l'un ou l'autre des abaques:

- La viscosité du liquide à toute température  $V_x$  cSt à  $T_x^\circ\text{C}$ .
- Des températures pour des viscosités déterminées ; par exemple:
  - a) la température limite de pompabilité  
 $V_y$  cSt = viscosité limite de pompabilité --->  $T_y^\circ\text{C}$  température de réchauffage,
  - b) la température de réchauffage d'un fioul pour une bonne injection dans un moteur diesel ou une bonne pulvérisation dans une chaudière :  $V_z$  cSt -->  $T_z^\circ\text{C}$ .
  - c) La température de réchauffage avant centrifugation,
  - d) etc

Voir Annexe 3 fig. A et fig. B « Utilisation des Abaques »

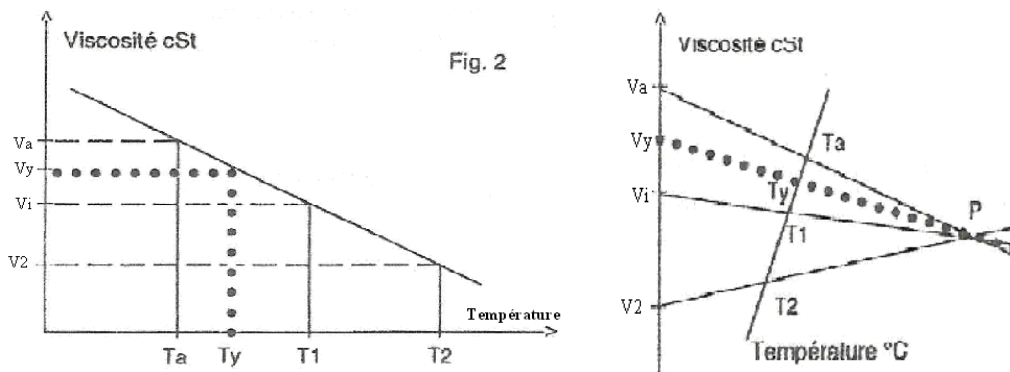
1 - Pour tracer la droite D caractéristique de la variation de la viscosité en fonction de la température sur abaque ASTM ou le point P représentatif d'une huile sur l'abaque de Groff, nous conseillons de faire TROIS mesures sur le liquide:

- 1) Mesure à température ambiante  $V_a$  cSt à  $T_a$

2) Mesure à deux températures supérieures

$V_1$  cSt à  $T_1$  «C par exemple entre 50°C et 60°C (index du régulateur en général entre 4 et 5). et  $V_2$  cSt à  $T_2$ °C par exemple la température maximum permise par la coupe chauffante 80 à 90°C (index du régulateur = 10).

Ainsi la droite D caractéristique de l'huile sur l'abaque ASTM ou le point P sur l'abaque de Groff seront déterminés avec précision.



Le manipulateur pourra aussi faire deux mesures successives à la même température sans modification de la position de l'index du bouton B sur le boîtier de régulation.

**MÉTHODE B1 - AVEC RÉGULATION DE LA TEMPÉRATURE**

Utiliser:

1 - La coupe chauffante avec le boîtier de régulation de température.

Le chauffage permet de porter 75 cm<sup>3</sup> de liquide (huile, fioul..) à environ 90°C au maximum (position 10 du boîtier de régulation).

2 - Un orifice calibré correspondant aux viscosités à mesurer

Le manipulateur choisira l'orifice calibré qui lui permettra de mesurer la viscosité du produit entre 40 et 90°C. Par exemple, pour une huile moteur 1 5W40, on choisira l'orifice  $\varnothing$  2,5 qui permet de mesurer les viscosités entre 10 et 130 cSt

En effet:

viscosité d'une 15W40 à 40°C < 120 cSt

viscosité d'une 1 5W40 à 90°C > 15 cSt

Voir tableaux page 3 : choix des orifices calibrés pour les huiles et les fiouls les plus courants.

3 - Le boîtier de régulation électronique relié par le cordon multifilaire à la coupe permet de réguler la température du liquide entre environ 35°C (position 1) et environ 90°C (position 10 du bouton de réglage).

Le graphique Fig. 3 donne l'évolution de la température pour différentes positions du bouton du régulateur.

- A partir de la température ambiante, il faut environ 15' pour obtenir une température stabilisée du bain,
- De même, à partir d'une température intermédiaire, il faut aussi 12 à 15' pour obtenir une température stabilisée supérieure quelle qu'elle soit. Voir Fig. 4.

4 - Le thermomètre digital qui sera mis en position dans le trou (t) prévu à cet effet dans la coupe.

5 - La baguette agitateur en plastique,

6- Une ou plusieurs fioles jaugées 50 cm<sup>3</sup>,

7 - Le chronomètre,

- 8 - Les abaques de conversion des temps d'écoulement en secondes (s) en viscosités en centistokes (cSt) pour le diamètre du ou des orifices utilisés,
- 9 - Les bechers,
- 10 - Du solvant et ou papier d'essuyage pour nettoyer le matériel,
- 11 - Eventuellement, la seringue Geserco transparente pour prélever l'échantillon.

**MANIPULATION:**

Le principe de la manipulation est identique à celui décrit en A.

- 1 - Fermer la coupe avec la tige correspondant au diamètre de l'orifice utilisé,
- 2 - Mettre le thermomètre digital en marche.

La sonde du thermomètre digital en position sur la coupe, le bout de la sonde doit être à environ 1 cm du fond de la coupe.

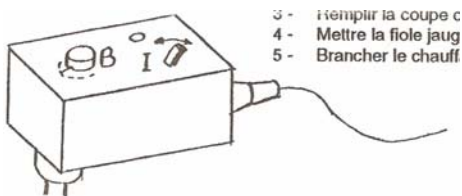
LE BOUT DE LA SONDE NE DOIT PAS TOUCHER NI LA COUPE NI LA TIGE OF FERMETURE DE L'ORIFICE CALIBRÉ.

Dans le cas d'une huile noire, le manipulateur enfoncera la sonde jusqu'à ce qu'elle touche le fond de la coupe puis la retirera d'un cm environ.

3- Remplir la coupe comme fig. 1 B avec 75 cm<sup>3</sup> de liquide.

4- Mettre la fiole jaugée 50 cm<sup>3</sup> en place.

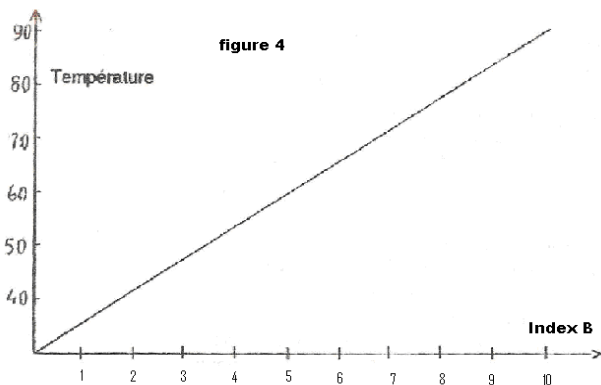
5 - Brancher le chauffage de la coupe 220 V après avoir rempli la coupe.



6- Basculer l'interrupteur I, le petit voyant V est allumé. Le chauffage est en marche.

7- Régler le bouton B sur l'index correspondant à la température choisie.

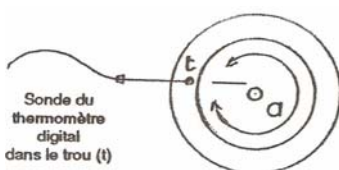
“Pour déterminer la position du bouton correspondant a la température choisie utiliser le graphique Fig 4



- exemple :
- pour une mesure à environ 50°C, le bouton sera en position proche de 4
  - pour la température maximum, le bouton sera sur ta position 10.

8 - Pendant le chauffage, le liquide sera agité de temps en temps avec la baguette agitateur pour homogénéiser la température de l'huile.

En effet, il est très important que toute l'huile soit à la même température au moment de la mesure



L'huile étant chauffée par le bord extérieur de la coupe, il faut brasser l'huile pour homogénéiser la température de toute la masse d'huile notamment près de la température de mesure juste avant la mesure.

Coupe vue de dessus

a: Mouvement de l'agitateur

9 - Lorsque la température de l'huile est stabilisée:

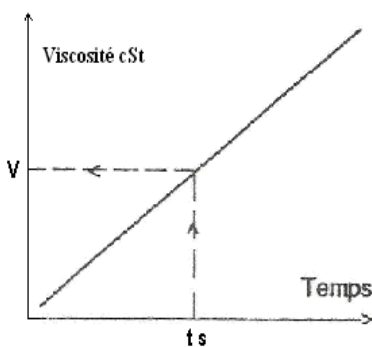
91. Noter cette température
92. Ouvrir la coupe tout en déclenchant le chronomètre
93. Pendant l'écoulement de l'huile, la TEMPÉRATURE BAISSSE
94. Lorsque le liquide atteint 50 cm dans la fiole jaugée:

- Arrêter le chronomètre,
- et NOTER LA TEMPERATURE au MOMENT de l'arrêt du chronomètre.
- REMETTRE LA TIGE OBTURATEUR AUSSITÔT EN POSITION POUR NE PAS QUE LE LIQUIDE DÉBORDE DE LA FIOLE JAUGÉE OUI NE PEUT PAS CONTENIR 75 CM<sup>3</sup>.

10- RESULTAT:

- Le temps d'écoulement de 75 cm<sup>3</sup> =  $t_s$  est converti en viscosité  $V$  grâce à l'abaque correspondant à l'orifice calibré utilisé.
- Si la température a varié entre le début de la mesure  $T_d$  et la fin de la mesure  $T_f$ , calculer la température moyenne pendant l'essai:

$$T_{moy} = \frac{4T_d + T_f}{5}$$



L'échelle des températures utilisée sur les abaques ASTM ou de Groff ne permet pas d'apprécier une variation inférieure à 0,5°C. Le manipulateur appréciera donc s'il doit ou non tenir compte de cette variation de température

Le résultat de la mesure sera donc:

- la viscosité  $V$  en cSt
- à la température  $T_1$ °C (ou  $T_{moy}$ °C)  $V$  cSt à  $T_1$ °C (ou  $T_{moy}$ °C)

11. Eventuellement, deuxième mesure à la même température:

Aussitôt après la fin de la 1<sup>ère</sup> mesure, remettre l'huile de la fiole jaugée dans la coupe et attendre que la température se stabilise. Agiter l'huile de temps en temps.

Vérifier la position de la sonde du thermomètre.

Faire la 2<sup>ème</sup> mesure comme précédemment:

$$V_1 \text{ cSt à } T_1 \text{°C (ou } T_{moy} \text{°C)}$$

12. Mesure à une deuxième température T2,

- Remettre l'huile de la fiole jaugée dans la coupe chauffante.
- Vérifier que le niveau est toujours comme en Fig. 1 B

Si nécessaire, ajouter l'huile nécessaire.

- Tourner le bouton B pour mettre l'index en position 10 par exemple.
- Agiter de temps en temps pendant la montée en température.
- Lorsque la température se stabilise à  $\pm 0,2^\circ\text{C}$ , faire la mesure comme précédemment.

V2 : 1<sup>ère</sup> mesure :  $2\text{moy}^\circ\text{C}$   
 2<sup>ème</sup> mesure  
 éventuelle : (ou T2'moy $^\circ\text{C}$ )

13. Ainsi pour un même liquide, on aura:

a - Va cSt à T $^\circ\text{C}$  température ambiante,

b- V1 cSt à T1 $^\circ\text{C}$  (ou T1 moy $^\circ\text{C}$ )

et éventuellement V1 cSt à T1' $^\circ\text{C}$  (ou T1'moy $^\circ\text{C}$ )

C - V2 cSt à T2 $^\circ\text{C}$  (ou T2moy $^\circ\text{C}$ )

et éventuellement V'2 cSt à T'2 $^\circ\text{C}$  (ou T2'moy $^\circ\text{C}$ )

On pourra ainsi:

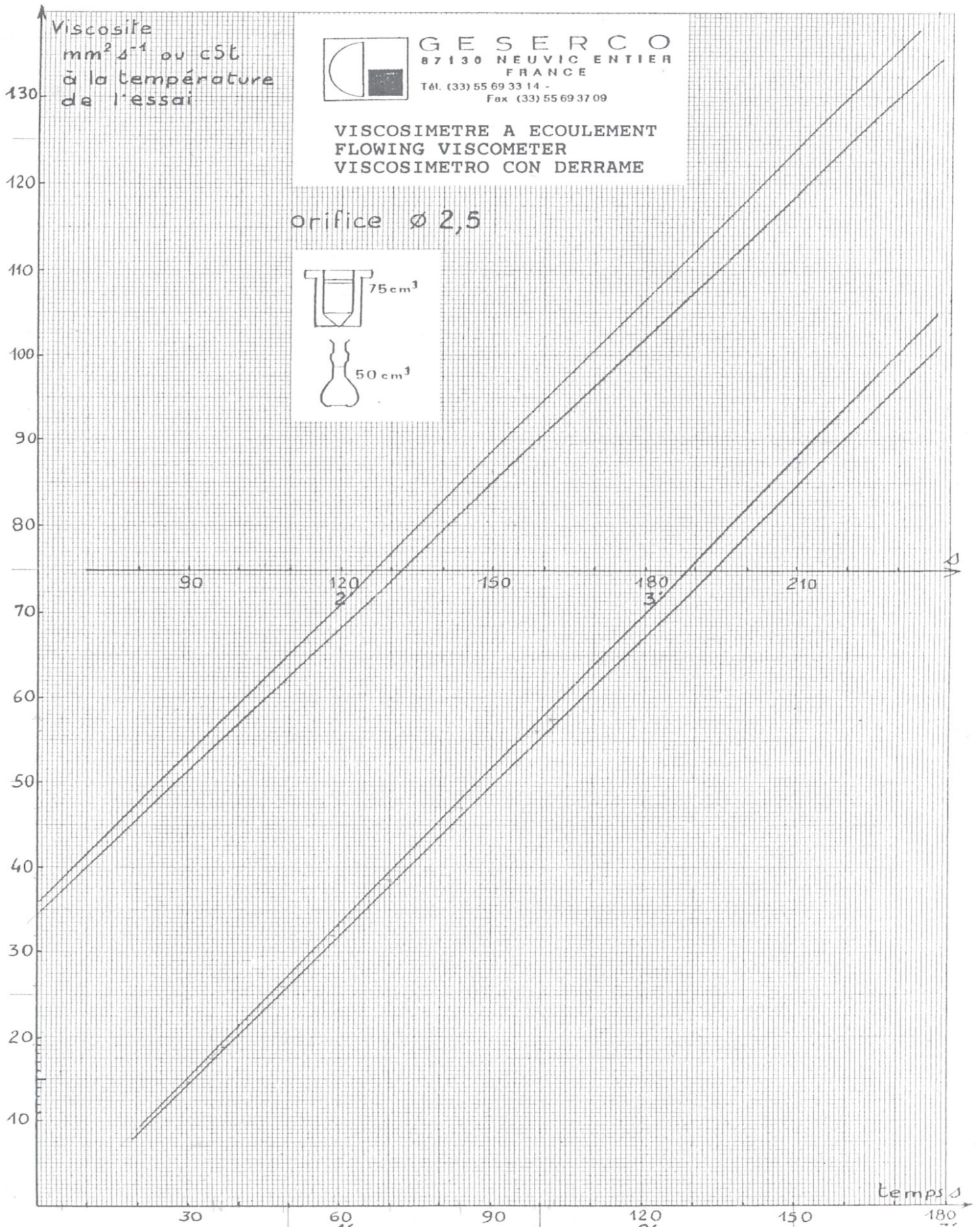
A -

- Tracer la droite D représentative du liquide sur l'abaque ASTM et
- Déterminer
  - le point P
  - l'indice de Viscosité VIE du liquide sur l'abaque de Groff

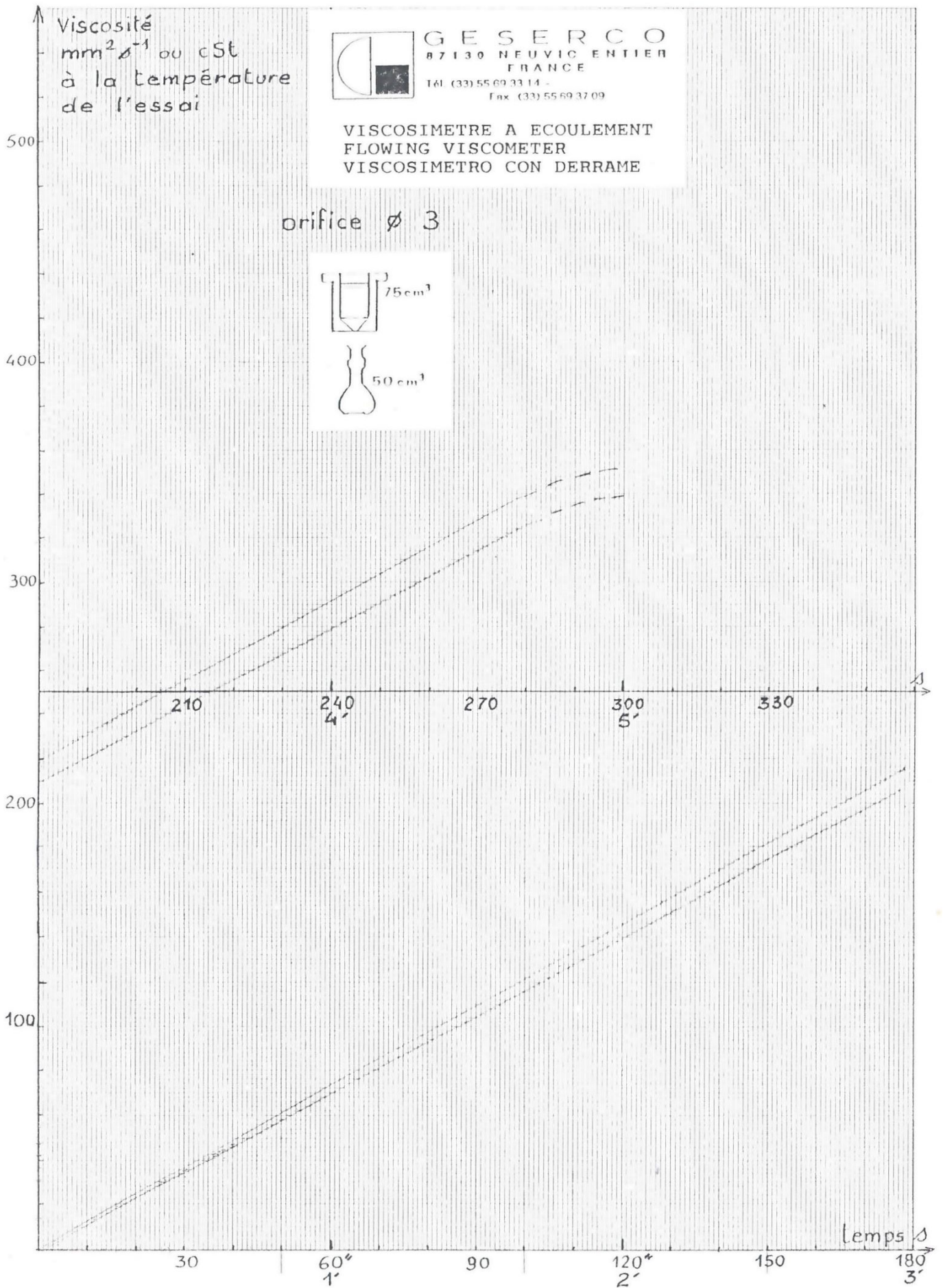
B -

Déterminer toutes les caractéristiques souhaitées du produit à partir de ces représentations.









## ANNEXE 9 : TENEUR EN CENDRE selon la norme NFM07 6 037

**Appareillage**

- Capsule ou creuset (forme basse) en porcelaine de 50 à 150 ml,
- Four,
- Récipient de refroidissement non garni de déshydratation.

**Mode opératoire :**

- Chauffer à  $775 \pm 50^\circ\text{C}$ , pendant 10 min au moins, la capsule vide. Laisser refroidir et peser à 0,1 mg près.
- Prélever une prise d'essai inférieure ou égale à 100 g mais, suffisante pour donner 5 à 20 mg de cendres.
- Peser la prise d'essai dans la capsule et son contenu au moyen d'un brûleur à gaz jusqu'à ce que les vapeurs puissent être enflammées, puis maintenir le chauffage tel que la combustion (sous hotte) se poursuivre à vitesse uniforme et modéré jusqu'à obtention d'un résidu charbonneux. La présence éventuelle d'eau se manifeste au début du chauffage par un moussage ou un crépitement plus ou moins important. Pour éviter les pertes par projection, ajouter d'alcool isopropylique. Sinon, si on n'obtient pas de résultat satisfaisant, ajouter en agitant environ 10 ml de mélange 1 : 1 de toluène et d'alcool isopropylique. Introduire dans le mélange plusieurs bandes de papier filtre sans cendres et les enflammer. Quand le papier s'enflamme, c'est que la plus grande partie de l'eau a été éliminée.
- Chauffer dans le four à  $775 \pm 25^\circ\text{C}$  jusqu'à combustion complète du carbone.
- Refroidir et peser.
- Remettre à  $775 \pm 25^\circ\text{C}$  pendant 20 à 30 min. refroidir et peser.
- Comparer les résultats. Recommencer jusqu'à obtenir  $m = 1$  mg.

La teneur en cendre est :

$$T = \frac{m}{M} \times 100\%$$

Où :

m : masse de cendre en gramme

M : masse de la prise d'essai en gramme

Si  $m > 5$  mg, indiquer T avec 2 chiffres significatifs.

Si  $m < 5$  mg, pour une prise d'essai de 100 g, indiquer une teneur en cendres  $< 0,005\%$ .

## ANNEXE 10 : POINT D'ÉCLAIR SELON LA NORME NFT 60 – 118

### Principe

Le produit est chauffé à l'abri des courants d'air, progressivement et sans interruption (vitesse : 5 à 6°C/min) jusqu'à inflammation des vapeurs par une flamme veilleuse.

### Appareillage

- Vase,
- Plaque chauffante,
- Thermomètre,
- Flamme veilleuse.

### Mode opératoire

La détermination doit être faite sur une huile anhydre, (sinon, ajouter Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhydre) dans un flacon bien bouché.

- Placer les vases dans son logement, suspendre le thermomètre en position verticale de telle façon qu'il plonge jusqu'à 6 à 7 mm de fond du vase.
- Utiliser une veilleuse donnant une flamme d'environ 4 mm de diamètre en sa partie la plus large. Présenter la flamme de 2 en 2°C. le temps d'explosion des vapeurs à la flamme est d'environ une seconde. La vitesse de chauffage est de 14 à 16°C/min jusqu'à ce que l'on atteigne une température inférieure de 56°C environ à celle du point d'éclair présumé. Ensuite, diminuer la vitesse de chauffage. A 28°C avant le point d'éclair, cette vitesse ne doit pas être inférieure à 5°C, ni supérieure à 6°C.
- Prendre comme point d'éclair la température à laquelle apparaît un éclair en point quelconque de la surface du liquide. Le véritable éclair ne doit pas être confondu avec un halo bleuâtre qui entoure quelque fois la flamme d'essai. Le point d'éclair ainsi déterminé ne peut donc être exprimé que par un multiple de 2°C.

### Fidélité

L'écart entre les résultats ne doit pas être supérieur à :

- 8°C pour la répétabilité
- 16°C pour la reproductibilité.

## ANNEXE 11 : DETERMINATION DU RESIDU DE CORADSON

### Objet de la norme

La présente norme a pour but de décrire une méthode de détermination de la quantité de résidu résultant du traitement thermique d'un produit du pétrole, dans des conditions normalisées.

Elle intéresse principalement les produits peu volatils qui se décomposent partiellement par distillation à la pression atmosphérique (huile, gazole, combustibles liquides)

### Principe

Une masse connue de produit à examiner est introduite dans un creuset convenable. On chauffe le creuset pour enflammer le produit, on poursuit la combustion puis on effectue la pyrolyse, après refroidissement, on pèse le résidu obtenu.

- Appareillage
- Un creuset intérieur A
- Un creuset intermédiaire en fer B
- Un creuset extérieur en fer C contenant du sable
- Un support métallique
- Un bloc isolant
- Une hotte
- Un brûleur
- Un support (trépied)

### Mode opératoire

- Placer deux billes de verre de 2,5 mm de diamètre dans le creuset intérieur et tarer celui-ci avec les billes. Y introduire environ 10 g de produit à 0,005 g près. Le produit doit être exempt d'eau et de corps en suspension.
- Placer le creuset A ainsi préparé au centre du creuset B.
- Nivelier la couche de sable du creuset C et placer le creuset B en son centre. Poser ensuite les couvercles des creusets B et C, le couvercle de ce dernier étant posé assez librement pour permettre l'évacuation des vapeurs. Couvrir le tout par la hotte afin d'obtenir une répartition uniforme de la chaleur pendant l'opération.
- Allumer et appliquer le brûleur avec une grande flamme, de sorte que la durée de l'opération dite 'pré-ignition' soit de 10 min + 11/2 min (un temps plus court déterminerait une distillation plus


rapide qui ferait déborder le liquide et donnerait une flamme trop haute). Quand la fumée apparaît au-dessus de la cheminée, placer le brûleur de sorte que sa flamme vienne lécher le côté du creuset C afin d'enflammer les fumées qui s'échappent. Cesser alors le chauffage temporairement avant de replacer le brûleur. Augmenter le chauffage si la flamme n'apparaît plus au-dessus de la cheminée. La durée de la combustion est de 13 min.

- Quand les vapeurs auront cessé de brûler, et qu'il n'apparaît plus de fumée bleue, régler le brûleur afin d'amener le fond et la partie inférieure du creuset C au rouge cerise et l'y maintenir pendant 7 min. La durée totale de l'opération est de 30 min, ce qui constitue une limitation additionnelle aux tolérances relatives aux périodes de pré-ignition et de combustion.
- Ensuite, enlever le brûleur et laisser refroidir l'appareil jusqu'à la disparition de la fumée, puis enlever le couvercle du creuset B (au bout de 15 min environ).
- Enlever alors un dessiccateur et, après refroidissement, le peser.
- Calculer le pourcentage en poids du résidu rapporté au prélèvement original.

ANNEXE 12 : FICHE DE SECURITE POUR LA SOUDE

|              |           |           |
|--------------|-----------|-----------|
| Index        | Cas       | Einecs    |
| 011-002-00-6 | 1310-73-2 | 215-185-5 |

18<sup>ème</sup> Adaptation 01/07/94 93/21/CEE ----- En Vigueur

| Santé   | Inflammabilité | Environnement |
|---|----------------|---------------|
|  <p>C Corrosif</p> | Non Concerné   |               |


- R 35 Provoque de graves brûlures.
- S 26 En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.
- S 37/39 Porter des gants appropriés et un appareil de protection des yeux/du visage.
- S 45 En cas d'accident ou de malaise consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette).
- S (1/2) Conserver sous clef et hors de portée des enfants.

Notes :

Tableau des seuils de classement

|                             |                  |                          |                  |
|-----------------------------|------------------|--------------------------|------------------|
| Effets corrosifs            | C+ $\geq$ 5.00 % | C $\geq$ 2.00 %          | Xi $\geq$ 0.50 % |
| Effets graves pour les yeux | -                | Grave/Yeux $\geq$ 2.00 % | Xi $\geq$ 0.50 % |

14<sup>ème</sup> Adaptation 01/11/92 91/442/CEE

| Santé   | Inflammabilité | Environnement |
|---|----------------|---------------|
|  <p>C Corrosif</p> | Non Concerné   |               |


- R 35 Provoque de graves brûlures.
- S 37/39 Porter des gants appropriés et un appareil de protection des yeux/du visage.
- S 45 En cas d'accident ou de malaise consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette).

Notes :

Tableau des seuils de classement

|                             |                     |                             |                  |
|-----------------------------|---------------------|-----------------------------|------------------|
| Effets corrosifs            | $C+ \geq 5.00$<br>% | $C \geq 2.00$ %             | $Xi \geq 0.50$ % |
| Effets graves pour les yeux | -                   | Grave/Yeux $\geq 2.00$<br>% | $Xi \geq 0.50$ % |

10<sup>ème</sup> Adaptation 01/07/90 88/490/CEE

| Santé   | Inflammabilité | Environnement |
|---|----------------|---------------|
| <br>C Corrosif | Non Concerné   |               |

- R 35 Provoque de graves brûlures.
- S 2 Conserver hors de portée des enfants.
- S 26 En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.
- S 37/39 Porter des gants appropriés et un appareil de protection des yeux/du visage.

Notes :

Tableau des seuils de classement

|                             |                   |                             |                  |
|-----------------------------|-------------------|-----------------------------|------------------|
| Effets corrosifs            | $C+ \geq 10.00$ % | $C \geq 5.00$ %             | $Xi \geq 1.00$ % |
| Effets graves pour les yeux | -                 | Grave/Yeux $\geq 5.00$<br>% | $Xi \geq 1.00$ % |