

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS.....	i
LISTE DES ABBREVIATIONS.....	iii
LISTE DES TABLEAUX.....	iv
LISTE DES PHOTOS.....	vi
LISTE DES FIGURES.....	vii
TABLE DES MATIERES.....	viii
INTRODUCTION.....	1
I – RAPPELS THEORIQUES.....	3
I.1 – Théories sur les méthodes de séparation utilisées.....	3
I.1.1- Séchage.....	3
I.1.2- Décortilage.....	4
I.1.3- Broyage.....	4
I.1.4- Extraction solide-liquide.....	4
I.2 – Théories sur les méthodes d’analyse utilisées.....	4
I.2.1 – Screening phytochimique.....	4
I.2.1.1- Test des alcaloïdes.....	6
I.2.1.2- Tests des stéroïdes et des terpénoïdes.....	7
I.2.1.3- Test des hétérosides.....	9
I.2.1.4- Test des saponines.....	9
I.2.2 – Méthodes physico-chimiques.....	10
I.2.2.1- Notion d’acide et de base.....	10
a) Acide et base.....	10

b) Réaction acido-basique.....	10
c) Calcul d'acidité en %H ₂ SO ₄ (p/p).....	10
I.2.2.2- Dosage acido-basique.....	11
a) Titrage volumétrique.....	11
b) Titrage pH-métrique.....	11
c) Titrage conductimétrique.....	12
I.2.2.3- Caractéristiques organoleptiques.....	15
a) Couleur.....	15
b) Odeur et Saveur.....	15
I.2.2.4- Caractéristiques physiques.....	15
a) Densité.....	15
b) Indice de réfraction.....	16
I.2.2.5- Caractéristiques chimiques.....	17
a) Indice d'acide.....	17
b) Indice de saponification.....	17
c) Indice d'iode.....	18
I.2.2.6- Indice de cétane.....	19
I.2.2.7- Pouvoir calorifique.....	20
I.2.3 – Chromatographie en phase gazeuse.....	21
I.2.3.1- Historique.....	21
I.2.3.2- Principe de fonctionnement d'un chromatographe.....	21
I.2.3.3- Eléments constitutifs d'un chromatographe.....	22
I.2.3.4- Longueur de chaîne équivalente.....	23
II – TRAVAUX PERSONNELS.....	25
II.1 – Bibliographie sur le <i>Jatropha curcas</i>.....	25
II.1.1 – Origine de la plante et historique de la plante à Madagascar et aux Comores.....	25
II.1.2 – Classification et noms vernaculaires.....	25

II.1.3 – Biologie de la plante.....	26
II.1.4 – Mode de culture.....	27
II.1.5 – Utilisations courantes de la plante.....	28
II.2 – Bibliographie sur le biocarburant.....	29
II.2.1 – Approche historique.....	30
II.2.2 – Les filières afférentes aux biocarburants.....	30
II.2.3 – La trans-estérification.....	32
II.2.3.1 – Méthode standard.....	33
II.2.3.2 – Méthode de MITTELBACH.....	33
II.2.3.3 – Trans-estérification par le méthanol.....	33
II.2.3.4 – Trans-estérification par l'éthanol.....	33
II.2.3.5 – Aspects thermodynamique et cinétique de la réaction de trans-estérification.....	34
II.2.3.6 – Influence des réactions secondaires.....	36
II.3 – Synthèse de quelques travaux antérieurs sur la plante.....	37
II.3.1 – Composition de la graine.....	37
II.3.2 – Composition de l'huile.....	38
II.3.3 – Propriétés de l'huile.....	38
II.3.4 – Utilisation de l'huile en tant que biocarburant.....	39
II.4 – Détermination de la teneur en eau et en huile de la graine.....	42
II.4.1 – Teneur en eau.....	43
II.4.2 – Teneur en huile.....	44
II.5 – Screening phytochimique.....	51

II.6 – Etude physico-chimique de l’huile.....	52
II.6.1 – Détermination des caractéristiques organoleptiques.....	52
II.6.2 – Détermination des caractéristiques physiques.....	52
II.6.2.1 – Détermination de la densité.....	52
II.6.2.2 – Détermination de la masse volumique.....	53
II.6.2.3 – Détermination de l’indice de réfraction.....	53
II.6.2.4 – Détermination de l’indice d’acide et de l’acidité en %H ₂ SO ₄ (p/p).....	54
a) Dosage volumétrique.....	54
b) Titrage pH-métrique.....	55
c) Titrage conductimétrique.....	56
II.6.2.5 – Détermination de l’indice de saponification.....	58
II.6.2.6 – Détermination de l’indice d’iode.....	59
II.6.2.7 – Détermination de l’indice de cétane.....	60
II.6.2.2 – Détermination du pouvoir calorifique.....	60
II.7 – Analyse chromatographique de l’huile.....	61
II.7.1 – Préparation des EM.....	61
II.7.2 – Profil chromatographique et résultats de l’analyse.....	62
II.8 – Etudes toxicologiques de l’huile.....	69
II.8.1 – Préparation des extraits bruts.....	69
II.8.2 – Evaluation de la toxicité aiguë.....	70
II.8.2.1 – Toxicité de la fraction hydrosoluble.....	70
II.8.2.2 – Toxicité de l’huile.....	71
II.9 – Trans-estérification de l’huile et étude physico-chimique des EM obtenus.....	72
II.9.1 – Trans-estérification.....	72

II.9.2 – Etude physico-chimique des EM.....	73
II.9.2.1 – Détermination de la masse volumique.....	73
II.9.2.2 – Détermination de l'indice de réfraction.....	73
II.9.2.3 – Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité en %H ₂ SO ₄ (p/p).....	74
a) Dosage volumétrique.....	74
b) Titrage pH-métrique.....	74
c) Titrage conductimétrique.....	75
II.9.2.4 – Détermination de l'indice de saponification.....	77
II.9.2.5 – Détermination de l'indice d'iode.....	77
II.9.2.6 – Détermination de l'indice de cétane.....	78
II.9.2.7 – Détermination du pouvoir calorifique.....	78
CONCLUSION.....	79
III – PARTIE EXPERIMENTALE.....	81
III.1 – Teneur en eau.....	81
III.2 – Teneur en huile.....	82
III.3 – Densité.....	83
III.4 – Indice de réfraction.....	84
III.5 – Indice d'acide.....	85
III.6 – Indice de saponification.....	86
III.7 – Indice d'iode.....	87
III.8 – Trans-estérification par le méthanol.....	88
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	

INTRODUCTION

L'archipel des Comores compte entre 70 et 80 pour cent d'agriculteurs dans la composition de sa population locale. Cette population est confrontée à une multitude de difficultés sociales, notamment en matière de santé et d'électrification. Plus de 20 pour cent de la population comorienne a encore recours à la médecine traditionnelle dont la richesse est liée à l'héritage afro-bantou et arabo-musulman. L'électrification des ménages est très limitée surtout en milieu rural et les délestages sont fréquents même en milieu urbain. Le pays est entièrement dépendant de l'extérieur en matière d'énergie et les ruptures de stock sont courantes. Dans un tel contexte, la population a souvent recours à l'huile de *Jatropha* pour pallier certains de leurs besoins de santé et d'éclairage.

Le *Jatropha curcas* est un arbuste local servant de tuteur à la vanille mais dont les vertus médicinales et énergétiques sont très connues des paysans. Il présente aussi l'avantage de pousser un peu partout au niveau du pays sans grand effort de culture. Une valorisation de cette plante s'impose donc étant donné en outre le contexte mondial actuel qui reconnaît *Jatropha Curcas* comme étant une source d'énergie du futur. Son utilisation est simple, il est moins coûteux et son rendement très élevé.

Une production d'énergie à partir du *Jatropha Curcas* peut en plus bénéficier directement aux paysans qui sont généralement les plus démunis. L'huile extraite des graines de *Jatropha curcas* peut directement alimenter certains moteurs adaptés. Sa transformation en biodiesel améliore ses propriétés carburant. Pourtant, le coût de cette transformation s'avère encourageant puisque susceptible de concurrencer le coût des sources d'énergie fossiles.

Cependant, le rendement énergétique de *Jatropha Curcas* varie d'un milieu de culture à un autre voire en fonction du mode de traitement de la plante lors de sa culture. C'est dans ce cadre que nous avons choisi ce thème : « Contribution à l'étude physico-chimique de l'huile extraite de graines de *Jatropha Curcas* récoltées aux Comores : essai de transformation de l'huile en biodiesel » afin d'avoir une idée sur les possibilités et les limites d'utilisation de l'huile extraite des graines récoltées aux Comores et de constater les résultats d'une éventuelle transformation de cette huile en biodiesel. Pour mener à bien une telle étude, notre travail sera imparti en trois parties comme suit :

- Un bref rappel concernant les méthodes de séparation, les méthodes d'analyses ainsi que les caractéristiques physico-chimiques à mettre en œuvre. Cette partie traite également de la méthode de transformation d'une huile végétale en biocarburant.
- Une synthèse de quelques travaux antérieurs sur la plante suivie des résultats obtenus avec notre échantillon. Dans cette partie, nous allons présenter les principales caractéristiques de l'huile et celles du biodiesel obtenu après transestérification.
- Enfin, une partie expérimentale dans laquelle sont donnés les matériels utilisés ainsi que les modes opératoires mis en œuvre le long de cet ouvrage.

I – RAPPELS THEORIQUES

I.1 – Théories sur les méthodes de séparation utilisées

I.1.1- Séchage [29]

Le séchage est un procédé qui sépare un liquide d'un solide, d'un semi-solide, voire d'un liquide par évaporation. Cette opération est endothermique et nécessite l'apport d'énergie thermique.

Le séchage implique 2 types de transferts: le transfert d'énergie thermique, de l'environnement vers le liquide à évaporer, et le transfert de masse, de l'intérieur du solide vers sa surface et ensuite le passage en phase gazeuse. La vitesse du séchage est directement liée à ces 2 transferts.

Le séchage peut être décomposé en 3 phases:

- 1^{re} étape

La vitesse de séchage est constante et le liquide situé en surface du solide est évaporé. Pour cette phase, seules les conditions externes (surface de contact, pression partielle du liquide, température, volatilité du liquide) ont une influence primordiale. Le transfert thermique s'effectue entre la phase gazeuse et la surface liquide et le transfert massique se fait de la même manière, mais dans l'autre sens.

- 2^e étape

La vitesse diminue avec le temps, car la quantité de liquide a diminué à tel point que des zones sèches apparaissent à la surface du solide. Comme les transferts de masse et thermique ont lieu via la surface de contact gaz-liquide et que cette dernière diminue, la vitesse diminue de manière proportionnelle.

- 3^e étape

La vitesse de séchage diminue encore avec le temps, car la surface du solide est sèche et le liquide doit migrer de l'intérieur du solide jusqu'à sa surface. La chaleur passe par

la surface du solide et est conduite par le solide jusqu'au liquide situé dans les interstices. La force motrice limitante est en générale la conduction thermique par le solide.

I.1.2- Décorticage

Il s'agit d'une technique de séparation solide-solide qui consiste à séparer la coque de la pulpe. La pulpe ainsi obtenue peut donc être soumise au broyage.

I.1.3- Broyage

Le broyage est une opération consistant à diviser un solide pour augmenter sa surface spécifique (surface développée de la poudre par unité de masse) et donc sa réactivité.

I.1.4- Extraction solide-liquide [1]

Ce type d'extraction peut se faire selon deux méthodes :

- Macération à froid
- Extraction à chaud au soxhlet

Ces deux méthodes mettent en jeu une extraction par solvant volatil. La méthode consiste à établir un contact intime entre les graines (finement broyées) et un solvant (hexane dans notre cas) 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 est recyclé) de l'huile. D'une manière générale, ce mode d'extraction s'effectue en continu.

I.2 – Théories sur les méthodes d'analyse utilisées

I.2.1 – Screening phytochimique

Les tests phytochimiques permettent de détecter en premier abord les familles des composés présents dans une plante. Il s'agit d'une série de réactions chimiques caractéristiques et spécifiques. Ces tests sont résumés dans le tableau 1 ci-après :

FAMILLES CHIMIQUES	TESTS ET REACTIFS	RESULTATS ATTENDUS	COMPOSES EXISTANTS
Stéroïdes et terpénoïdes	Réactifs de Liebermann-Burchard : Anhydride acétique + H ₂ SO ₄ concentré	-Coloration pourpre -Coloration bleu-vert	-Triterpénoïdes -Stéroïdes
	Réactif de Salkowski : H ₂ SO ₄ concentré	Anneau de séparation rouge	Stérols insaturés
	Réactif de Badjet-Kedde : Acide picrique	Coloration orange	Stéroïdes lactoniques
	Réactif de Keller-Killiani : FeCl ₃ /MeOH 10% + Acide acétique glacial	Anneau de séparation rouge pourpre	Glycosides
Flavonoïdes et leucoanthocyanes	Test de Wilstater : HCl concentré + tournure de Mg	-coloration rouge -coloration rouge à pourpre	-Flavones -Flavonols
	Test de Wilstater modifié : HCl concentré + tournure de Mg + eau + alcool isoamylique	Coloration dans la phase supérieure : -Rouge -Pourpre	-Flavones -Flavonols
	Test de Bate Smith : HCl concentré à froid HCl concentré à chaud	-Coloration rouge -Coloration rouge violacée	-Anthocyanes -Leucoanthocyanes
Alcaloïdes	Réactif de Dragendorff : Bi(NO ₃)/KI	Précipité orange à brun	Alcaloïdes
	Réactif de Mayer : HgCl ₂ /KI	-Précipité crème, blanc	
	Réactif de Wagner : I ₂ /KI	-Précipité rouge à brun	
Tanins et polyphénols	Gélatine 1% (V+V) + FeCl ₃ /MeOH 10%	Précipité blanc Coloration bleue vert	Polyphénols Tanins galliques
	Gélatine 1% + NaCl 10%	Précipité blanc	Tanins
	Polysaccharides	Eau/EtOH (1/3) + Liqueur de Fehling chauffage	Précipité rouge brique
Eau/EtOH (1/3)		Précipitation	Polysaccharides
Hétérosides	1ml de H ₂ SO ₄ concentré	Coloration rouge	Hétérosides
Saponines	10ml d'eau distillée + agitation pdt 30s	Mousse persistante pendant 30mn avec une hauteur d'au moins 3 cm	Saponines

Tableau 1 : Résumé des différents tests phytochimiques

I.2.1.1- Test des alcaloïdes [26] [30] [38]

Les alcaloïdes sont des molécules organiques hétérocycliques azotées, d'origine naturelle, pouvant avoir une activité pharmacologique.

A l'origine, le terme a été employé pour décrire n'importe quelle base de Lewis contenant un hétérocycle azoté (ou improprement une amine). A cause du doublet électronique non liant de l'azote, les alcaloïdes sont considérés comme des bases de Lewis.

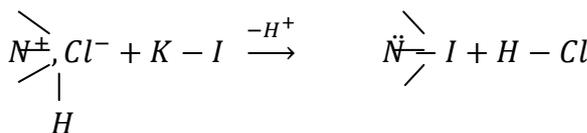
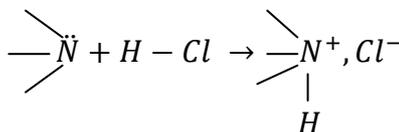
Bien que beaucoup d'alcaloïdes soient toxiques (comme la strychnine ou l'aconitine), certains sont employés dans la médecine pour, par exemple, leurs propriétés analgésiques (comme la morphine, la codéine), dans le cadre de protocoles de sédation (anesthésie) souvent accompagnés d'hypnotiques, ou comme agent antipaludéen (quinine, chloroquinine) ou agent anticancéreux (taxol, vinblastine, vincristine).

Il existe un type d'alcaloïdes contenant deux atomes d'azote dans le noyau aromatique et qui n'est pas d'origine naturelle, c'est le groupe des pyrazoles.

Les alcaloïdes ont la propriété de former des sels et d'être amers. La caractérisation de la présence d'alcaloïde peut se faire par précipitation à l'aide de :

- Test de **DRAGGENDORF** ($Bi(NO_3)_2/KI$)
- Test de **MAYER** ($HgCl/KI$)
- Test de **WAGNER** (I_2/KI)

Par exemple en milieu acide :



Chlorure d'ammonium Complexe

nitro-iodé

I.2.1.2- Tests des stéroïdes et des terpénoïdes [26] [31] [38]

Les terpènes sont des hydrocarbures résultant de la combinaison de plusieurs unités isoprène. Les terpénoïdes peuvent être considérés comme des terpènes modifiés, avec des groupes méthyles ajoutés ou enlevés, ou des atomes d'oxygène ajoutés (certains auteurs utilisent le terme « terpène » de façon plus large, en y incluant les terpénoïdes). Tout comme les terpènes, les terpénoïdes peuvent être classés selon leur nombre d'unités isoprène. Les terpénoïdes peuvent également être classés selon le nombre de structures cycliques qu'ils contiennent.

Les stéroïdes font partie de la grande famille des composés terpéniques. De par leur diversité naturelle, cette famille constitue l'une des plus vastes parmi les métabolites secondaires.

La majorité des terpènes est spécifique du règne végétal, mais ils peuvent être rencontrés chez les animaux, entre autres, les phéromones, les hormones, les sesquiterpènes des insectes, les diterpènes etc.

Tous les terpènes sont construits à partir d'un même précurseur. En 1887, O. Wallach avait émis l'hypothèse selon laquelle les terpènes devaient être construits à partir d'unité isoprénique. Trente ans plus tard, soit en 1953, Ruzicka transformait cette hypothèse en un principe selon lequel :

« Chaque groupe de terpènes est issu de la condensation « tête-à-queue » d'un nombre variable d'unités isopréniques ».

Les stéroïdes, quant à eux, à première vue, semblent ne pas obéir à la règle isoprénique précédente. Une suite de dégradations et de réarrangements des squelettes triterpénique est à l'origine de ces anomalies apparentes. L'unité structurale est fortement marquée chez les stéroïdes. Des composés apparemment différents ont tous le même squelette de base tel que les phytostérols, les saponosides, les ecdystéroïdes, les glycosides cardiotoniques ou les alcalamines stéroïdiques.

Il n'est pas toujours aisé de séparer les triterpènes des stéroïdes. La distribution entre ces deux classes de composés n'est pas évidente. En effet, les stéroïdes radicaux peuvent être considérés comme des triterpènes ayant perdu, au minimum, trois radicaux méthyles.

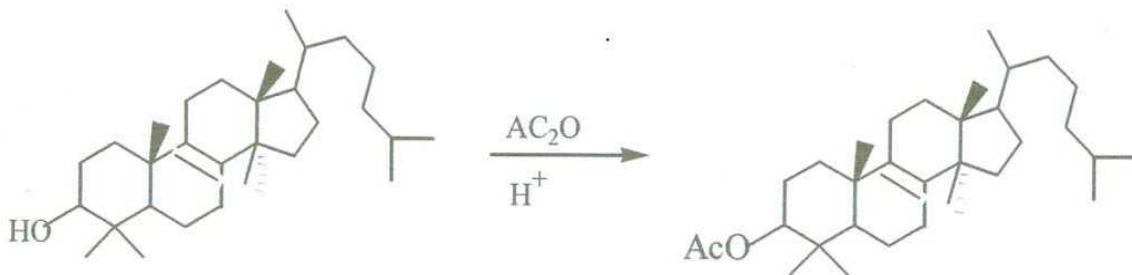
Les stéroïdes diffèrent des triterpènes par des tests de coloration ou de fluorescence. Ils sont mis en évidence par :

- Test de **LIEBERMANN-BURCHARD**, utilisant l'anhydride acétique en milieu sulfurique. Une coloration rouge pourpre indique la présence de triterpènes et une coloration bleu-vert celle des stéroïdes.
- Test de **SALKOWSKI** utilisant l'acide sulfurique qui donne une coloration rouge en présence de stérols insaturés.
- Test de **KELLER-KILLIANI** utilisant quelques gouttes de FeCl_3 (10%) dans H_2O . Une coloration rouge pourpre indique la présence de desoxy-sucre.
- Test de **BADJET-KEDDE** caractérise la présence de stéroïdes lactoniques. Par addition de quelques grains d'acide picrique et d'une solution de NaOH , une coloration orangée indique la présence de stéroïdes lactones.

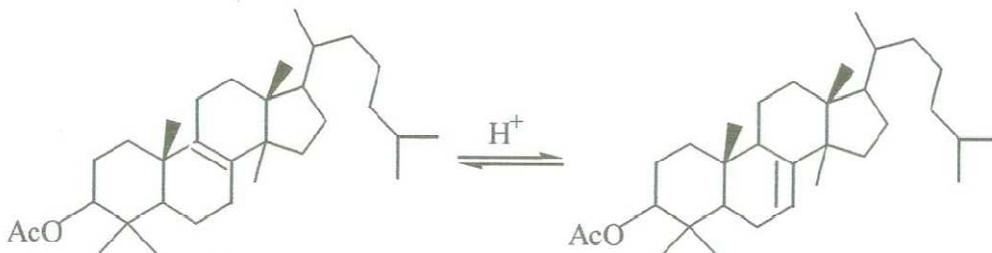
Dans l'exemple de la réaction de LEBERMANN-BURCHARD, il se passe d'abord une acétylation catalysée par l'acide du groupement hydroxyle généralement situé en C-3, ensuite une isomérisation de la double liaison intra-cyclique du noyau cyclo-pentano-phénantrénique ou même d'une transposition moléculaire pour certains types de composés.

- **Illustration :** cas du triterpène de la série du Lanostane

1^{ère} étape : Protection de la fonction OH en C-3 par l'anhydride acétique



2^{ème} étape : Isomérisation intramoléculaire

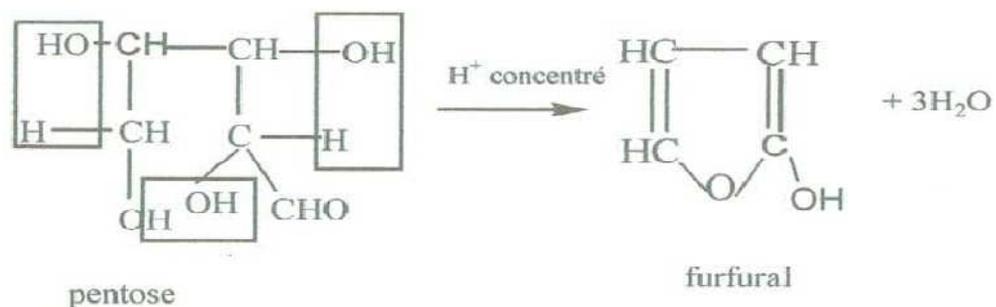


Dans ce cas, contrairement au stéroïde correspondant, les isomérisations sont seulement confinées dans les régions des cycles B et C et ne peuvent se poursuivre au cycle D par suite de blocage complet du C-14, ce qui est à l'origine des différences de coloration observées dans les tests.

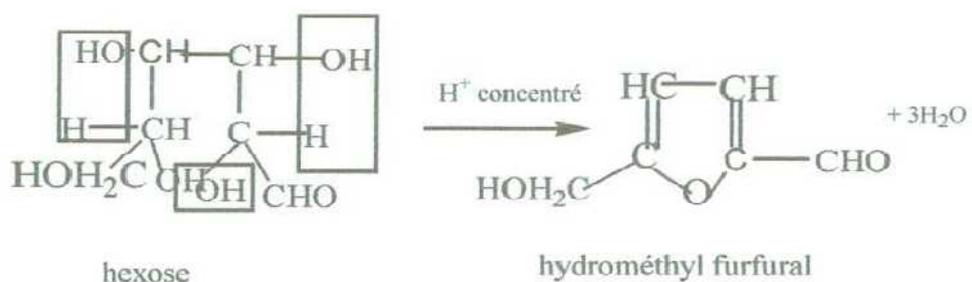
I.2.1.3- Test des hétérosides [38]

Les hétérosides sont constitués par l'association de glucides et de substances diverses, de nature non glucidiques. On trouve en abondance des hétérosides dans la nature et notamment dans le règne végétal. Les acides concentrés déshydratent les molécules d'oses contenues dans les hétérosides, ce qui entraîne une cyclisation.

- Cas des pentoses :



- Cas des hexoses :



I.2.1.4- Test des saponines [38]

Les saponines sont des hétérosides particuliers à génines stéroïdiques ou triterpénoïdiques caractérisés par leurs propriétés tensioactives. En solution aqueuse, ils possèdent un pouvoir moussant, ce qui permet de les caractériser.

I.2.2 – Méthodes physico-chimiques [1] [38] [39]

I.2.2.1- Notion d'acide et de base

a) Acide et base

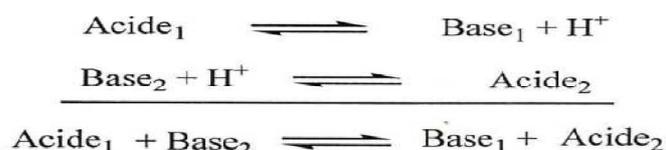
Un acide est toute entité chimique capable de céder un proton (H^+) tandis qu'une base est toute entité chimique capable de capter un proton.

On définit ainsi un couple acide-base selon la réaction ci-après où s'effectue l'échange de proton :



b) Réaction acido-basique

Une réaction acido-basique est une réaction de transfert de protons entre deux couples acide-base :



c) Calcul d'acidité en %H₂SO₄ (p/p)

Le dosage volumétrique permet de calculer l'acidité en pourcentage H₂SO₄ poids/poids. Considérons la réaction :



D'après cette réaction, 2 moles de NaOH neutralisent une mole de H₂SO₄.

Soient N la molarité de la base et V(ml) le volume de la base nécessaire à la neutralisation.

Le volume de la base contient $\frac{N.V}{1000}$ moles de cette base qui correspond à $\frac{N.V}{2000}$ moles de H₂SO₄.

$$\text{Or } \frac{N.V}{2000} \text{ moles de H}_2\text{SO}_4 \text{ pèsent } \frac{N.V.98}{2000} \text{ (98 étant le poids moléculaire de H}_2\text{SO}_4)$$

Ces équivalents en poids en H_2SO_4 sont liés aux poids des produits dissous dans l'échantillon.

$$\begin{array}{l} \text{Si } m \text{ est la masse d'échantillon dissout, } m \longrightarrow \frac{N.V.98}{2000} \text{ g de } \text{H}_2\text{SO}_4 \\ 100\text{g} \longrightarrow \frac{100.N.V.98}{2000.m} \text{ g de } \text{H}_2\text{SO}_4 \end{array}$$

$$\text{D'où: } \% \text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{4,9.N.V}{m} \quad (1)$$

I.2.2.2- Dosage acido-basique

Ce dosage consiste à déterminer à partir d'une solution d'acide (ou de base) de concentration connue la concentration d'une solution de base (ou d'acide) étudiée. Au point de neutralisation, on a la relation suivante :

$$C_A V_A = C_B V_B$$

Où C_A et C_B : concentrations de l'acide et de la base ; V_A et V_B : volumes de l'acide et de la base. On distingue plusieurs méthodes de dosage mais nous retiendrons

- Le titrage volumétrique
- Le titrage pH-métrique
- Le titrage conductimétrique

a) Titrage volumétrique

Cette technique est simple et permet d'estimer rapidement la concentration d'une solution d'acide ou de base. En présence d'indicateur coloré dans la solution étudiée, la solution titrante est ajoutée à l'aide d'une burette graduée jusqu'au virage de l'indicateur coloré, ce qui correspond au point de neutralisation.

b) Titrage pH-métrique

Cette technique consiste à suivre la variation de pH de la solution étudiée en fonction du volume de la solution titrante versée. Le point d'équivalence correspond à une variation

brusque de pH et est représenté par un point d'inflexion. Dans le cas du titrage d'un acide faible par une base forte, l'allure de la courbe théorique est la suivante :

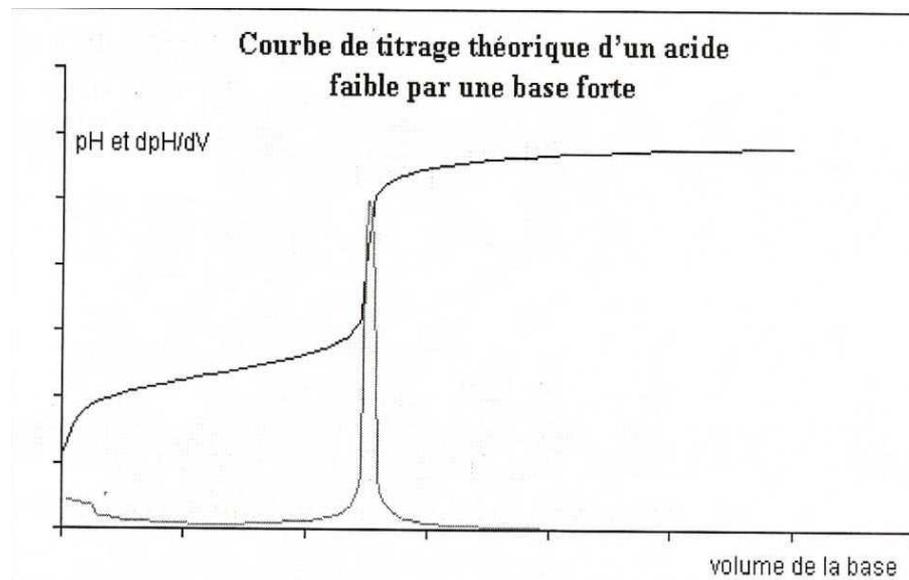


Fig.1. Allure de la courbe théorique du dosage pH-métrique d'un acide faible par une base forte

Cependant, l'allure de cette courbe peut différer de l'allure des courbes théoriques. Dans ce cas, on a recours à la courbe dérivée $dpH/dV = f(V)$ pour apprécier facilement le point d'équivalence.

c) Titrage conductimétrique

c-1/ Rappels sur la conductimétrie

- Principe de fonctionnement d'un conductimètre :

Un conductimètre est un ohmmètre alimenté en courant alternatif. On cherche à mesurer la résistance de la solution piégée dans la cellule de mesure. Celle-ci est constituée d'un corps en verre ou en plastique supportant deux plaques de platine platiné (c'est-à-dire recouvert de platine finement divisé) parallèles. Ces plaques de surface S et distantes de l délimitent le volume V de solution à étudier. La polarisation des électrodes est rendue négligeable par l'utilisation d'une tension alternative de fréquence pouvant varier de 50 à 4000 Hz et par l'utilisation de tension efficace inférieure à environ 250Mv

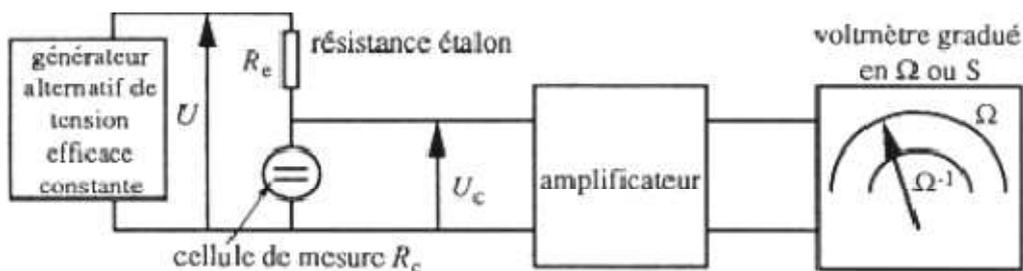


Fig.2. Schéma de principe d'un conductimètre

La loi d'Ohm conduit à la relation :

$$U_c/R_c = U/(R_c + R_e) \text{ et si } R_c \ll R_e, \text{ on a } U_c \approx U \cdot R_c/R_e \quad (2)$$

- Conductance et résistance :

La résistance de la solution électrolytique piégée dans la cellule de mesure du conductimètre s'exprime en fonction de la surface des électrodes et de la distance qui les sépare par la relation :

$$\rho = R \cdot l/S \quad (3)$$

Où ρ est la résistivité.

Le rapport $K = l/S$ est appelé constante de la cellule et a pour unité le m^{-1} .

La conductance est l'inverse de la résistance et se note G . L'inverse de la résistivité est appelée conductivité et notée σ :

$$G = 1/R = \sigma \cdot K \quad (4)$$

- Détermination de la constante de la cellule

La cellule vieillit au niveau de la surface des électrodes soit par déshydratation soit par absorption de produits contenus dans les solutions étudiées. Les surfaces des électrodes sont fragiles et ne doivent jamais être mises en contact avec des objets solides ; en particulier ne jamais les frotter avec du papier filtre ! La valeur indiquée par le constructeur n'est en pratique utilisable que lorsque la cellule est neuve. Pour les mesures absolues de conductance, il faut donc déterminer la constante de cellule. Celle-ci est calculée à partir de la mesure de la conductance d'un électrolyte dont on connaît la conductivité. Il s'agit en général de solution de chlorure de potassium 0,1 mol/l. Les valeurs des conductivités d'une

solution de chlorure de potassium 0,1 mol/l en fonction de la température sont données dans le tableau 2 ci-après :

$\theta(^{\circ}\text{C})$	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
σ (mS/cm ² /cm)	10,48	10,72	10,95	11,19	11,43	11,67	11,91	12,15	12,39	12,64	12,88

Tableau 2 : Conductivités d'une solution de KCl 0,1N en fonction de la température

La constante de cellule se calcule par la relation :

$$K (\text{cellule}) = G (\text{sol. étalon}) / \sigma (\text{sol. étalon}) \quad (5)$$

La détermination de la constante de la cellule n'est obligatoire que pour des mesures absolues de conductivité mais n'est pas nécessaire pour l'étude des courbes de dosage.

c-2/ Titrage conductimétrique

Ce titrage utilise le fait que les ions intervenant, à savoir les ions OH^- et H^+ ont des mobilités très supérieures à celles des autres ions en solution aqueuse, ce qui permet d'obtenir des courbes de neutralisation présentant un angle bien marqué au point d'équivalence. L'allure d'une telle courbe dans le cas du dosage d'un acide faible par une base forte est donnée ci-après :

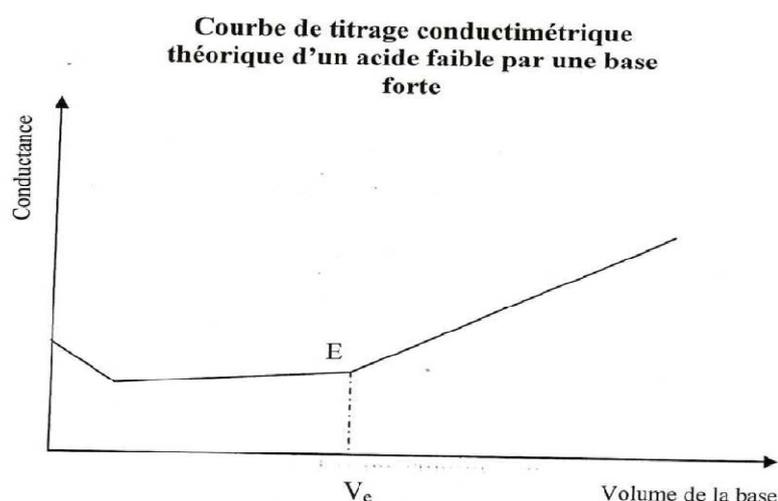


Fig.3. Allure de la courbe théorique du dosage conductimétrique d'un acide faible par une base forte

I.2.2.3- Caractéristiques organoleptiques

a) Couleur

La couleur est un critère fondamental dans la caractérisation d'une huile. Elle permet non seulement de l'identifier mais aussi d'apprécier son degré de dégradation. Ainsi par exemple, l'huile de *jatropha curcas* a tendance à virer du jaune au marron quand elle se dégrade à haute température.

b) Odeur et Saveur

L'odeur, tout comme la couleur et la saveur caractérisent aussi un échantillon donné.

I.2.2.4- Caractéristiques physiques

a) Densité [14] [25]

C'est le rapport de la masse d'un volume d'huile (exprimée en kg/m^3 , kg/dm^3 ou g/cm^3), mesurée à une température donnée, à celle d'un même volume d'eau à 4°C . Elle est généralement déterminée à 20°C et on la désigne par d_4^{20} .

La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964 et celle des corps gras animaux de 0,866 à 0,983.

Pour les huiles siccatives : $0,92 \leq d \leq 0,93$

Pour les huiles non siccatives : $0,913 \leq d \leq 0,92$

Pour un carburant à moteur diesel, la densité n'est pas un élément déterminant ; elle conditionne uniquement le pouvoir calorifique au litre. La densité se mesure de plusieurs façons :

- Soit à l'aide d'un densimètre (aréomètre)
- Soit à l'aide d'un pycnomètre et une balance de précision selon la norme NF ISO 6883

A l'aide d'un pycnomètre, La formule ci-après permet de calculer la densité :

$$d_{t^\circ\text{C}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (6)$$

$$d_4^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} d_{t^\circ\text{C}} + 0,0012 \left[1 - \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} d_{t^\circ\text{C}} \right] \quad (7)$$

$d_{t^{\circ}\text{C}}$: Densité à la température de mesure ; m_1 : Masse du pycnomètre + eau

m_0 : Masse du pycnomètre vide ; m_2 : Masse du pycnomètre rempli de l'échantillon.

d_4^{20} : Densité à 20°C

b) Indice de réfraction [18] [22] [24]

C'est un paramètre physique qui caractérise un milieu considéré. Il est défini par le quotient de la célérité de la lumière dans le vide à celle dans un milieu transparent considéré. L'indice de réfraction d'un milieu est le rapport du sinus de l'angle d'incidence T_i d'un rayon lumineux dans l'air au sinus de l'angle de réfraction T_r du rayon réfracté dans le milieu considéré. La longueur d'onde considérée est celle des raies D de sodium et la température de référence est de 20°C. Toutefois, si la valeur de l'indice de réfraction est obtenue à une température T_1 autre que 20°C, on peut transcrire cette valeur à la température de référence selon la relation :

$$- n_D^{20} = n_D^{T_1} + 0,00035(T_1 - 20) \text{ si } T_1 > 20^{\circ}\text{C} \quad (8)$$

$$- n_D^{20} = n_D^{T_1} - 0,00035(T_1 - 20) \text{ si } T_1 < 20^{\circ}\text{C} \quad (9)$$

C'est une propriété physique des liquides qui permet, par une simple mesure, de vérifier leur pureté. Il dérive du fait que la vitesse de la lumière varie lorsque le rayon lumineux traverse un liquide. L'indice de réfraction varie avec la température de mesure. Il augmente quand la température baisse. Il est fonction de la longueur d'onde de la lumière utilisée. Il est désigné par n et se mesure au moyen d'un réfractomètre. Le réfractomètre le plus utilisé est le réfractomètre d'ABBE.

L'indice de réfraction peut constituer une indication sur l'insaturation des acides gras de l'huile.

Pour les huiles siccatives : $1,48 < n < 1,523$

Pour les huiles semi-siccatives : $1,47 < n < 1,48$

Pour les huiles non siccatives : $1,468 < n < 1,47$

I.2.2.5- Caractéristiques chimiques

a) Indice d'acide [1] [34]

L'indice d'acide d'un corps gras est la quantité de potasse en mg nécessaire pour neutraliser son acidité libre. Comme la teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide constitue donc un outil qui permet d'apprécier l'état de détérioration de ces corps gras. Ce paramètre chimique est déterminé par un dosage en retour qui consiste à faire réagir le corps gras avec un excès de potasse alcoolique de titre connu puis à doser l'excès de potasse par une solution d'acide chlorhydrique. L'indice d'acide est alors donné par :

$$IA = \frac{(V_T - V_E) * C_{HCl} * M_{KOH}}{m} \quad (10)$$

IA : Indice d'acide

V_T : Volume de HCl versé pour le témoin

V_E : Volume de HCl versé pour l'échantillon

m : Masse d'échantillon

C_{HCl} : Concentration de HCl

M_{KOH} : Masse molaire de KOH

b) Indice de saponification [14] [35]

L'indice de saponification correspond à la masse de potasse en mg nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et pour saponifier les acides gras combinés dans un gramme de corps gras. Le principe consiste en un dosage en retour qui consiste à faire réagir à chaud une solution d'acide gras avec un excès de potasse puis à doser cet excès par une solution d'acide chlorhydrique. L'indice de saponification est alors donné par :

$$IS = \frac{(V_T - V_E) * C_{HCl} * M_{KOH}}{m} \quad (11)$$

IS : Indice de saponification

V_T : Volume de potasse versé pour le témoin

V_E : Volume de potasse versé pour l'échantillon

m : Masse d'échantillon

C_{HCl} : Concentration de HCl

M_{KOH} : Masse molaire de KOH

En effet, si l'on porte en ébullition un corps gras en présence de potasse, les acides gras se saponifient : la potasse réagit avec les acides gras libérés pour former du savon. Cette opération se déroule selon l'équation générale :



c) Indice d'iode [1] [14]

L'indice d'iode d'un lipide est le nombre de gramme d'iode réagissant avec 100g d'huile. Le principe consiste à effectuer une réaction d'addition de l'iode sur les sites insaturés (doubles liaisons surtout) présents dans les chaînes d'acides gras des huiles. Plus l'indice d'iode est élevé, plus l'huile est insaturée. Le réactif de Wijs est le plus utilisé dans cette réaction. Il s'agit d'une solution de monochlorure d'iode (ICl), composé plus réactif que le diiode mais strictement équivalent à celui-ci au point de vue du nombre de moles fixées sur les doubles liaisons. Mis en excès connu, ICl se fixe sur les doubles liaisons du corps gras selon l'équation :



La mesure de l'indice d'iode consiste à faire réagir l'excès de réactif qui est resté en solution avec de l'iodure de potassium puis à doser le diiode libéré suite à cette réaction avec une solution de titre connu de thiosulfate de sodium, en présence d'empois d'amidon et de déterminer la quantité de diiode ayant saturé les doubles liaisons par comparaison avec une réaction identique mais sans acide gras. L'indice d'iode est alors donné par :

$$Ii = \frac{(V_T - V_E) * 1,269}{m} \quad (12)$$

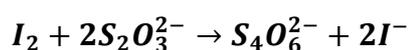
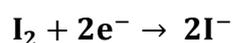
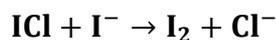
Ii : Indice d'iode

V_T : Volume de thiosulfate versé pour le témoin

V_E : Volume de thiosulfate versé pour l'échantillon

m : Masse d'échantillon

Ces opérations se font suivant les équations :



Cette mesure peut se faire suivant divers protocoles dont la méthode de Wijs et la méthode de Von HUBL entre autres. Combiné à d'autres caractéristiques, l'indice d'iode présente un intérêt pour l'identification d'un acide gras.

1.2.2.6- Indice de cétane [20] [21]

Ce paramètre est caractéristique du carburant à moteur diesel. Il est lié au délai d'allumage. En effet, un carburant a un indice de cétane égal à X, si dans le moteur standard, il a un délai d'allumage équivalent à celui d'un mélange de X parties en volume de cétane et (100 – X) parties d'alphaméthylnaphtalène. Le délai d'allumage mesure le temps écoulé entre le moment où la soupape de l'injecteur s'ouvre et fait pénétrer le combustible dans la chambre et celui où se produit le début de la combustion. Il est caractéristique des qualités du combustible. L'indice de cétane est déterminé sur moteur CFR. Le moteur CFR est un moteur expérimental monocylindrique à taux de compression variable par déplacement du fond du cylindre. Le principe consiste à introduire l'échantillon dans le moteur puis à déceler l'explosion grâce à une membrane déformable sur laquelle repose une aiguille (bouncing pin).

En effet, en régime de cliquetis, la montée brutale en pression correspondant à la détonation fait sauter l'aiguille qui ferme un circuit électrique comprenant un ampèremètre thermique donnant l'intensité du cliquetis. Une fois l'intensité du cliquetis mesurée, on la compare avec celle donnée par le carburant de référence qui est un mélange de cétane et d'alphaméthylnaphtalène. L'indice de cétane peut aussi être déterminé à l'aide de la formule de Klopfenstein. C'est la façon la plus rapide. La relation de Klopfenstein est

obtenue à partir des indices d'iode et de saponification des esters déterminés expérimentalement selon la relation :

$$I_{\text{Cétane}} = 46,3 + \frac{5458}{I_s} - 0,225 * I_i \quad (13)$$

1.2.2.7- Pouvoir calorifique [20] [21]

C'est la mesure de la valeur énergétique d'un combustible. On l'exprime en joule dégagée par la quantité unitaire choisie (J/kg ou J/m³ ou J/mole). Si les conditions opératoires permettent de supposer que l'eau contenue dans le combustible ou provenant de la combustion reste à l'état vapeur, la chaleur dégagée par la combustion totale d'une quantité unitaire de combustible représente le pouvoir calorifique inférieur (**PCI**). Si au contraire, la vapeur d'eau a été condensée, cette condensation libère une certaine quantité d'énergie qu'il faudra ajouter au **PCI** et on a alors le pouvoir calorifique supérieur (**PCS**). **PCS** et **PCI** sont reliés par la relation empirique :

$$PCI = PCS - 25,2(e - 9h) \quad (14)$$

Avec **e** : pourcentage d'eau dans le combustible et **h** : pourcentage d'hydrogène

En général, les huiles végétales produisent 5 à 18% moins d'énergie que le gazole. Pratiquement, on détermine expérimentalement le pouvoir calorifique par calorimétrie mais on peut aussi le déterminer par calcul. Une équation empirique utilisée pour calculer la chaleur de combustion en kcal/kg à partir des indices de saponification (**I_s**) et d'iode (**I_i**) est la suivante :

$$P_C = 11380 - I_i - 9,15 * I_s \quad (15)$$

P_C : Pouvoir calorifique inférieur en kcal/kg (1kcal/kg = 4,18kj/kg)

I.2.3 – Chromatographie en phase gazeuse [26] [37]

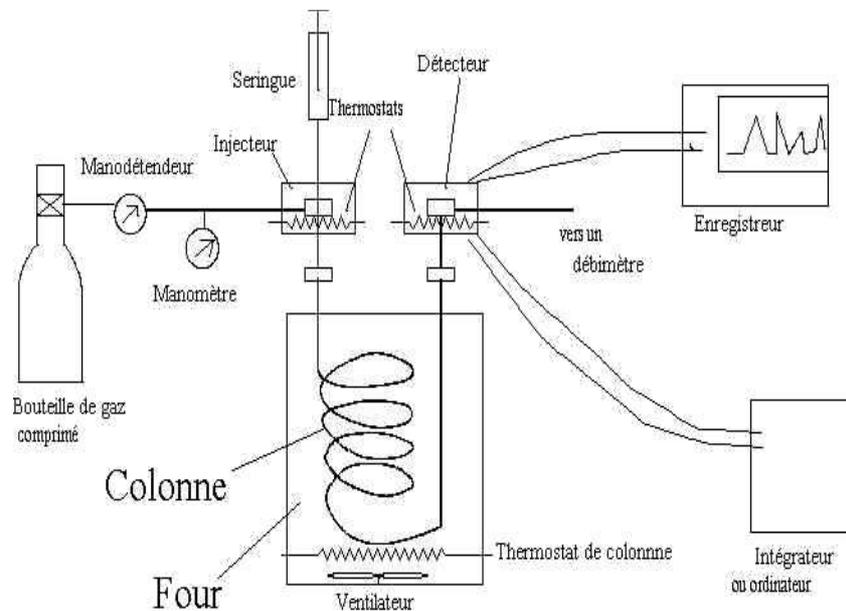


Fig.4. Schéma de principe d'un CPG

I.2.3.1- Historique

On attribue la découverte de la chromatographie en phase gazeuse à Archer John Porter MARTIN et Richard Laurence Millington SYNGE, qui publient dès 1941 la théorie de la chromatographie de partage [Martin, Syngé, 1941]. Ils reçoivent en 1950 le prix Nobel de chimie pour cette découverte qui bouleversera le monde de l'analyse. Les progrès de l'instrumentation (colonne capillaire, détecteurs, ...) et sa relative facilité d'emploi font de la CPG une technique d'analyse de routine essentielle dans de nombreux laboratoires.

I.2.3.2- Principe de fonctionnement d'un chromatographe

L'échantillon (un liquide volatil) est d'abord introduit en tête de colonne par l'intermédiaire d'une micro-seringue qui va traverser une pastille en caoutchouc, appelée septum, pour se retrouver dans une petite chambre en amont de la colonne appelée injecteur. L'injecteur est traversé par le gaz porteur et porté à une température appropriée à la volatilité de l'échantillon. Les quantités injectées peuvent varier de 0.2 à 5.0 μl . Ensuite, une fois rendus volatils, les différents composés de l'échantillon vont être emportés par le gaz porteur (ou gaz vecteur) à travers la colonne et se séparer les uns des autres en

fonction de leur affinité avec la phase stationnaire. La phase stationnaire peut être un liquide non (ou peu) volatil (chromatographie gaz-liquide) ou un solide adsorbant (chromatographie gaz-solide). Dans les deux cas, la phase stationnaire va provoquer un phénomène de rétention chromatographique avec les différents composés (appelés solutés). Plus le composé a d'affinité avec la phase stationnaire, plus il mettra de temps à sortir de la colonne. La grandeur expérimentale brute est appelée temps de rétention. C'est le temps qui s'écoule entre l'injection de l'échantillon et l'apparition du signal maximum du soluté au détecteur. Pour favoriser le transport de tous les composés à travers la colonne (élution), il faut déterminer la bonne température du four. En général, la température doit être supérieure à la température d'ébullition des composés. On peut travailler en isotherme, c'est-à-dire avec une température fixe durant toute l'analyse ou avec un programme de température qui varie.

A la sortie de la colonne, les composés rencontrent un élément essentiel qui est appelé détecteur. Cet élément évalue en continu la quantité de chacun des constituants séparés au sein du gaz porteur grâce à la mesure de différentes propriétés physiques du mélange gazeux. Le détecteur envoie un signal électronique vers un enregistreur (sorte d'imprimante) qui dessinera les courbes de chaque pic en fonction de leur intensité (courbe de type Gaussienne). L'ensemble des pics est appelé chromatogramme. Actuellement et de plus en plus, les logiciels remplacent avantageusement les enregistreurs papiers pour l'interprétation des signaux envoyés par les détecteurs.

1.2.3.3- Eléments constitutifs d'un chromatographe

Un chromatographe est constitué de :

- **Un gaz** : Hydrogène, hélium, azote sont les gaz vecteurs les plus utilisés. Ils sont prélevés dans une bouteille sous pression. Un manodétendeur permet d'obtenir la pression d'entrée cherchée, souvent de l'ordre de quelques bars.
- **Un injecteur** : Un très grand choix d'injecteur est disponible sur le marché en fonction de la nature du mélange à séparer (solide, liquide, polaire, etc.). Parmi les injecteurs classiques, l'injecteur diviseur est le plus utilisé dans le cas d'échantillon en solution. Celui-ci est introduit avec une micro-seringue. Un système de vannes

élimine une partie de l'échantillon et permet ainsi une analyse plus précise d'une certaine quantité de produit sans surcharge de la colonne.

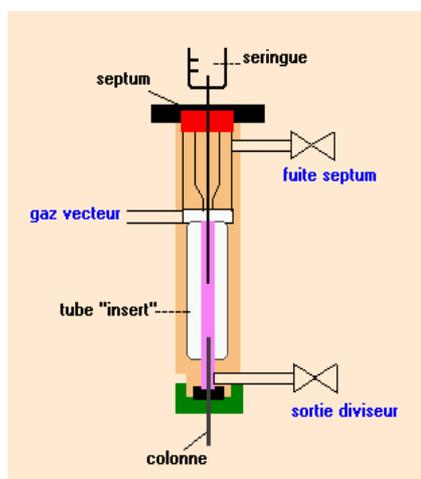


Fig.5. Schéma d'un injecteur diviseur

- **Une colonne** : La colonne est placée dans un four pour maintenir une température suffisante afin de garder les solutés en phase gazeuse pendant l'analyse.
- **Un détecteur et un enregistreur** : A la sortie de la colonne, un détecteur très sensible est placé. Le détecteur le plus utilisé est le détecteur **FID** qui est un détecteur à ionisation de flamme. Une tension de l'ordre de la centaine de volts est maintenue entre la buse de la flamme et une électrode entourant cette dernière. Lorsque les molécules traversent la flamme, elles sont ionisées ce qui provoque entre les électrodes un courant électrique qui est ensuite amplifié.

1.2.3.4- Longueur de chaîne équivalente

En 1956, une relation entre le logarithme de temps de rétention réduit (T'_R) et le nombre de carbones n des acides gras saturés à chaîne normale a été mise en évidence par James et Martin. La relation, $\log T'_R = an + b$ donne une droite de régression linéaire, à partir des points correspondants aux acides gras saturés. Ceci a donné naissance à la notion de longueur de chaîne équivalente qui est, par définition, « le nombre d'atomes de carbones d'un acide gras fictif à chaîne normale saturée qui aurait le même temps de rétention (T_R) que l'acide gras considéré » selon Tranchant et Prévôt dans le « Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse ». La valeur de LCE d'un ester méthylique d'acide gras

non saturée peut être déterminée par extrapolation d'une droite tracée à partir des temps de rétention des esters méthyliques d'acides gras saturés.

Les acides gras qui ont même nombre de carbones sortent, donc, en générale dans une fourchette entre 0 et 1 unité LCE selon que la chaîne grasse possède des ramifications et/ou insaturations.

Le calcul de la LCE s'effectue traditionnellement par interpolation ou extrapolation entre deux acides gras saturés paires successifs, le plus souvent 16:0 et 18:0, la formule de calcul est la suivante :

$$LCE = n - 2 \frac{\log \left[\frac{t'_r}{t'_n} \right]}{\log \left[\frac{t'_{n-2}}{t'_n} \right]} \quad (16)$$

Où

n : Nombres d'atomes de carbone de l'acide gras saturé pris comme référence ($n=18$).

t'_r : Temps de rétention, corrigé du temps mort, de l'acide gras à déterminer.

t'_n : Temps de rétention, corrigé du temps mort, de l'acide gras saturé à n atomes de carbone.

t'_{n-2} : Temps de rétention, corrigé du temps mort, de l'acide gras saturé à $n-2$ atomes de carbone.

II – TRAVAUX PERSONNELS

II.1 – Bibliographie sur le *Jatropha curcas* [1] [2] [3] [4] [5] [6] [7] [8] [9] [15]

II.1.1 – Origine de la plante et historique de la plante à Madagascar et aux Comores

Jatropha Curcas est une espèce d'arbuste de la famille des Euphorbiacées originaire du Brésil, en Amérique latine. Son nom dérive du grec « jatos » (docteur) et « trophé » (nourriture). La famille des *Jatropha* compte 177 espèces dont 2 existent à Madagascar (*Jatropha Curcas* et *Jatropha Mahafalensis*).

Quant aux Comores, Seul le *Jatropha Curcas* a été identifié. A Madagascar, le *Jatropha* fut introduit au 17^{ème} siècle, probablement par des portugais. En effet, le *Jatropha Curcas* aurait été introduit par des marins portugais via les îles du Cap Vert aux différents pays en Asie et en Afrique. Bien que la bibliographie manque en Union des Comores et qu'aucune donnée n'existe concernant la période et le mode d'introduction, la proximité de Madagascar laisse supposer un historique commun.

II.1.2 – Classification et noms vernaculaires

Jatropha Curcas est une plante sauvage buissonnante pouvant atteindre jusqu'à 8 m de hauteur. Il est classé comme suit :

Règne	: VEGETAL
Groupe	: ANGIOSPERMES DICOTYLEDONES
Série	: THALAMIFLORES
Ordre	: TRICOQUES
Famille	: EUPHORBIACEAE
Tribu	: CROTONOIDEES
Genre	: JATROPHA
Espèce	: JATROPHA CURCAS

A Madagascar, son appellation varie selon le dialecte (Kinampotsy selon le dialecte mérina). Aux îles Comores, il est connu sous l'appellation M'ri Mzoungou, M'soumou ou M'dzouwé selon les îles.

II.1.3 – Biologie de la plante

Jatropha Curcas est un arbuste vivace ayant de nombreuses branches épaisses, cassantes, dressées, partant de la base. Son tronc à écorce grise roussâtre marquée de larges tâches blanches est droit. Le liber et la moelle contiennent de longs vaisseaux lactifères qui s'étendent jusqu'à la racine. Le latex qui s'en écoule abondamment à la moindre blessure donne en séchant une résine brunâtre. Ses feuilles, de couleur foncée, isolées, palminervées, à 3 à 5 lobes, s'insèrent sur la tige par une gaine dilatée bien visible et sans stipule.

Jatropha Curcas est monoïque, c'est-à-dire que les fleurs mâles et femelles se trouvent séparément sur des inflorescences différentes. Les fleurs mâles, peu nombreuses et presque sessiles, occupent le centre de l'inflorescence. Les fleurs femelles, à la périphérie de l'inflorescence, sont 4 à 5 fois plus nombreuses que les fleurs mâles longuement pédonculées.

Le fruit est une capsule presque sphérique de 1,5 à 3 cm de diamètre, de couleur marron foncée, de la grosseur et de la forme d'une noix. Il pèse de 0,3 à 0,7 g et contient 1, 2 ou 3 graines séparées les unes des autres par une cloison. Les graines sont ovales, de surface externe noire sillonnée de nombreuses tâches jaunâtres. A la partie supérieure, on remarque une caroncule bilobée rougeâtre et peu visible sur la graine sèche. Le tégument est très dur et sa cassure est nette et régulière. En dessous, une pellicule blanche, nacré, recouvre l'amande blanchâtre qui est formée d'un volumineux albumen huileux contenant l'embryon conique pourvu de 2 larges cotylédons foliacés et plats.

Photo.1 : Feuilles et fleurs de *Jatropha Curcas* Photo.2 : Graines de *Jatropha Curcas*



Source : [1] [6]

II.1.4 – Mode de culture

Le *Jatropha* pousse en climat tropical ou subtropical. Par ses racines fortes et profondes, ainsi que par son tronc à caudex qui constitue un réservoir d'eau, *Jatropha curcas* est capable de résister à des périodes de sécheresse prolongée. Il ne nécessite aucun entretien particulier mais, pour bien fructifier, a besoin d'au moins 400 à 600 mm de précipitations annuelles. La plante supporte mal une précipitation supérieure à 2000 mm. Elle peut commencer à produire au bout d'un an. Il faut 12 mois pour obtenir une plante adulte à partir de graines ou 9 mois à partir d'une bouture mais le pourghère atteint sa pleine productivité en 3 ou 4 ans selon la nature du sol et le climat. La plante vit plus de 50 ans.

Vieux, on le recèpe pour lui faire émettre de nouvelles pousses. La taille, qu'il supporte bien, favorise la fructification et en même temps facilite la récolte. La culture du *Jatropha* requiert une préparation du sol lorsque l'horizon superficiel est induré (trou ou saillie de sous-solage d'au moins 30cm de profondeur), et n'a besoin ni de pesticides ni d'autres produits polluants (grâce à ses qualités insecticides et fongicides). Son énorme avantage est de ne pas rentrer en compétition avec les cultures vivrières car son huile n'est pas alimentaire et il s'adapte aux sols arides ou semi-arides impropres à la plupart des cultures vivrières. En monoculture, la pression des ravageurs augmente. Il existe un risque élevé de pertes, allant jusqu'à la perte totale, par exemple par les criquets. L'espèce peut

être attaquée par *Lagocheirus undatus*, *Panthomorus femoratus*, *Leptoglossus zonatus*, *Pachycoris torridus* et *Nezara viridula*.

II.1.5 – Utilisations courantes de la plante

Les utilisations de *Jatropha Curcas* sont nombreuses et variées. Ses feuilles, la sève, les graines, l'huile et même les tourteaux ont chacun une utilisation dans la vie quotidienne des hommes. Son importance se précise au fil des années au point que d'aucuns qualifient cette plante comme étant de « l'or vert venant du désert ». Les utilisations les plus courantes du *Jatropha* se rencontrent dans le domaine de l'agriculture, de l'environnement, de la pharmacie traditionnelle et de l'industrie. Les utilisations les plus courantes de la plante sont résumées dans le tableau 3 ci-après :

Partie utilisée	Domaine d'utilisation	Nature de l'utilisation
Arbuste proprement dit	<ul style="list-style-type: none"> - Agriculture - Environnement 	<ul style="list-style-type: none"> - En tant que haie vive - Lutte contre l'érosion
Tourteaux	Agriculture	Engrais organique
Feuilles	Pharmacopée traditionnelle	En infusion contre le paludisme
Graines	Pharmacopée	Contre la constipation
Sève	Pharmacopée	Guérison des blessures
Branches	Pharmacopée	Brossage des dents
Huile	<ul style="list-style-type: none"> - Agriculture - Pharmacopée - Economie des ménages - Energétique - Industrielle 	<ul style="list-style-type: none"> - Comme insecticide - Contre les myalgies - Savon et éclairage - Comme biocarburant - Cosmétique et vernis

Tableau 3 : Tableau récapitulatif des utilisations courantes du *Jatropha curcas*

Le *Jatropha* produit également, en situation de stress (notamment hydrique, mais aussi en cas de blessure ou de taille trop sévère de la plante), la curcine (ou curcasine), une

toxalbumine très active, substance très toxique proche de la ricine, bloquant l'activité de synthèse ribonucléique (destruction partielle des codons messagers de l'ARN, ce qui conduit au blocage complet de l'activité cellulaire puis à sa mort rapide) ; cette propriété est utilisée en médecine comme agent antitumoral.

Aux Comores, les graines décortiquées sont pilées, puis chauffées dans de l'eau afin de récupérer l'huile après refroidissement et décantation. Les jeunes branches sont parfois utilisées pour le brossage des dents. Les graines sont utilisées comme purgatif et l'huile pour myalgie (douleurs musculaires) et les dermatoses. Elles sont associées aux feuilles de *Jatropha* séchées, écrasées et additionnées à du lait de coco pour être employées dans les traitements des fractures et des entorses.

II.2 – Bibliographie sur le biocarburant [16] [17]

L'expression « biocarburant » découle du grec « bios » (vie, vivant) et du latin « carbo » (charbon, carbone). Un biocarburant, appelé aussi agrocarburant est un carbone produit à partir de matières organiques renouvelables et non fossiles. Cette production se fait à partir d'un ensemble de techniques variées :

- Production d'alcool par fermentation alcoolique de sucres ou d'amidon hydrolysé
- Production de gaz (hydrogène ou méthane) à partir de biomasse végétale ou animale
- Production de carburant solide comme le charbon de bois
- Production d'huile comme c'est le cas avec *Jatropha Curcas* (l'huile est soit utilisée telle quelle ou transformée en biodiesel pour s'adapter au moteur).

L'utilisation des biocarburants se fait selon deux approches :

- Soit on adapte le moteur au biocarburant naturel brut (et donc sans transformation chimique) : cette stratégie permet une production plus décentralisée mais la réalisation est plus difficile
- Soit on adapte le biocarburant (par transformation chimique) à des moteurs déjà conçus pour fonctionner avec des dérivés de pétrole : c'est la méthode la plus dominante actuellement par sa facilité relative bien que son bilan énergétique ne soit pas le meilleur

II.2.1 – Approche historique

Bien que leur médiatisation n'ait pas eu la même ampleur que de nos jours, les biocarburants ont été déjà apparus avec les premiers automobiles. Le premier moteur à explosion était conçu pour fonctionner à l'éthanol. D'ailleurs, la Ford T, une voiture produite de 1903 à 1926 roulait à l'éthanol. Dans la même période, Diesel a conçu son moteur à combustion de façon à ce qu'il puisse fonctionner avec les huiles végétales et faisait ainsi tourner ses machines à l'huile d'arachide. C'est au milieu du 20^{ème} siècle, quand le pétrole devint abondant et bon marché que les industriels et les consommateurs se désintéressèrent des biocarburants. Il a fallu attendre le premier choc pétrolier mondial (1973) pour qu'à nouveau les recherches reprennent vers la fin des années 1979. Mais cet enthousiasme n'a été que de courte durée puisque le contre-choc de 1986 et le lobbying des multinationales pétrolières ont réduits à la chute les recherches jusque là effectuées.

Il a fallu attendre la hausse du prix du brut en 2000, l'approche du pic pétrolier, la nécessité de lutter contre l'effet de serre et les menaces sur la sécurité d'approvisionnement pour que, à nouveau, on s'y mette. A l'heure actuelle (source 2005), un peu plus de 4 millions de tonnes de biodiesel sont produites à travers le monde ainsi que 36 millions de tonnes d'éthanol dont 75% (soit 27 millions de tonnes) pour la carburation. Certes, cette contribution est loin des 1.6 milliards de tonnes utilisées durant la même période dans les transports routiers, néanmoins cette contribution n'est pas négligeable et justifie les recherches effectuées dans le domaine des biocarburants. Ces recherches ont très vite évolué avec le temps et on distingue actuellement trois filières principales afférentes aux biocarburants.

II.2.2 – Les filières afférentes aux biocarburants

Les techniques permettant d'obtenir des biocarburants sont diverses et variées. On distingue ainsi des biocarburants obtenus à partir de processus simples comme des biocarburants obtenus à partir de processus très avancés. Dans la même foulée, on distingue des biocarburants produits à partir de source ligno-cellulosique (bois, paille, feuille...), d'autres produits à partir des cultures agricoles génériques (tournesol, colza, canne à sucre...) et d'autres produits à base de cultures strictement énergétiques (ricin, Jatropha...). De cette divergence a découlé la nécessité d'un classement en filières. Les critères pris en

compte pour un tel classement portent sur les matières premières utilisées, les technologies utilisées ou encore la contribution à la lutte contre les émissions de gaz à effet de serre. On distingue alors :

- **Les filières de première génération :**

C'est le cas de figure le plus classique des biocarburants. On trouve entre autres les biocarburants issus des huiles végétales (principalement les huiles à vocation alimentaire), ceux issus de la fermentation des sucres en alcool ainsi que les biogaz.

En ce qui concerne la filière huile, soit celle-ci alimente directement le moteur déjà adapté (étant donné sa viscosité relativement élevée) soit les triglycérides qui constituent les huiles végétales sont transformés en monoesters méthyliques (EM) et en glycérol par une réaction de trans-estérification avec des molécules de méthanol. On peut cependant substituer le méthanol par de l'éthanol (ce qui résout le problème de la haute toxicité du méthanol) et on obtient dans ce cas des esters éthyliques (EE). Les petites molécules de biodiesel ainsi obtenues peuvent être utilisées comme carburant dans les moteurs à allumage par compression. Un tel biodiesel présente l'avantage de ne pas contenir de soufre. En outre, il n'est pas toxique et est hautement biodégradable.

La filière alcool consiste quant à elle en la transformation des sucres de certaines cultures (betterave, canne à sucre, blé...) en alcool (par fermentation). C'est ainsi qu'un bioéthanol est obtenu par fermentation de sucres sous l'action des levures du genre saccharomyces. L'éthanol ainsi obtenu peut remplacer partiellement ou totalement l'essence. Dans la même foulée, on distingue le méthanol, l'éthyl-tertio-butyl-éther (ETBE) et le bio-butanol, d'autres substituts des produits pétroliers en voie d'utilisation de nos jours.

La filière gaz concerne principalement le bio-méthane (obtenu par fermentation méthanique de matières organiques animales ou végétales telles que l'amidon, la cellulose ou difficilement les résidus ligneux) et le bio-hydrogène (obtenu par reformage du bio-méthane). Le bio-méthane peut substituer le gaz naturel et peut aussi être utilisé soit dans des moteurs à allumage commandé, soit dans des moteurs dits dual-fuel (moteurs diesels alimentés en majorité par du méthane). Le charbon de bois obtenu par pyrolyse du bois ou d'autres matières organiques appartient à ce groupe de biocarburants dits de première génération.

- **Les filières de deuxième génération :**

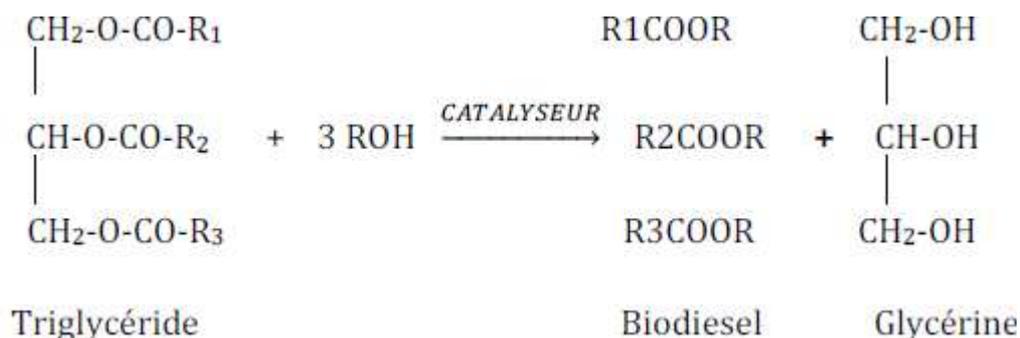
Le problème posé par les biocarburants dits de première génération, notamment en matière de compétition avec les denrées alimentaires ont poussé encore loin les recherches. Ces recherches concernent principalement la transformation de la lignine et de la cellulose en alcool et des tourteaux provenant de l'extraction des huiles végétales en biogaz. Par de tels processus, on trouve des biocarburants qui ne sont pas en compétition avec les denrées alimentaires. De tels biocarburants sont dits de deuxième génération. Dans ce classement figurent aussi les classes d'huiles non comestibles telles que les huiles de *Jatropha Curcas*. De là, nous pouvons juger la place occupée par *Jatropha Curcas* dans le domaine des biocarburants.

- **Les filières de troisième génération :**

Il s'agit d'un domaine très récent et encore à la phase de recherches. Il s'agirait de ce qu'on appellerait les « algocarburants ». En effet, des études rapportent que les micro-algues seraient 30 à 100 fois plus efficaces que les oléagineux terrestres, ce qui permettrait une production en masse d'agrocaburants (issus de ces micro-algues) avec de meilleurs rendements et cela, sans déforestation massive ni concurrence avec les cultures alimentaires.

II.2.3 – La trans-estérification [18] [19] [21]

La trans-estérification est la réaction d'un alcool sur un ester pour donner un autre ester en utilisant un acide ou une base comme catalyseur. Les molécules de diester obtenues au cours de cette réaction chimique ont une taille suffisamment petite leur permettant d'être utilisées comme carburant dans les moteurs à allumage par compression (moteur Diesel). Cependant, afin d'être menée à bien, cette réaction nécessite l'emploi d'un alcool léger (méthanol ou éthanol). En général, l'huile utilisée (huile végétale ou animale) est constituée en majeure partie d'un ester de triglycérides qui, par trans-estérification, donne naissance à des esters (méthyliques si l'alcool utilisé est le méthanol ou éthyliques si l'alcool utilisé est l'éthanol) d'acides gras. Cette réaction fait intervenir 3 moles d'alcool et 1 mole de triglycéride pour donner 3 moles d'esters suivant la réaction :



On distingue les m\u00e9thodes de trans-est\u00e9rification selon la quantit\u00e9 d'alcool utilis\u00e9 ou selon la nature de l'alcool (m\u00e9thanol ou \u00e9thanol).

II.2.3.1 – M\u00e9thode standard

Elle est caract\u00e9ris\u00e9e par l'utilisation excessive d'alcool (20% par rapport \u00e0 la masse d'huile si l'alcool utilis\u00e9 est le m\u00e9thanol et environ 29% si on utilise l'\u00e9thanol).

II.2.3.2 – M\u00e9thode de MITTELBACH

Cette m\u00e9thode r\u00e9duit par contre l'utilisation de l'alcool (10% de la masse de l'huile si on utilise le m\u00e9thanol et environ 14,5% de la masse d'huile si on utilise l'\u00e9thanol).

II.2.3.3 – Trans-est\u00e9rification par le m\u00e9thanol

Le m\u00e9thanol est l'alcool le plus exploit\u00e9 dans les industries de biodiesel en raison de sa manipulation facile. Pour augmenter la vitesse de la r\u00e9action, on chauffe l'huile v\u00e9g\u00e9tale liquide vers 50\u00b0C et on utilise dans la plupart des cas, un catalyseur basique. Un meilleur rendement peut \u00eatre obtenu en laissant r\u00e9agir les r\u00e9actants sans chauffage, mais la r\u00e9action dure alors plusieurs heures. Cette m\u00e9thode n\u00e9cessite 100kg de m\u00e9thanol pour trans-est\u00e9rifier une tonne d'huile v\u00e9g\u00e9tale.

II.2.3.4 – Trans-est\u00e9rification par l'\u00e9thanol

L'utilisation de l'\u00e9thanol requiert une quantit\u00e9 \u00e9lev\u00e9e d'alcool (144kg d'\u00e9thanol pour trans-est\u00e9rifier une tonne d'huile v\u00e9g\u00e9tale). La m\u00e9thode varie sensiblement en fonction de la catalyse choisie.

- Catalyse acide : utilise principalement l'acide sulfurique (H₂SO₄). La temp\u00e9rature de travail d\u00e9passe 100\u00b0C et la pression varie de 1 \u00e0 des dizaines de bar. Le temps de

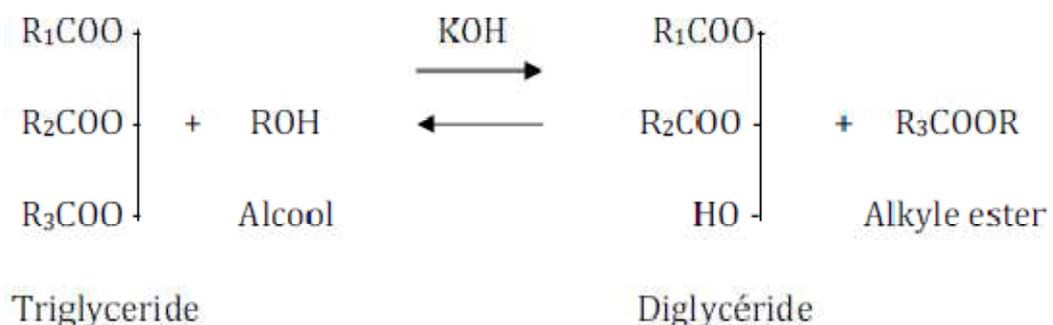
séjour est supérieur à celui observé en catalyse basique. Ce type de catalyse n'est utilisé que pour la trans-estérification des huiles à acidité élevées (huiles rancies ou huiles usagées).

- Catalyse basique : c'est la plus rencontrée en milieu industriel. Elle utilise des bases fortes telles que KOH, NaOH, les alkoxydes (NaOCH₃, KOCH₃, NaOC₂H₅, KOC₂H₅). Ce type de catalyse donne le meilleur rendement en un temps record et la réaction se déroule dans des conditions opératoires relativement douces.
- Catalyse enzymatique : l'utilisation des enzymes facilite la récupération des glycérols et permet la trans-estérification des huiles à acidité très élevée ainsi que la trans-estérification sélective d'un acide gras donné. Pour faciliter la récupération et la réactivation des enzymes, ces derniers sont immobilisés sur des supports solides.

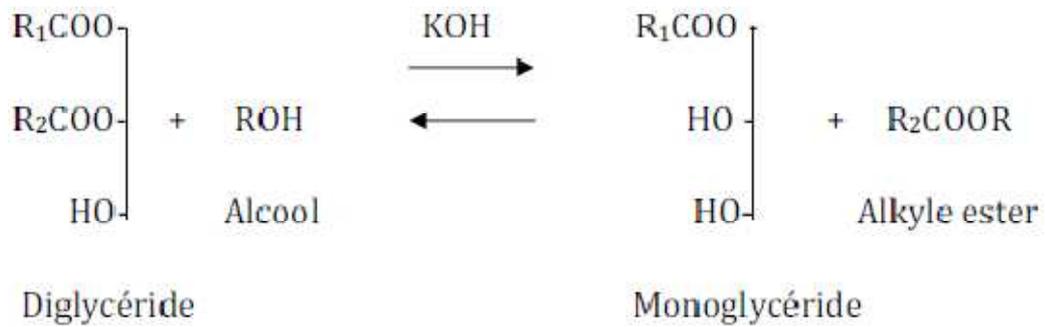
II.2.3.5 – Aspects thermodynamique et cinétique de la réaction de trans-estérification

La réaction de trans-estérification se déroule en trois étapes :

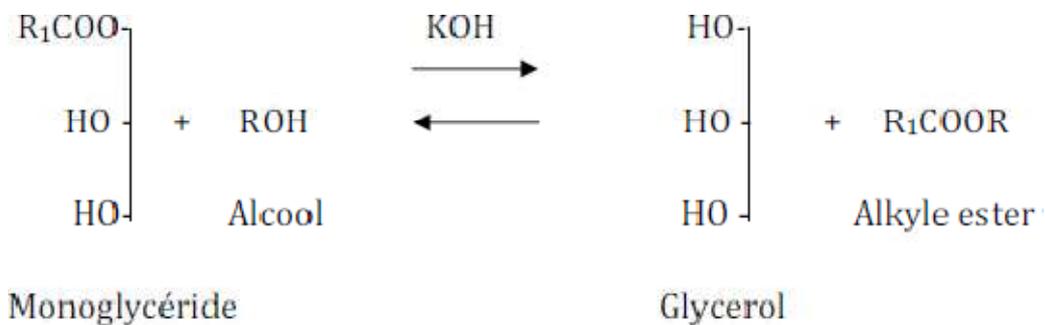
Etape 1 : le triglycéride réagit avec l'alcool pour donner un alkyle ester et un diglycéride selon la réaction ci-après :



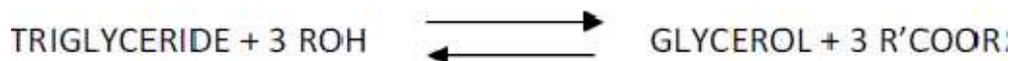
Etape 2: le diglycéride réagit ensuite avec une autre molécule d'alcool pour donner la monoglycéride et une autre molécule d'alkyle ester selon la réaction :



Etape 3: la troisième et dernière étape est la réaction entre la monoglycérade et un troisième alcool pour donner un troisième alkyle ester et du glycérol.



En fin de compte, le bilan global est donné par:



Ainsi, nous avons deux réactions inverses l'une de l'autre. Ces deux réactions se limitent mutuellement puisque l'ester formé par la réaction de trans-estérification est détruit en partie par la réaction inverse. Par conséquent, la trans-estérification constitue une réaction lente et réversible conduisant à un équilibre chimique où les quatre composés coexistent dans des proportions constantes. La constante d'équilibre d'une telle réaction s'écrit :

$$K_{\text{trans-estérification}} = \frac{[\text{Alkyle ester}]_f^3 \cdot [\text{Glycérol}]_f}{[\text{Triglycérade}]_f \cdot [\text{Alcool}]_f^3} = \frac{(n_{\text{alkyle ester}})_f^3 \cdot (n_{\text{glycérol}})_f}{(n_{\text{triglycérade}})_f \cdot (n_{\text{alcool}})_f^3}$$

Pour avoir un taux de conversion élevé, il convient alors de déplacer l'équilibre de la réaction dans le sens direct. Cela s'obtient :

- Par l'utilisation d'un excès d'un des réactifs (alcool ou triglycéride suivant le prix)
- Par l'élimination d'un des produits formés (glycérol ou alkyle ester) du milieu réactionnel afin d'empêcher la réaction inverse.

Il est à noter cependant que le rendement dépend peu du choix de l'acide. Par contre, il dépend beaucoup de la classe de l'alcool.

Dans les conditions usuelles rencontrées en milieu industriel, la réaction de trans-estérification suit la loi cinétique de pseudo second ordre (pendant environ 30 minutes), puis une loi cinétique du premier ou du second ordre. Pendant les premières minutes, la vitesse de formation des alkyles esters est très rapide, puis elle diminue jusqu'à atteindre l'équilibre.

II.2.3.6 – Influence des réactions secondaires

- **La réaction de neutralisation des acides gras**

Cette réaction est observée lors de la trans-estérification des huiles à acidité élevée. Les acides gras libres sont neutralisés par les catalyseurs basiques selon la réaction :

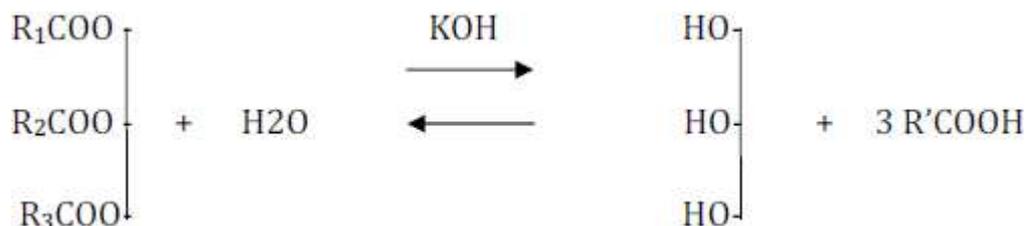


La réaction est totale et se déroule à température ambiante.

- **La réaction de saponification**

C'est la réaction de saponification des triglycérides et des alkyles esters par les catalyseurs basiques. Elle est susceptible de consommer la totalité des triglycérides et des alkyles esters. La réaction se déroule en deux étapes :

- Hydrolyse des esters :





- Neutralisation des acides gras formés :



La réaction de saponification est due à l'utilisation excessive de catalyseur basique et/ou à la présence d'eau dans le milieu réactionnel. Elle est favorisée à température élevée.

Les réactions de neutralisation et de saponification influent fortement sur l'avancement de la réaction de trans-estérification et donc sur le rendement en biodiesel. Non seulement elles diminuent le taux de conversion mais elles entravent par ailleurs la séparation et le lavage des alkyles esters obtenus.

II.3 – Synthèse de quelques travaux antérieurs sur la plante [\[10\]](#) [\[11\]](#) [\[12\]](#) [\[13\]](#) [\[14\]](#)

II.3.1 – Composition de la graine

Plusieurs études menées par DROIT en 1932 et exposées dans sa thèse de doctorat en pharmacie ont révélé que *Jatropha Curcas* renferme 33 à 34% de tégument pour 62 à 68% d'amande. Elle contient également de l'eau, de la matière grasse, des substances albuminoïdes, de la résine, des produits sucrés, des matières colorantes, de la cellulose et des tanins. Bien avant cela, en 1893, ARNAUDON et UBALDINI ont fait état, dans leur ouvrage « Sur le *Jatropha Curcas* et sur l'huile qu'il contient », d'une teneur de 7,2% d'eau, 37,5% de matières grasses et 55,3% de résidus que contiendrait l'amande. Par ailleurs, il s'est avéré que les graines renferment un mucilage constitué par du sylose, du galactose, du rhamnose et de l'acide galacturonique. En 1971, dans « Flavonoïds of some Euphorbiaceous plants », SANKARA et collaborateurs ont signalé la présence de vitexine et d'isovitexine dans les graines. Parmi les matières albuminoïdes de la graine, ils ont mis en évidence la curcine, un élément très toxique. L'équipe mena également des études sur les tourteaux et se sont aperçus qu'ils constituent un excellent engrais dont la composition est la suivante : 3,2% d'azote ; 1,2% de potasse (K₂O) ; 0,13% de chlore ; 1,4% de phosphore (P₂O₅) ; 0,21% de soude (Na₂O) et 0,08% de SO₂.

II.3.2 – Composition de l'huile

L'huile de Jatropha est composée essentiellement d'acides gras dont les principaux seraient l'acide palmitique (C_{16}), l'acide oléique et l'acide linoléique. D'autres acides peuvent aussi être présents mais leurs proportions sont relativement négligeables : ce sont l'acide palmitoleique, l'acide stéarique, l'acide linoléique et l'acide arachidique. Divers constituants non triglycéridiques en faible quantité s'ajoutent à ces acides gras : ce sont surtout des phosphatides, de l'eau, des acides libres, des stérols et des pigments. Il est à noter que la présence de phosphatides en proportion élevée ainsi que d'eau dans l'huile augmenterait d'avantage l'acidité de celle-ci lors du stockage d'où une démulcination s'avère nécessaire en cas de stockage pendant un temps relativement long. Au total, la masse molaire moyenne de l'huile de Jatropha Curcas est d'environ 433g.

II.3.3 – Propriétés de l'huile

Les diverses données bibliographiques encore disponibles sur l'huile de Jatropha démontrent que les propriétés de l'huile peuvent varier en fonction de son origine, de son mode d'extraction ou encore de sa condition de stockage.

- Propriétés organoleptiques : de manière générale, l'huile de Jatropha Curcas est liquide à température ambiante, d'aspect huileux et d'odeur caractéristique. Selon le mode d'extraction et de cuisson, la couleur de l'huile varie du jaune au marron foncé. La couleur marron provient de la dégradation partielle de l'huile par la température.
- Propriétés physico-chimiques : dans son mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur en Génie-chimique intitulé « Projet de fabrication artisanale de savon à partir de l'huile de Jatropha Curcas, ANDRIAMANANTENA Tovonony Barison a fait état des données suivantes : densité₂₀ = 0,92g/cm³; point d'éclair = 340°C; viscosité cinématique = 75,3.10⁻⁶ m²/s; indice de cétane = 23/51; pouvoir calorifique = 39,628MJ/kg; indice de saponification = 185 à 210; indice d'acide = 3 à 38; indice d'iode = 95 à 110.

Quant à ADAM.J dans « Les plantes à matières grasses » publié en 1953, il fait état des valeurs suivantes :

Tableau 4 : Propriétés physico-chimiques de l'huile de *Jatropha curcas* selon les résultats d'ADAM

CARACTERISTIQUES/ORIGINE	PORTUGAISE	COLONIES FRANCAISES
Densité à 15°C	0,9205	0,9168
Indice de réfraction à 15°C	1,4728	1,472 à 1,473
Viscosité à 35°C	0,375 (0,0677 à 100°C)	-
Point de solidification	-13°C	-13°C à -15°C
Pouvoir calorifique (kcal/kg)	9169	9240 à 9480
Point feu	247°C	-
Point éclair	395°C	-
Acidité en acide oléique	4,2	0,4 à 0,6
Indice de saponification	190	176 à 180
Indice d'iode	98	97 à 98
Indice d'acétyle	9,6	4 à 8

Source : [10]

A l'issue des valeurs mentionnées ici, il en découle clairement que l'huile de *Jatropha* est une huile non siccative ($d \leq 0,92$) et que la densité est un facteur non variable.

II.3.4 – Utilisation de l'huile en tant que biocarburant

L'étude physico-chimique de l'huile de *Jatropha Curcas* semble révéler une potentialité biocarburant de cette huile. Les tableaux 5 et 6 ci-après résument certains cas d'études allant dans ce sens :

Tableau 5 : Caractéristiques de l'huile de *Jatropha Curcas* en comparaison avec le diesel standard selon la société « Sai Petrochemicals » en inde.

SPECIFICATION	HUILE DE JATROPHA CURCAS	DIESEL STANDARD
Poids spécifique (kg/dm ³)	0,91 à 0,92	0,82 à 0,84
Point d'inflammabilité	110 à 240	50
Résidu de carbone	0,64	< 0,15
Indice de cétane	51	> 50
Point de distillation (°C)	295	350
Viscosité cinématique à 40°C (mm ² /s)	50,73	> 2,7 (3,5 à 5)
Soufre (%)	0,13 à 0,16	< 1,2
Pouvoir calorifique inférieur (MJ/kg)	39,6 à 41,8	42,51 à 45
Point de congélation (°C)	-8	-10
Teneur en iode	90,8 à 112,5	-
Indice d'acidité	1 à 38,2	-
Point de solidification	-2	-0,14

Source : [18]

**Tableau 6 : Comparaison des propriétés physico-chimiques du gasoil et de certains esters
d'huile végétale dont Jatropha Curcas.**

CARBURANTS	T° DE FUSION (°C)	DENSITE	VISCOSITE (cSt)	INDICE DE CETANE
<i>Gasoil</i>	<i>-12</i>	<i>0,83</i>	<i>4,2</i>	<i>48/52</i>
Huile de tournesol	-15	0,94	55 à 61	30/33
Huile de lin	-24	0,93	45 à 50	–
Huile de colza	< 2	0,91	77	32/36
Huile de son de riz	-5 à - 10	0,91	–	–
Huile végétal pure de colza	-	0,9 à 0,93	38 à 40°C	38
Huile de maïs	-18 à - 10	0,90	60 à 64	53
Huile d'olive	0	0,91	80 à 95	–
Huile de ricin	-10	0,96	625 à 1041	–
Huile de sésame	-4 à - 16	0,91	72	–
Huile de soja	-15	0,91	57 à 76	36/39
Huile de palme	37 à 40	0,92	95 à 106	38/40
Huile d'arachide	2 à 13	0,94	84	39/41
Huile de palmiste	26 à 28	0,92	–	–
Huile de coco	21 à 25	0,92	30 à 37	40/42
<i>Huile de Jatropha Curcas</i>	<i>–</i>	<i>0,91 à 20°</i>	<i>70,8</i>	<i>41</i>
<i>EM de Jatropha Curcas</i>	<i>–</i>	<i>0,88</i>	<i>12</i>	<i>52</i>
<i>EE de Jatropha Curcas</i>	<i>–</i>	<i>0,88</i>	<i>12,2</i>	<i>52</i>

EM : Esters méthyliques et **EE** : Esters éthyliques

Les résultats résumés dans les tableaux 5 et 6 sont encourageants en ce qui concerne le potentiel biocarburant de l'huile de Jatropha. En effet, presque toutes les propriétés concernées par les spécifications sont dotées de valeurs acceptables bien que ces valeurs se trouvent parfois éloignées de celles du gasoil standard qui fait office d'idéal. Les seules valeurs flagrantes qu'on peut lire ici sont celles de la densité, de la viscosité et de l'indice de cétane, cette dernière ne présentant une anomalie que dans le cas de l'échantillon utilisée pour l'étude comparative du tableau numéro 6. En effet, que ce soit dans le tableau numéro 5 ou numéro 6, l'huile de Jatropha présente une viscosité anormalement très élevée (50,73 cSt₄₀ pour le premier et 70,8 cSt pour le second alors que les spécifications font état d'un maximum de 40). Dans le cas du tableau numéro 6, on fait état d'un indice de cétane très bas. Enfin, la densité de l'huile de Jatropha se trouve anormalement un peu élevée que celle du gasoil conventionnel et bien que ce facteur ne soit pas déterminant, le fait qu'il conditionne le pouvoir calorifique au litre nécessite sa prise en compte.

Cependant, les résultats du tableau numéro 6 semblent apporter les solutions du problème car il apparaît clairement que l'obtention d'esters méthyliques ou éthyliques corrige les anomalies (la viscosité est réduite jusqu'aux limites imposées qui se situent autour de 12 cSt, la densité est aussi réduite à des valeurs très acceptables et l'indice de cétane a été améliorée jusqu'aux valeurs imposées).

De cette étude, ressort l'importance de la mise en œuvre de la trans-estérification afin de faire de l'huile de Jatropha une huile dont les normes d'utilisation comme carburant sont compatibles ou presque avec les spécifications mondialement imposées.

II.4 – Détermination de la teneur en eau et en huile de la graine

Toutes les opérations ont été effectuées au laboratoire de chimie structurale (LCS) du département chimie physique, au CNRE (Chromatographie), au laboratoire de génie chimique de l'ESPA (teneur en eau) et au laboratoire de pharmacodynamie du département pharmacologie et physiologie (toxicité).

Les graines ont été collectées dans deux localités différentes de la Grande-Comore. Ainsi, nous différencierons les deux types d'échantillon par les dénominations :

- **E₁** : Echantillon des graines collectées dans la localité de Mitsamiouli, au nord de l'île de la Grande-Comore en date du 16 décembre 2008.
- **E₂** : Echantillon des graines collectées à Mkazi, dans la localité de Bambao, au centre de la Grande-Comore en date du 21 janvier 2009.

Les graines qui nous sont parvenues ont été séchées à l'air libre avant leur stockage.

II.4.1 – Teneur en eau

- Principe :

Le principe consiste à éliminer le maximum d'eau possible contenue dans l'échantillon puis à évaluer sa teneur en comparant le poids de l'échantillon séché avec celui de l'échantillon initial. Pour cela, la masse M_1 d'un récipient préalablement séché à l'étuve puis dans un dessiccateur est soigneusement notée. Par la suite, une certaine quantité d'échantillon y est introduite et la nouvelle masse M_2 de l'ensemble est notée. Après un séjour donné de cet ensemble à l'autoclave, et cela jusqu'à ce que le maximum d'eau soit éliminée, la nouvelle masse M_3 de l'ensemble est notée.

La teneur en eau et en matières volatiles est alors donnée par la relation :

$$H_2O(\%) = (M_2 - M_3) * \frac{100}{M_2 - M_1} \quad (17)$$

- Résultats :

M₁ (g)	17,34
M₂ (g)	22,43
M₃ (g)	22,188
H₂O (%)	4,75

Tableau 7 : Résultats de la teneur en eau de l'échantillon

- Discussion :

Notre échantillon contient encore une certaine quantité d'eau mais sa teneur est largement faible pour entraver les travaux entrepris. D'ailleurs, si on compare la teneur en eau de notre échantillon avec celle retrouvée dans les échantillons d'autres auteurs (UBALDINI cité précédemment), on en convient que notre échantillon contient moins d'eau, phénomène probablement dû à sa provenance tropicale et à un bon séchage.

II.4.2 – Teneur en huile

- Principe :

Les graines sont dépulpées et l'amande est soumise à un broyage puis à une extraction au solvant de l'huile. A la fin de l'opération, la masse de l'huile obtenue est évaluée par rapport à celle des amandes. Les étapes du traitement des graines sont :

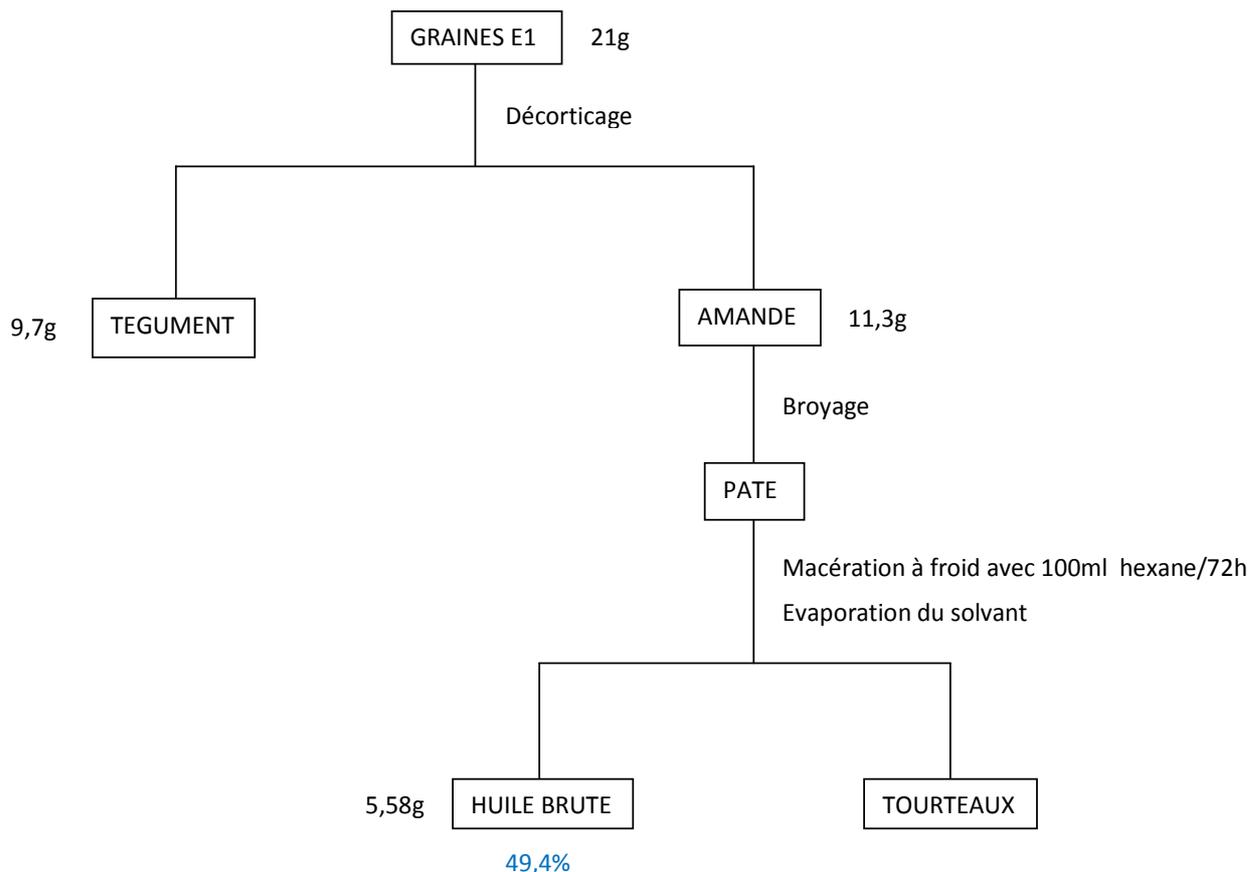


Fig.6. Extraction à froid de l'huile pour l'échantillon E1

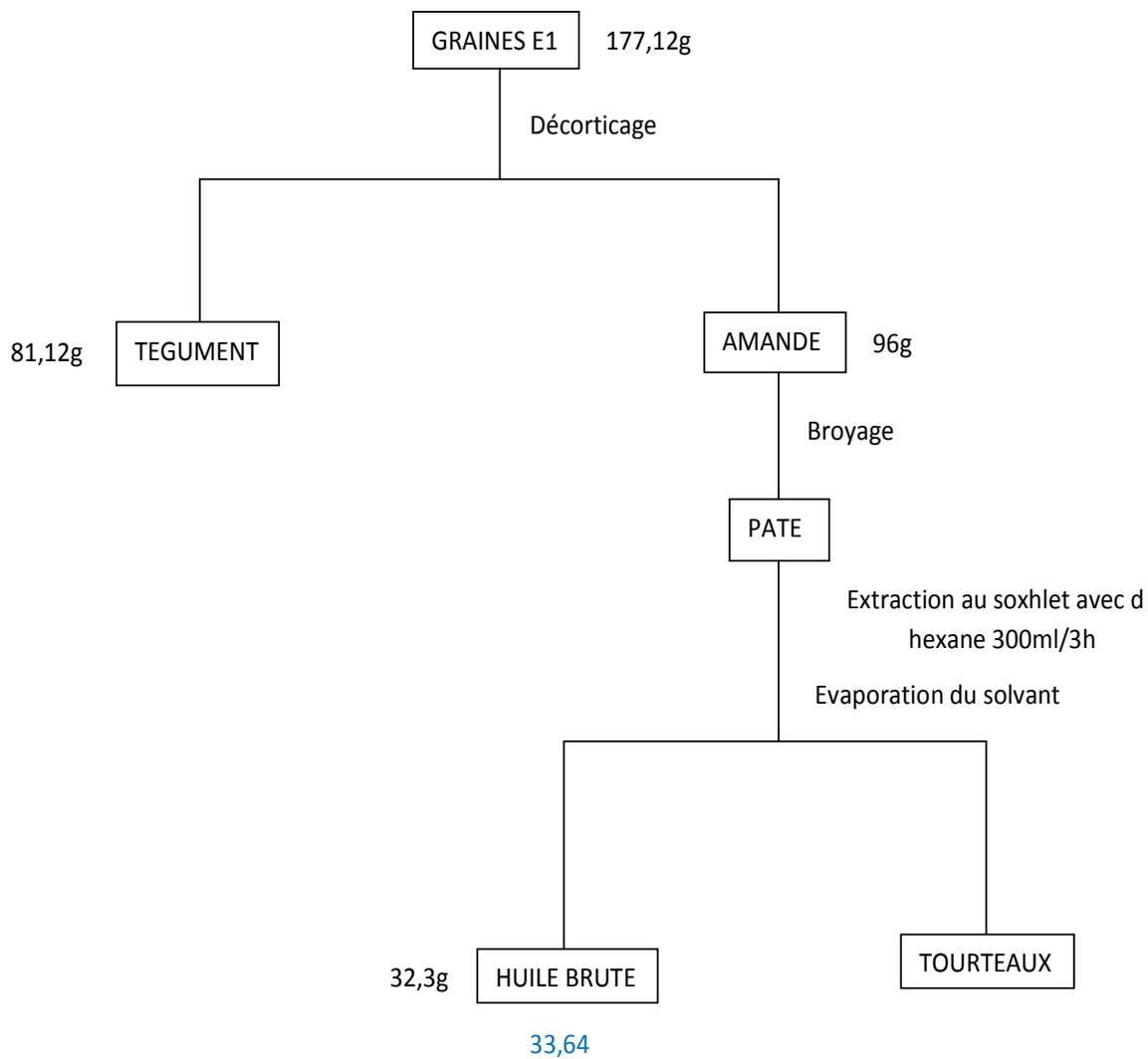


Fig.7. Extraction au soxhlet de l'huile pour l'échantillon E1

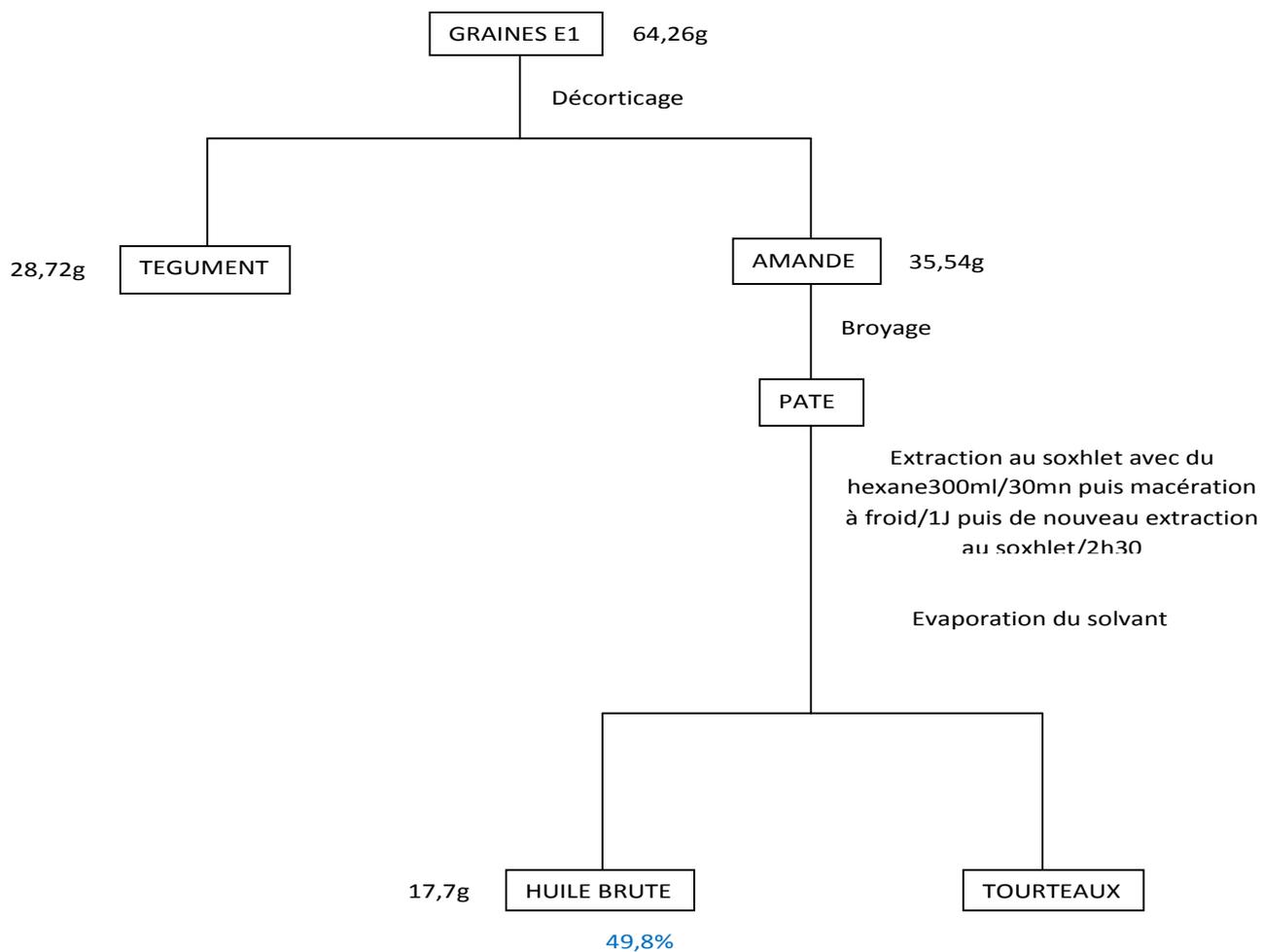


Fig.8. Extraction successive de l'huile pour l'échantillon E1

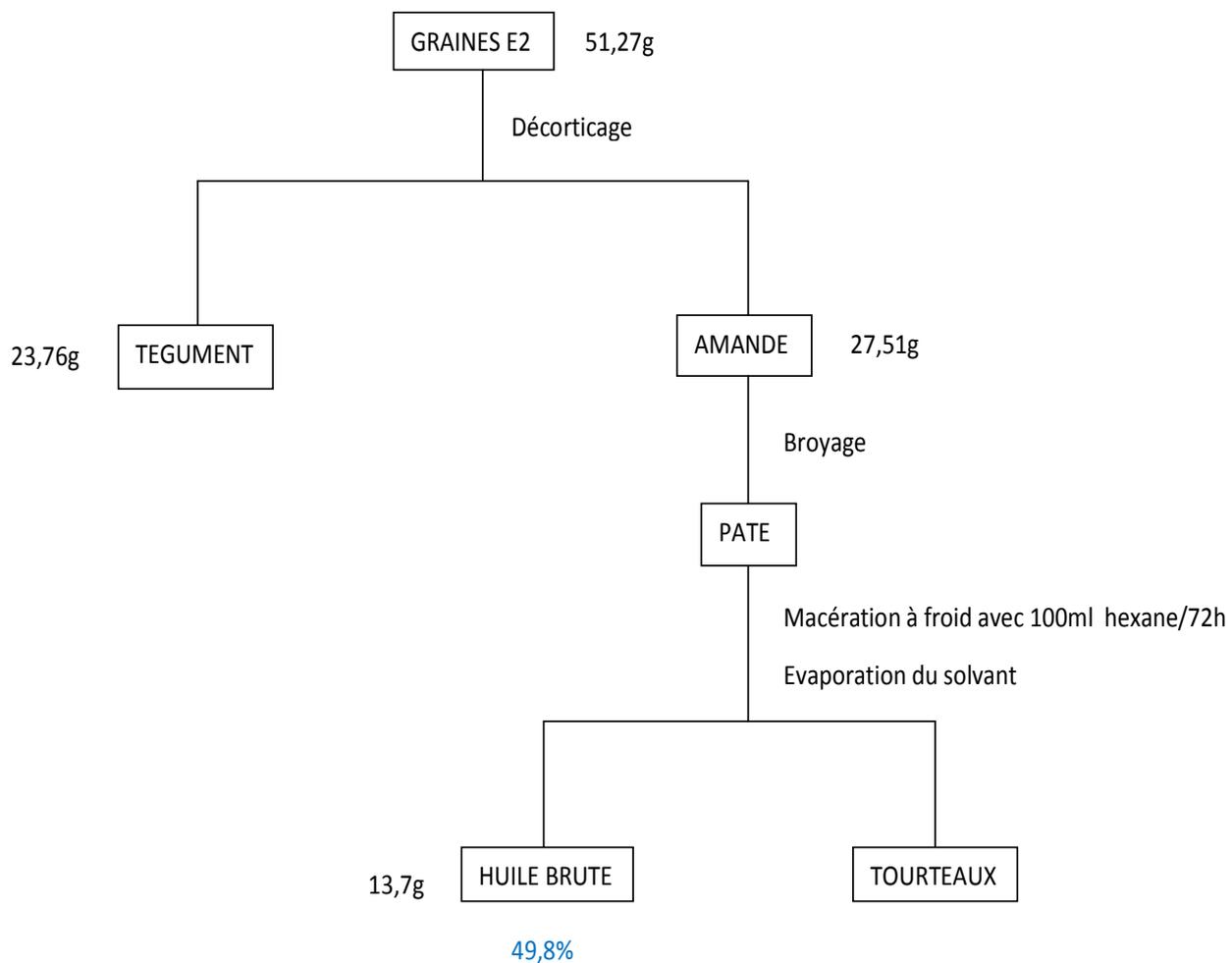


Fig.9. Extraction à froid de l'huile pour l'échantillon E2

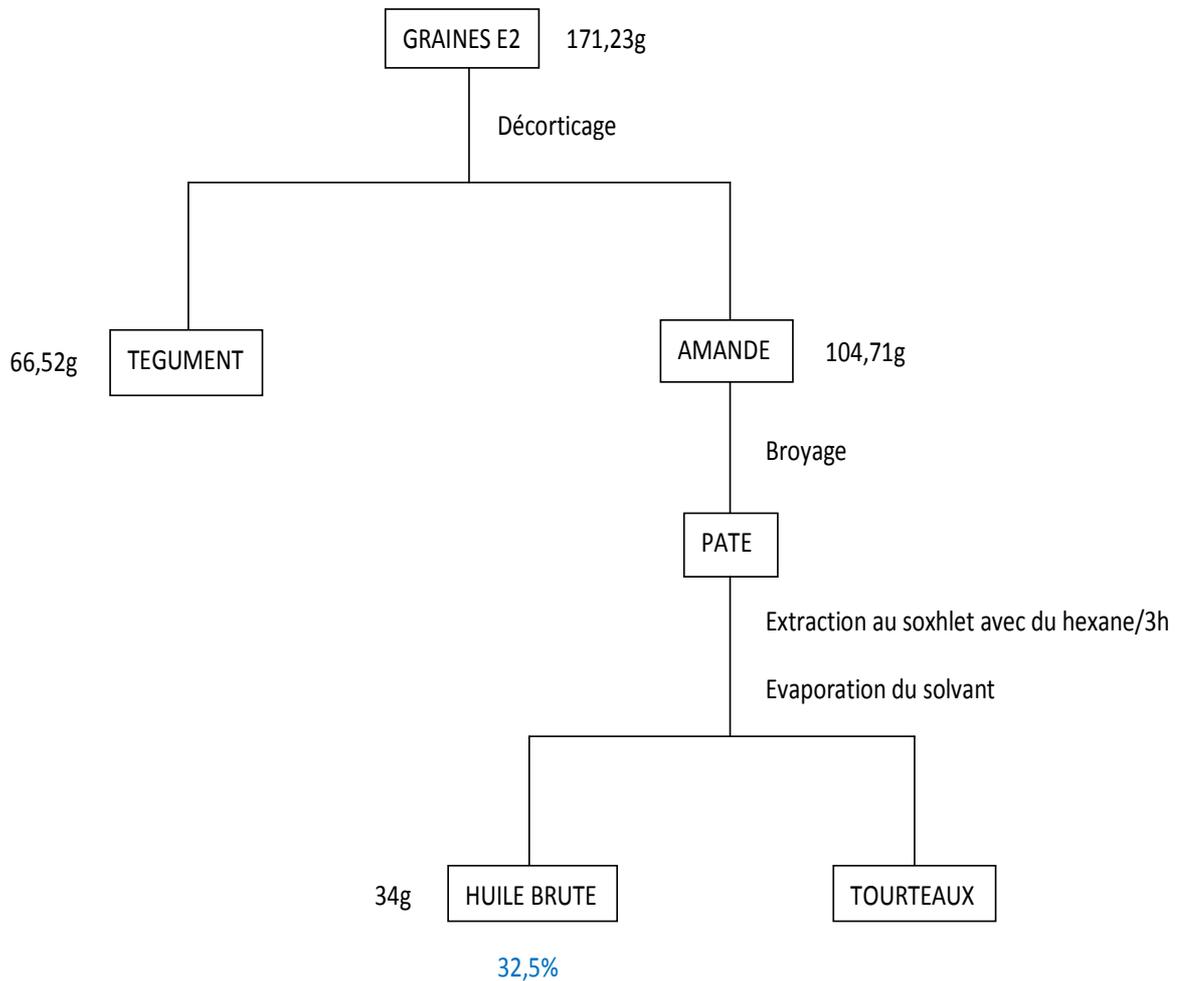


Fig.10. Extraction au soxhlet de l'huile pour l'échantillon E2

La teneur en huile de l'échantillon est donnée par la relation :

$$t(\%) = m * \frac{100}{M} \quad (18)$$

t(%) : Teneur en huile

m : Masse d'huile obtenue

M : Masse d'amande pesée

- Résultats :

Pour la méthode de l'extraction à froid, les résultats obtenus sont confinés dans le tableau 8 ci-après :

TYPE D'ECHANTILLON	E ₁	E ₂
MASSE DE LA PRISE D'ESSAI <i>M</i> (en g)	11,3	27,51
MASSE DE L'HUILE EXTRAITE <i>m</i> (en g)	5,58	13,65
TENEUR EN HUILE DE L'ECHANTILLON (%)	49,4	49,8
RENDEMENT PAR RAPPORT AUX GRAINES	26,57	26,72

Tableau 8 : Résultats de l'extraction de l'huile à l'hexane par la méthode de l'extraction à froid.

Pour la méthode d'extraction à chaud au soxhlet, les résultats obtenus sont confinés dans le tableau 9 ci-après.

TYPE D'ECHANTILLON	E ₁ (extraction successive)	E ₁	E ₂
MASSE DE LA PRISE D'ESSAI <i>M</i> (en g)	35,54	96	104,71
MASSE DE L'HUILE EXTRAITE <i>m</i> (en g)	17,7	32,3	34
TENEUR EN HUILE DE L'ECHANTILLON (%)	49,8	33,64	32,5
RENDEMENT PAR RAPPORT AUX GRAINES	27,54	18,23	19,86

Tableau 9 : Résultats de l'extraction de l'huile à l'hexane par la méthode de l'extraction à chaud (soxhlet).

- Discussion :

D'après nos résultats, la teneur en huile de notre échantillon se situe autour de 49-50% pour une macération à froid et autour de 32-33% pour une extraction au soxhlet avec le solvant hexane. Il en découle aussi que cette teneur est la même quelque soit le lieu de ramassage (aux Comores). La valeur de 49,8% obtenue lors de l'extraction au soxhlet de l'échantillon E_1 et présentée dans le tableau 9 est le résultat d'une extraction successive. Il est cependant à noter que malgré un rendement élevé obtenu avec l'extraction à froid, l'extraction à chaud à l'aide d'un soxhlet s'impose comme meilleure méthode car permet de gagner beaucoup de temps (3h contre 72h pour l'extraction à froid).

II.5 – Screening phytochimique

Les différents tests cités dans le tableau numéro 1 ont été effectués sur l’amande, le tégument et l’huile. Les résultats du screening sont résumés dans le tableau 10 ci-après :

FAMILLES CHIMIQUES	COMPOSES TESTES	PARTIE DE LA PLANTE TESTEE								
		AMANDE	TEGUMENT	HUILE						
ALCALOÏDES	Alcaloïdes	+++	-	+++						
STEROÏDES ET TERPENOÏDES	Stéroïdes	-	-	-						
	Stérols insaturés	+++	+++	+++						
	Triterpénoïdes	++	++	+++						
	Stéroïdes lactoniques	-	-	-						
	Glycosides	+++	+++	+++						
FLAVONOÏDES	Flavones	NON EFFECTUE		-						
	Flavonols			-						
	Leucoanthocyanes			-						
	Anthocyanes			-						
TANINS ET POLYPHENOLS	Tanins			NON EFFECTUE		-				
	Polyphénols					-				
POLYSACCHARIDES	Polysaccharides à sucres réducteurs					NON EFFECTUE		-		
	Polysaccharides							-		
SAPONINES	Saponines							NON EFFECTUE		+++
HETEROSIDES	Hétérosides									+++

Tableau 10 : Résultats des tests phytochimiques

- Discussion :

L'huile de *Jatropha curcas* s'avère très riche en alcaloïde, ce qui peut expliquer la haute toxicité connue pour cette huile. La famille des stéroïdes et terpénoïdes, une famille d'hydrocarbure représentée par des stérols insaturés, des triterpénoïdes et des glycosides y est fortement représentée. On note également la présence abondante de saponines et d'hétérosides. Cependant, les familles des flavonoïdes, tanins et polysaccharides brillent par leur absence.

Les tests effectués sur l'amande ne sont pas complets mais révèlent la même composition chimique que pour l'huile en ce qui concerne les familles testées. Pour le tégument par contre, nous pouvons noter l'absence d'alcaloïdes.

II.6 – Etude physico-chimique de l'huile

II.6.1 – Détermination des caractéristiques organoleptiques

L'huile obtenue d'après les deux méthodes (à froid et à chaud) est d'une jaune claire. On a noté cependant que la méthode à chaud donne une huile plus jaune et plus claire que la méthode à froid. Elle est d'une odeur caractéristique qui rappelle celle de l'huile d'arachide dont elle a aussi la saveur.

II.6.2 – Détermination des caractéristiques physiques

II.6.2.1 – Détermination de la densité

- Résultats :

Après les mesures entreprises, les résultats sont les suivants :

Pycnomètre vide + bouchon : 34,16g

Pycnomètre rempli d'eau distillée + bouchon : 63g

Pycnomètre rempli de l'échantillon + bouchon : 60,4g

Or la température du laboratoire au moment des mesures était de 23°C

En appliquant les relations **(6)** et **(7)**, nous obtenons :

Une densité à 23°C de : 0,90984

D'où finalement la densité de l'huile est de :

$$d_4^{20} = 0,90773$$

- Discussion :

La densité retrouvée de l'huile est proche des valeurs trouvées par d'autres auteurs. Sa valeur légèrement faible pourrait être due à son extraction par l'hexane qui est un solvant sélectif. Il est cependant à noter que cette valeur compromet l'utilisation de l'huile comme biocarburant puisque cette valeur est largement supérieure à celle préconisée par les spécifications.

II.6.2.2 – Détermination de la masse volumique

Un volume $v = 5,5\text{ml}$ d'huile de jatropha a été pesé dans une éprouvette soigneusement lavée et séchée avec de l'acétone. Sa masse est alors de $m = 4,69\text{g}$. La masse volumique de l'huile est alors de :

$$\rho = m/v = 0,853\text{g/cm}^3$$

II.6.2.3 – Détermination de l'indice de réfraction

- Résultats :

Les mesures ont été effectuées avec 2 modèles de réfractomètres différents, tous du type réfractomètre d'ABBE. Les modèles utilisés sont :

Modèle OPL 1313, Paris

Modèle CARL Zeiss 64281, Germany

Toutes les mesures ont été effectuées à 23°C. Les Résultats obtenus par application de la relation (8) sont résumés dans le tableau 11 ci-après :

TYPE D'ÉCHANTILLON	E ₁	E ₂
MODELE OPL 1313	1,46 ; 1,467→1,4635	1,46 ; 1,469→1,4645
MODELE OPL CARL ZEISS 64281	1,468 ; 1,468→1,468	1,468 ; 1,466→1,467
MOYENNE DES DEUX MESURES	1,4657	1,4657

Tableau 11 : Résultats de l'indice de réfraction de l'huile de *jatropha curcas*

- Discussion :

L'indice de réfraction permet d'avoir une idée sur les insaturations des AG de l'huile. Les résultats obtenus de ce facteur combinés à ceux de la teneur en huile permettent d'en déduire que les huiles obtenues à partir des graines de deux localités différentes des Comores sont de même nature, ce qui nous a permis de poursuivre nos travaux en considérant nos échantillons comme un échantillon unique. Cette valeur retrouvée est proche de celle de la presque totalité des auteurs et nous révèle par ailleurs que notre huile n'est pas siccatrice.

II.6.2.4 – Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité en %H₂SO₄ (p/p)

a) Dosage volumétrique

On a dosé 10ml d'une solution contenant mg d'échantillon par de la potasse alcoolique de titre 0,1N en présence de phénolphthaléine. Le volume de potasse a été soigneusement noté. Par la suite 10ml de solution témoin ont été dosés par la même solution titrante. Les calculs ont été effectués en appliquant les relations **(1)** et **(10)**. Les résultats obtenus sont confinés dans le tableau 12 ci-après :

TYPE D'ESSAI	<i>m(g)</i>	<i>V_E(ml)</i>	<i>V_T(ml)</i>	<i>IA</i>	%H ₂ SO ₄
ESSAI 1 (réalisé le lendemain de l'extraction)	2	5,25	5,75	1,4	0,1225
ESSAI 2 (réalisé 2 mois après l'extraction)	1,2	3,8	6,6	13,09	1,1433
ESSAI 3 (réalisé 2 mois après l'extraction)	1,06	2,2	4,7	13,23	1,1557

Tableau 12 : Résultats de l'indice d'acide de l'huile de *jatropha curcas* obtenus par méthode volumétrique

b) Titrage pH-métrique

Une autre méthode de dosage consiste à préparer la solution de corps gras comme précédemment puis à doser cette solution directement par de la potasse alcoolique 0,1N. Pour déterminer le point de neutralisation, on a recours à la courbe dérivée $dpH/dV = f(V_{NaOH})$, puisque à ce point dpH/dV passe par un maximum et que l'allure des courbes pH-métrique $pH = f(V_{NaOH})$ est différente de celle de la théorie, c'est-à-dire qu'on n'observe pas bien le saut de pH. Le dosage a été suivi par pH-métrie et les résultats obtenus sont confinés dans le tableau 13 ci-après :

V_{KOH}	0	0,5	1	1,5	2	2,5	2,6	2,7	2,8	2,9	3	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5
pH	5	5,5	5,7	6	6,3	6,7	6,8	6,8	7,1	7,2	7,3	7,7	8,3	9,4	9,45	9,45
dpH/dV	-	1	0,4	0,6	0,6	0,8	1	0	3	1	1	4	6	11	5	0

V_{KOH}	3,6	3,7	3,8	3,9	4	4,5	5	5,5	6	6,5	7
pH	9,9	10	10,3	10,3	10,7	10,8	10,9	10,9	10,9	10,9	10,9
dpH/dV	4,5	1	3	0	4	0,2	0,2	0	0	0	0

Tableau 13 : Tableau de variation du pH de l'huile de *jatropha curcas* en fonction du volume de KOH versé

La figure 11 ci-après représente la courbe de variation du pH en fonction du volume de potasse alcoolique versé :

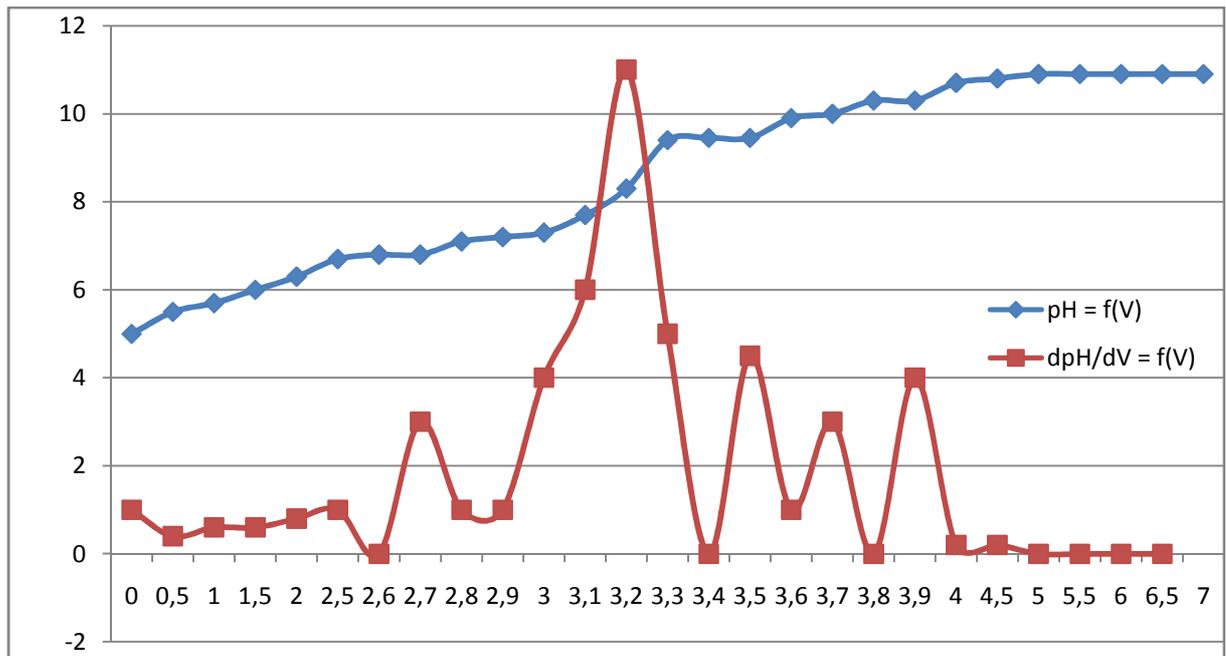


Fig.11. Courbe de neutralisation par méthode pH-métrique des acides libres de l'huile de *jatropha curcas* par la potasse

- Interprétation :

L'interprétation de la courbe de la figure 11 situe l'équivalence à une valeur de pH voisine de 8,3, ce qui correspond à un volume de KOH versé de 3,2ml.

Les résultats sont exprimés dans le tableau 14 ci après :

TYPE D'ESSAI	$m(g)$	$V_{KOH}(ml)$	IA	%H ₂ SO ₄
ESSAI réalisé 2 mois et 1 semaine après l'extraction	1,01	3,2	17,77	1,5524

Tableau 14 : Résultats de l'indice d'acide de l'huile de *jatropha curcas* obtenus par méthode pH-métrique

c) Titrage conductimétrique

A chaque ajout de KOH, on mesure la conductivité de l'échantillon.

V_{KOH}	0	0,5	1	1,5	2	2,5	2,6	2,7	2,8	2,9	3	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5
R (*10 ³)	9	20	8	5	5	5,5	12	12	18	9	6	6	12,5	14	11	5,2
$\sigma(*.10^{-4})$	6,2	2,8	7	11,3	11,3	10,3	4,7	4,7	3,1	6,2	9,4	9,4	4,5	4	5,1	10,9

V_{KOH}	3,6	3,7	3,8	3,9	4	4,5	5	5,5	6	6,5	7
$R (*10^3)$	5,2	10	5,2	4,2	4	3,4	1,7	1,7	0,4	2,6	2
$\sigma (*. 10^{-4})$	10,9	5,6	10,9	13,4	14,1	16,6	33,23	33,23	141,2	21,7	28,2

Tableau 15 : Tableau de variation de la conductivité de l'huile de *jatropha curcas* en fonction du volume de KOH versé

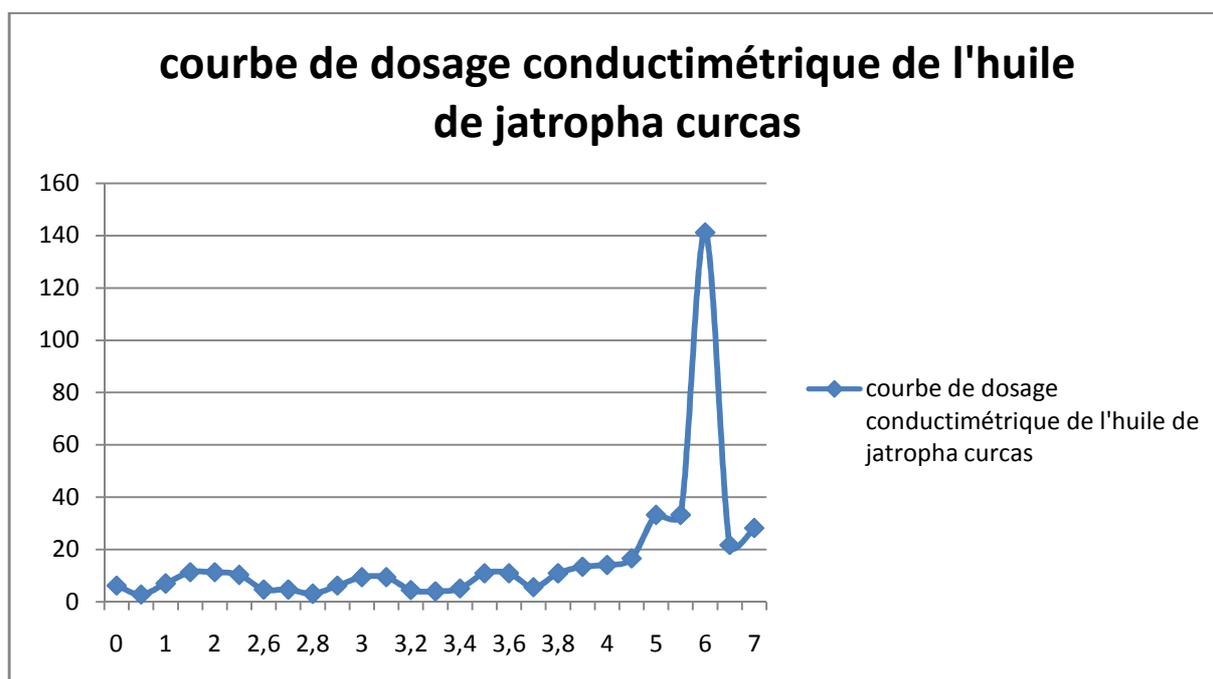


Fig.12. Courbe de neutralisation par méthode conductimétrique des acides libres de l'huile de *jatropha curcas* par la potasse

L'interprétation de la courbe de la figure 12 situe l'équivalence autour d'une valeur de σ voisine de $5,6 \cdot 10^{-4}$, ce qui correspond à un volume de KOH versé de 3,7ml.

Les résultats sont exprimés dans le tableau 16 ci après :

TYPE D'ESSAI	$m(g)$	$V_{KOH}(ml)$	IA	% H_2SO_4
ESSAI réalisé 2 mois et 1 semaine après l'extraction	1,01	3,7	20,55	1,7950

Tableau 16 : Résultats de l'indice d'acide de l'huile de *jatropha curcas* obtenus par méthode conductimétrique

- Discussion :

Les résultats obtenus nous révèlent un indice d'acide très faible pour l'huile de *Jatropha curcas*. Ce facteur augmente cependant au fil du temps d'où la nécessité de neutraliser ces acides libres en cas de stockage prolongé de cette huile. Cette augmentation de l'indice d'acide pourrait en effet être due à la présence d'une forte teneur en phosphatides dans notre échantillon.

La méthode pH-métrique donne par ailleurs les mêmes résultats que la méthode volumétrique. La valeur un peu plus élevée (17,77) obtenue par cette méthode n'est dû qu'au fait que la mesure a été faite bien après les mesures volumétriques, ce qui prouve encore une fois que le facteur indice d'acide augmente le long du stockage.

Avec la méthode conductimétrique, le résultat est sensiblement le même. L'utilisation d'un calibre à sensibilité très grande (de l'ordre de 10^{-4}) peut avoir été à l'origine de la légère différence constatée.

Dans tous les cas, nous pouvons conclure que le volume de KOH nécessaire pour neutraliser les acides libres contenus dans notre échantillon est d'environ 0,5 ml au moment de l'extraction, ce qui correspond à un indice d'acide de 1,4. Deux mois après l'extraction, ce volume se situe aux environs de 2,5-2,8ml, soit un indice d'acide d'environ 13,09-13,23. Deux mois et une semaine après l'extraction, ce volume s'élève à environ 3,2-3,7ml, ce qui correspond à un indice d'acide d'environ 17,77-20,55.

II.6.2.5 – Détermination de l'indice de saponification

- Résultats :

On a dosé 10ml d'une solution contenant mg d'échantillon par de la potasse alcoolique à chaud de titre 0,5N en présence de phénolphthaléine. Le volume de potasse a été soigneusement noté. Par la suite 10ml de solution témoin ont été dosés par la même solution titrante, toujours à chaud. Les calculs ont été effectués en appliquant la relation **(11)**. Les résultats obtenus sont confinés dans le tableau 17 ci-après :

TYPE D'ESSAI	m (g)	V_E (ml)	V_T (ml)	IS
ESSAI 1	2	5,65	19	187,26
ESSAI 2	1,6	6,7	16,1	164,82
ESSAI 3	1,3	7,2	16,1	192,07
MOYENNE DES DEUX ESSAIS	1,6	6,52	17	181

Tableau 17 : Résultats de l'indice de saponification de l'huile de *jatropha curcas*

II.6.2.6 – Détermination de l'indice d'iode

- Résultats :

Un mélange contenant mg d'échantillon dissouts dans 10ml de chloroforme et ajouté à 25ml de réactif de Hübl, puis placé à l'obscurité durant plus de 12h, a été dosé en présence d'empois d'amidon par du thiosulfate de sodium 0,1N après ajout de 20ml de KI à 30% et 100ml d'eau distillée. Le volume de $Na_2S_2O_3$ versé est alors noté.

La même opération a été effectuée avec une solution témoin de réactif de Hübl et de chloroforme. Le volume de $Na_2S_2O_3$ versé est aussi noté. Les calculs sont effectués suivant la relation (12). Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 18 ci-après :

TYPE D'ESSAI	m (g)	V_E (ml)	V_T (ml)	Ii
ESSAI 1	0,18	32,7	46,3	95,88
ESSAI 2	0,19	30,4	46,3	106,19
MOYENNE DES DEUX ESSAIS	0,185	31,55	46,3	101,035

Tableau 18 : Résultats de l'indice d'iode de l'huile de *jatropha curcas*

II.6.2.7 – Détermination de l'indice de cétane

- Résultats :

L'indice de cétane est calculé à partir de la relation empirique (13). Les résultats sont confinés dans le tableau 19 ci-après :

INDICE D'IODE	101,035
INDICE DE SAPONIFICATION	181
INDICE DE CETANE	53,72

Tableau 19 : Résultats de l'indice de cétane de l'huile de *jatropha curcas*

- Discussion :

L'indice de cétane trouvé se situe déjà dans le domaine préconisé par la spécification concernant l'utilisation d'un biocarburant. Cette valeur est proche de celle retrouvée par « Sai Petrochemicals » (tableau 5).

II.6.2.2 – Détermination du pouvoir calorifique

- Résultats :

Le pouvoir calorifique est calculé à partir de la relation (15). Les résultats sont confinés dans le tableau 20 ci-après :

INDICE D'IODE	101,035
INDICE DE SAPONIFICATION	181
POUVOIR CALORIFIQUE (kcal/kg)	9621,85

Tableau 20 : Résultats du pouvoir calorifique de l'huile de *jatropha curcas*

- Discussion :

La valeur trouvée (équivalent à 40 MJ/kg) est proche de celle de tous les auteurs cités et proche aussi aux valeurs préconisées par les spécifications sur l'utilisation d'un biocarburant.

II.7 – Analyse chromatographique de l'huile

II.7.1 – Préparation des EM

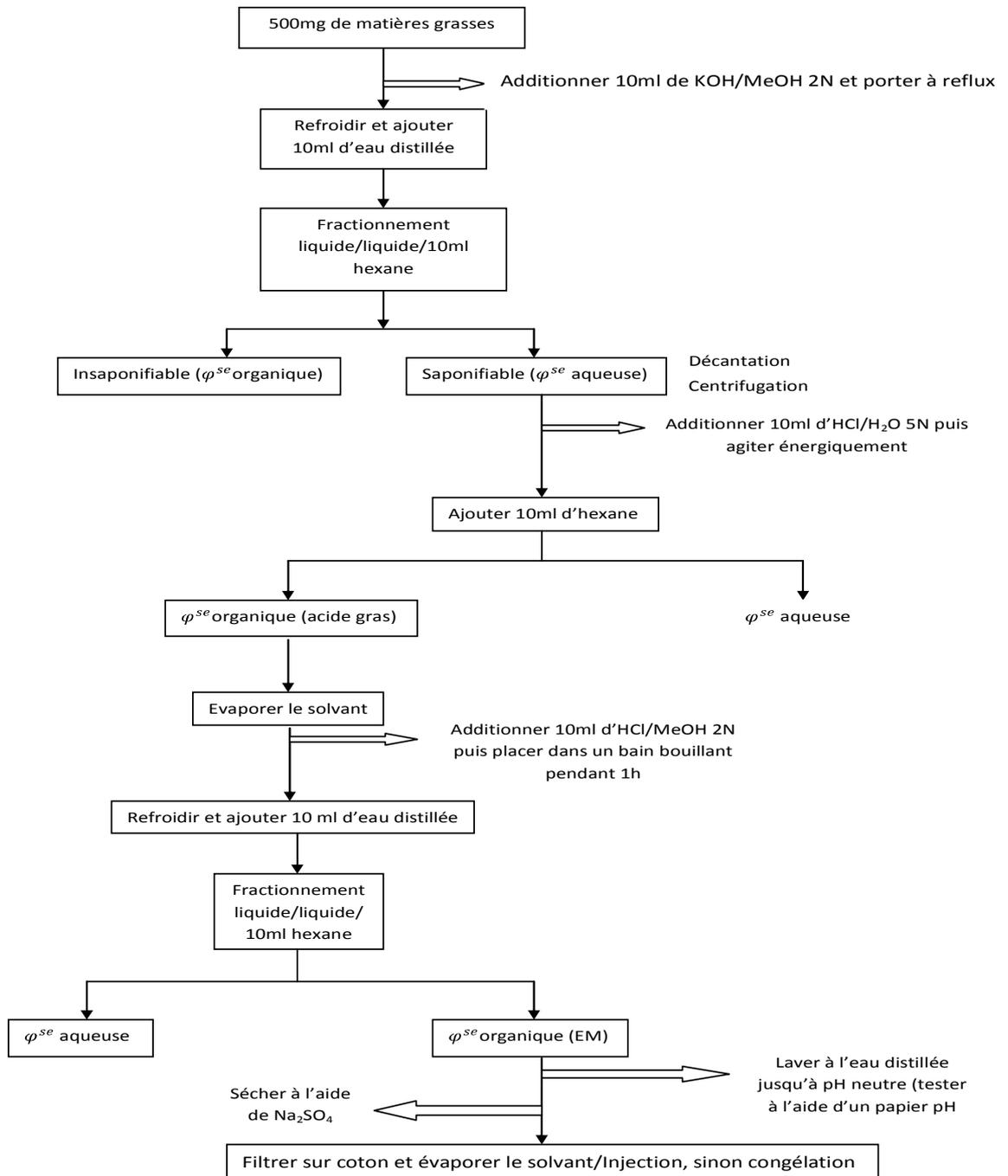


Fig.13. Protocole de préparation des EM d'acides gras

II.7.2 – Profil chromatographique et résultats de l'analyse

- Protocole :

L'analyse a été menée selon les conditions opératoires ci-après :

- ❖ GAS CHROMATOGRAPH SHIMADZU GC-17A (Ver.3)
- ❖ Colonne capillaire, en silice fondue BONDED PHASE BP20 (polar) (30m X 0.32mm X 0.25µm)
- ❖ Température du four : Isotherme à 220°C
- ❖ Température du détecteur (FID) : 260°C
- ❖ Température de l'injecteur : 260°C
- ❖ Gaz vecteur : hydrogène
- ❖ Volume injecté : 0.1µl

Le chromatogramme obtenu est alors représenté par la figure 14. Une deuxième injection a été réalisée après avoir dilué 4 fois l'échantillon et le chromatogramme obtenu est représenté dans la figure 15.

- Résultats

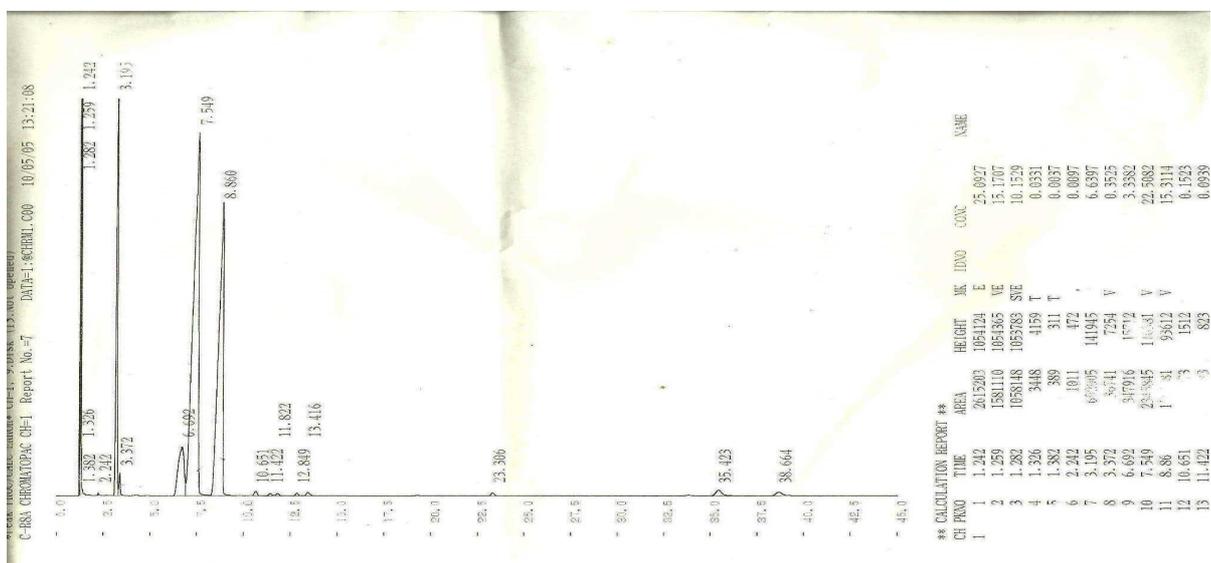


Fig.14. Profil Chromatographique de l'huile de *jatropha curcas* sur colonne BONDED PHASE BP20 (polar)

- Interprétation :

La formule des longueurs de chaînes équivalentes ou LCE a été appliquée pour l'identification des acides gras.

$$LCE = n - 2 \frac{\log \left[\frac{t'r}{t'n} \right]}{\log \left[\frac{t'_{n-2}}{t'n} \right]}$$

Où

n : Nombres d'atomes de carbone de l'acide gras saturé pris comme référence ($n=18$).

$t'r$: Temps de rétention, corrigé du temps mort, de l'acide gras à déterminer.

$t'n$: Temps de rétention, corrigé du temps mort, de l'acide gras saturé à n atomes de carbone ($t_n = 6,606$ soit $t'n = 5,364$ pour le spectre de la figure 14 et $t'n = 5,347$ pour le spectre de la figure 15).

t'_{n-2} : Temps de rétention, corrigé du temps mort, de l'acide gras saturé à $n-2$ atomes de carbone ($t_{n-2} = 3,166$ soit $t'_{n-2} = 1,924$ pour le spectre de la figure 14 et $t'_{n-2} = 1,907$ pour le spectre de la figure 15).

En appliquant la LCE aux données du chromatogramme de la figure 14 et en comparant les LCE trouvées avec celles des tableaux 21, 22, 23 et 24 ci-après, on obtient les résultats du tableau 25 :

N°	LCE (ESSA)	LCE (Lyon)	NOMENCLATURE
1	14,00	14,00	Acide myristique
2	16,00	16,00	Acide palmitique
3	16,30	16,26	Acide palmitoléique
4	18,00	18,00	Acide stéarique
5	18,23	18,17	Acide oléique
6	18,69	18,60	Acide linoléique
7	19,31	19,30	Acide linoléique
8	20,00	20,00	Acide arachidique

Tableau 21 : Tableau récapitulatif des LCE de quelques AG usuels selon des données en provenance de l'ESSA et de Lyon

COMPONENT NAME	RETENTION TIME	LCE EXPERIENCE	FORMULE
Acide palmitique	4,167	16,00	C16 : 00
Acide palmitoleique	4,433	16,34	C16 : 1 ω 7
Acide heptadécanoïque	5,06	17,02	C17 : 00
Acide stéarique	6,253	18,00	C18 : 00
Acide oléique	6,613	18,24	C18 : 1 ω 9
	7,133	18,56	
Acide linoléique	7,413	18,72	C18 : 2 ω 6
Acide nonadécanoïque	8,013	19,04	C19 : 00
Acide linoléique	8,707	19,37	C18 : 3 ω 3
Acide arachidique	10,184	19,97	C20 : 00
Acide éicosénoïque	10,767	20,18	C20 : 1 ω 9

Tableau 22 : Tableau récapitulatif des LCE expérimentales de quelques AG usuels selon des données en provenance de l'IMRA

N°	LCE	ATTRIBUTION	NOMENCLATURE
1	14,00	C14 : 00	Acide myristique
2	16,00	C16 : 00	Acide palmitique
3	16,26	C16 : 1	Acide palmitoleique
4	17,03	C17 : 0	Acide margarique
5	18,00	C18 : 00	Acide stéarique
6	18,17	C18 : 1 ω 9	Acide oléique
7	18,23	C18 : 1 ω 7	Acide vaccénique
8	18,60	C18 : 2	Acide linoléique
9	19,30	C18 : 3	Acide linoléique
10	20,00	C20 : 00	Acide arachidique
11	20,18	C20 : 1	Acide gadoléique
12	21,81	C22 : 00	Acide béhénique
13	22,17	C22 : 1	Acide docosénoïque
14	24,27	C24 : 00	Acide lignocérique

Tableau 23 : Tableau récapitulatif des LCE expérimentales de quelques AG usuels d'après RATALATA RALAIVAO [26]

N°	T _R (mn)	LCE	ATTRIBUTION	NOMENCLATURE
1	3,9	16,00	C16 : 00	Acide palmitique
2	4,31	16,30	C16 : 1	Acide palmitoleique
3	7,52	18,00	C18 : 00	Acide stéarique
4	8,1	18,23	C18 : 1	Acide oléique
5	9,43	18,69	C18 : 2	Acide linoléique
6	11,57	19,31	C18 : 3	Acide linoléique
7	14,3	19,96	C20 : 00	Acide arachidique

**Tableau 24 : Tableau récapitulatif des LCE expérimentales de quelques AG usuels
d'après RATALATA RALAIVAO [26]**

Pic N°	tr	t'r	LCE Calculée	LCE proche	Formule	Identification du pic
1	1,242	0	-	-	-	Solvant
2	1,259	0,017	6,7755162	-	-	-
3	1,282	0,04	8,44461421	-	-	-
4	1,326	0,084	9,89186814	-	-	-
5	1,382	0,14	10,8883059	-	-	-
6	2,242	1	14,7234877	14,00	14 : 00	Acide myristique
7	3,195	1,953	16,0291822	16,00	C16 : 0	Acide palmitique
8	3,372	2,13	16,1984107	16,26	C16 : 1 (n-9)	Acide palmitoleique
9	6,692	5,44	18,0310262	18,00	C18 : 00	Acide stéarique
10	7,549	6,307	18,3159067	18,24	C18 : 1 ω 9	Acide oléique
11	8,86	7,618	18,6842927	18,69	C18 : 2 ω 6	Acide linoléique
12	10,651	9,409	19,0961762	19,00	C19 : 00	Acide nonadécanoïque
13	11,422	10,18	19,2498055	19,18	C19 : 1(n-8)	-
14	11,822	10,58	19,324984	19,31	C18 : 3 ω 3	Acide linoléique
15	12,849	11,607	19,5056972	19,45	C18 : 4(n-3)	-
16	13,416	12,174	19,5987314	19,96	C20 : 00	Acide arachidique
17	23,306	22,064	20,7586704	20,78	C20 : 3(n-6)	-
18	35,423	34,181	21,6125104	21,55	C20 : 5(n-3)	-
19	38,664	37,422	21,7892167	21,81	C22 : 00	Acide béhénique

**Tableau 25 : Résultats du calcul de la LCE et de l'identification des AG dans l'huile de
*jatropha curcas***

Pic N°	Temps de rétention (en mn)	Identification	Concentration relative de l'échantillon analysé (en %)	Valeurs limites trouvées au laboratoire (en %)
1	1,259	-	20,25*	
2	1,282	-	13,55*	-
3	1,326	-	0,04	-
4	1,382	-	Trace	-
5	2,242	Acide myristique	0,01	-
6	3,195	Acide palmitique	8,86*	8,96-14,39
7	3,372	Acide palmitoleique	0,47	-
8	6,692	Acide stéarique	4,46*	4,81-7,06
9	7,549	Acide oléique	30,05*	35,22-49,95
10	8,86	Acide linoléique	20,44*	30,14-50,23
11	10,651	Acide nonadécanoïque	0,20	-
12	11,422	C19 :1(n-8)	0,13	-
13	11,822	Acide linoléinique	0,11	-
14	12,849	C18 :4(n-3)	0,11	-
15	13,416	Acide arachidique	0,20	-
16	23,306	C20 :3(n-6)	0,17	-
17	35,423	C20 :5(n-3)	0,55	-
18	38,664	Acide béhénique	0,38	-

Tableau 26 : Résultats des concentrations relatives en AG dans l'huile de *Jatropha curcas*

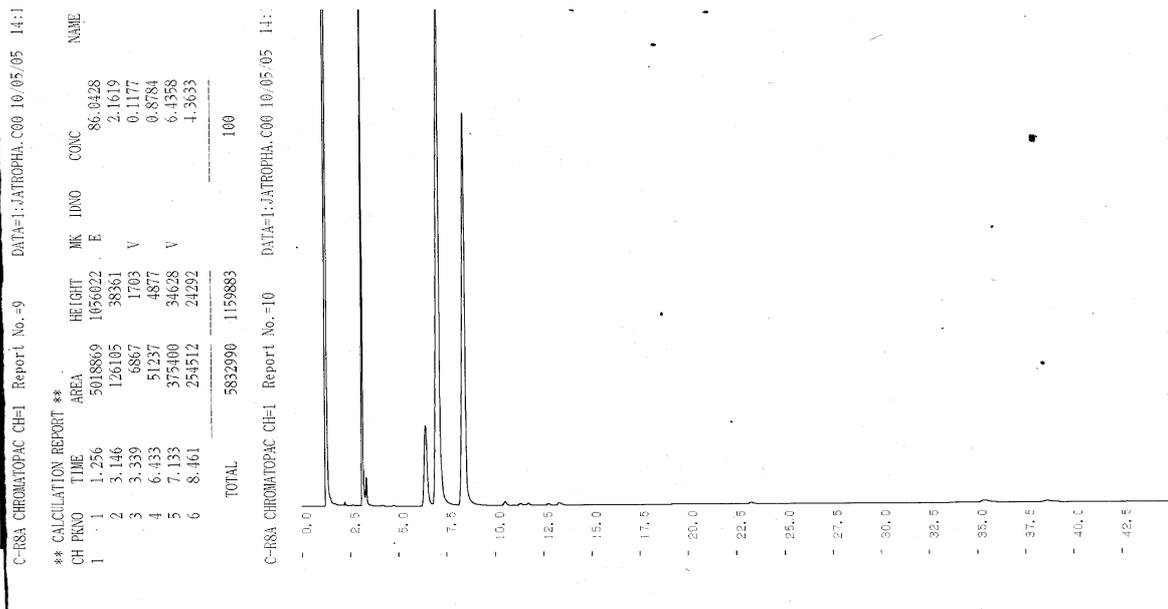


Fig.15. Profil Chromatographique de l'huile de *jatropha curcas* sur colonne BONDED PHASE BP20 (polar) après une dilution C/4

En appliquant de nouveau la LCE aux données du chromatogramme de la figure 15, on obtient les résultats du tableau 27 ci-après :

Pic N°	t_r	t''_r	LCE Calculée	LCE proche	Formule	Identification du pic
1	1,256	0	-	-		Solvant
2	3,146	1,89	15,9795602	16,00	C16 :0	Acide palmitique
3	3,339	2,083	16,1683621	16,18	C16 :1(n-9)	Acide palmitoleique
4	6,433	5,177	17,9361727	18,00	C18 :0	Acide stéarique
5	7,133	5,877	18,1824281	18,16	C18 :1w9	Acide oléique
6	8,461	7,205	18,5780206	18,71	C18 :2w6	Acide linoléique

Tableau 27 : Résultats du calcul de la LCE et de l'identification des AG dans l'huile de *jatropha curcas* après une dilution C/4

Pic N°	Temps de rétention (en mn)	Identification	Concentration relative de l'échantillon analysé (en %)	Valeurs limites trouvées au laboratoire (en %)
1	3,146	Acide palmitique	15,49*	8,96-14,39
2	3,339	Acide palmitoleique	0,84	-
3	6,433	Acide stéarique	6,29*	4,81-7,06
4	7,133	Acide oléique	46,11*	35,22-49,95
5	8,461	Acide linoléique	31,26*	30,14-50,23

Tableau 28 : Résultats des concentrations relatives en AG dans l'huile de *jatropha curcas* après une dilution C/4

- Discussion :

Le profil chromatographique de l'extrait brut d'EM a d'abord été enregistré et les résultats sont résumés dans le tableau 26. Nous constatons alors la présence de 6 constituants majoritaires (Pics 1, 2, 6, 8, 9,10) dont les deux premiers, probablement en C6 et en C8 respectivement n'ont pu être identifiés dans la banque de données disponible.

Le profil chromatographique de l'extrait dilué 4 fois a été ensuite enregistré. La dilution a pour rôle d'éliminer d'éventuels signaux-bruits et d'améliorer ainsi la résolution mais présente en même temps l'inconvénient de ne pas faire apparaître les signaux des constituants à l'état de trace. Nous constatons alors la présence cette fois-ci de quatre constituants majoritaires identifiés comme étant identiques aux 4 constituants majoritaires identifiés dans le chromatogramme de l'extrait brut et avec lesquels ils présentent des temps de rétention très voisins. Les deux pics majoritaires 1 et 2 du premier chromatogramme n'apparaissent plus ici et il s'avère par ailleurs que leurs temps de retentions sont voisins de celui du solvant (hexane) dont ils pourraient être des dédoublements.

En résumé donc, on pourrait dire que la composition de notre échantillon est celle du tableau 28 :

Pic N°	Temps de rétention (en mn)	Identification	Concentration relative de l'échantillon analysé (en %)	Valeurs limites trouvées au laboratoire (en %)
1	3,146	Acide palmitique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$	15,49*	8,96-14,39
2	3,339	Acide palmitoleique	0,84	-
3	6,433	Acide stéarique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	6,29*	4,81-7,06
4	7,133	Acide oléique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	46,11*	35,22-49,95
5	8,461	Acide linoléique $\text{H}_{11}\text{C}_5 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{COOH}$	31,26*	30,14-50,23

A cette composition, s'ajoutent, à l'état de trace, les composés suivants :

- Acide myristique
- Acide nonadécanoïque
- C18 :4(n-3)
- Acide arachidique
- C20 :3(n-6)
- C20 :5(n-3)
- Acide béhénique

II.8 – Etudes toxicologiques de l'huile [27]

Le principe est basé sur la tolérance ou la réponse de l'animal testé vis-à-vis de la substance administrée par voie orale. On a pu évaluer ainsi la toxicité de la solution hydrosoluble de la poudre délipidée ainsi que de l'huile brute mais dans tous les cas, l'étude s'est limitée à l'évaluation de la toxicité aiguë.

II.8.1 – Préparation des extraits bruts

L'étude toxicologique a été menée avec deux extraits bruts :

- Un extrait brut d'une solution hydrosoluble obtenu en dissolvant du tourteau dans de l'eau distillée.
- Un extrait brut d'huile de *Jatropha curcas*

La préparation de la solution hydrosoluble a été menée comme suit :

- Une quantité déterminée de tourteau délipidé est délayée dans un volume de solvant d'extraction (eau distillée) égal à 10 fois son poids (dans notre cas, 30g de poudre délipidée sont délayés dans 300ml d'eau distillée). La suspension est soumise à une agitation magnétique pendant 3h à la température ambiante puis macérée à 4°C pendant une nuit. Après une nouvelle agitation de 30min, le macérât est grossièrement filtré sur du coton afin d'en éliminer le marc.
- Le filtrat ainsi obtenu est centrifugé à 16000 x g pendant 15min au moyen d'une centrifugeuse Drehzahl. Le culot étant écarté, le surnageant est collecté comme étant l'extrait brut.

Le surnageant obtenu est de couleur beige trouble.

L'huile utilisée est l'huile brute obtenue par extraction au soxhlet

II.8.2 – Evaluation de la toxicité aiguë

Les expériences ont été réalisées sur des souris albinos mâles ou femelles de race Swiss élevées à l'animalerie du département pharmacologie et physiologie animale de la Faculté des Sciences. Elles ont un poids qui varie de 24,38 à 36,12g.

II.8.2.1 – Toxicité de la fraction hydrosoluble

Nous avons essayé de vérifier dans cette partie si la toxine hydrosoluble se trouve dans les tourteaux de *jatropha curcas*. Pour ce faire, nous avons testé la fraction hydrosoluble en utilisant l'administration par voie orale. Les observations faites sont les suivantes :

- Immédiatement après gavage, les souris ayant reçu des doses de 50ml/kg se grattent fortement.
- Une hypoactivité est constatée chez l'ensemble des souris ayant reçu des doses de 30ml ou plus 30 min après.
- Au bout de 3h, presque toutes les souris ayant présenté une hypoactivité se remettent et aucun décès n'est constaté durant nos 72h d'observation.

Les résultats de cette expérience sont résumés dans le tableau 29 ci-après :

Lot	Volume gavé en ml/kg de poids de l'animal	Poids moyen des souris en g	Volume final à faire gaver	Nombre de souris		% de décès
				Mortes	Survivantes	
1	10	24,38	0,24	0	5	0
2	30	26,6	0,8	0	5	0
3	50	30,08	1,5	0	5	0
Témoin	50	31,68	1,6	0	5	0

Tableau 29 : Résultats de la toxicité aiguë de la fraction hydrosoluble des tourteaux de *Jatropha curcas*

- Discussion :

Il sort clairement d'après les résultats obtenus que le tourteau délipidé du *Jatropha curcas* n'est pas toxique ou ne l'est pas suffisamment pour être mortel aux doses testées (jusqu'à 50ml/kg d'extrait hydrosoluble). Les signes de toxicité constatés chez certaines souris (hypoactivité) pourraient même être dus à l'huile résiduelle.

II.8.2.2 – Toxicité de l'huile

Dans cette partie, nous avons testé l'huile brute par administration par voie orale. Les observations faites sont les suivantes :

- Immédiatement après gavage, une excitation est remarquée chez les souris ayant reçu des doses de 50ml/kg.
- Pour les doses de 50ml/kg, une augmentation de la fréquence respiratoire et une immobilité des souris surviennent 30 min après. Ce constat est noté chez les souris ayant reçu des doses de 10ml/kg mais 1h après.
- Une contorsion de l'abdomen et une diarrhée ont été observées dans les 4 heures qui suivent l'administration de l'extrait.

- Les premiers décès surviennent 15h après mais ils sont plus élevés chez les populations ayant reçu des doses de 50ml/kg.

Les résultats de l'expérience sont résumés dans le tableau 30 ci-après :

Lot	Volume gavé en ml/kg de poids de l'animal	Poids moyen des souris en g	Volume final à faire gaver	Nombre de souris		% de décès
				Mortes	Survivantes	
1	10	36,12	0,36	3	2	60
2	50	32,9	1,65	5	0	100
Témoin	50	30	1,5	0	5	0

Tableau 30 : Résultats de la toxicité aiguë de la fraction lipidique du *jatropha curcas*

- Discussion :

L'huile de *jatropha curcas* s'avère très toxique et cette toxicité s'accroît avec la dose administrée. Une dose de 10ml/kg s'avère déjà mortelle.

II.9 – Trans-estérification de l'huile et étude physico-chimique des EM obtenus

II.9.1 – Trans-estérification

Le biodiesel a été obtenu par synthèse à partir du méthanol. La synthèse s'est déroulée comme suit :

- 14ml de méthanol pur ont été combinés à 0,28g de soude caustique. L'ensemble a été agité à l'aide d'un agitateur magnétique jusqu'à dissolution de la soude.
- 70 ml d'huile végétale ont été versés avec soin dans le méthoxyde de sodium précédemment préparé et le tout a été agité pendant 15 minutes avant d'être transvasé dans une ampoule à décanter.
- Après une journée, la phase aqueuse a été drainé du fond et la phase organique filtrée dans du coton pour récupérer le biodiesel formé.

A l'issue de cette synthèse, 5,9ml de biodiesel ont pu être récupérés. Les résultats de la synthèse sont regroupés dans le tableau 31 ci-après :

QUANTITE D'HUILE (ml)	70
QUANTITE DE METHANOL (ml)	14
QUANTITE DE BIODIESEL FORME (ml)	5,9

Tableau 31 : Résultats de la trans-estérification de l'huile de *jatropha curcas*

II.9.2 – Etude physico-chimique des EM

II.9.2.1 – Détermination de la masse volumique

- Résultats :

5,5ml de biodiesel ont été pesés dans une éprouvette soigneusement lavée et séchée avec de l'acétone. Sa masse est alors de **4,43g**. La masse volumique de l'EM est alors de :

$$\rho = m/v = 0,805g/cm^3$$

- Discussion :

La masse volumique de l'EM se trouve réduite par rapport à celle de son huile d'origine.

II.9.2.2 – Détermination de l'indice de réfraction

- Résultats :

L'indice de réfraction de l'EM a été mesuré à l'aide des deux types de réfractomètres cités dans le paragraphe II.6.2.3 Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 32 ci-après :

MODELE OPL 1313	1,354
MODELE OPL CARL ZEISS 64281	1,356
MOYENNE DES DEUX MESURES	1,355

Tableau 32 : Résultats de l'indice de réfraction des EM de l'huile de *jatropha curcas*

- Discussion :

Une valeur d'indice de réfraction inférieure pour le biodiesel obtenu est constatée vis-à-vis de l'huile d'origine. Cette diminution peut être due à la réduction du nombre d'insaturations.

II.9.2.3 – Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité en %H₂SO₄ (p/p)

a) Dosage volumétrique

TYPE D'ESSAI	<i>m(g)</i>	<i>V_E(ml)</i>	<i>V_T(ml)</i>	<i>IA</i>	%H ₂ SO ₄
ESSAI réalisé le jour même de la trans-estérification	2	2,97	3,05	0,73	0,0196
ESSAI réalisé 2 mois après la trans-estérification	1,01	<i>V_{KOH}versé</i> = 0,55		3,05	0,2668

Tableau 33 : Résultats de l'indice d'acide des EM de l'huile de *jatropha curcas* obtenus par méthode volumétrique

b) Titrage pH-métrique

Les variations du pH en fonction du volume de potasse versé sont résumées dans le tableau 34 ci-après et la courbe de cette variation est représentée par la figure 16.

V _{KOH}	0	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1	1,1	1,2	1,3
Ph	5,4	6,6	7,4	7,6	8,1	8,4	9,1	9,1	9,1	9,4
dpH/dV	-	2,4	8	2	5	3	7	0	0	3

V _{KOH}	1,4	1,5	2	2,5	3	3,5	4
pH	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5
dpH/dV	1	0	0	0	0	0	0

Tableau 34 : Tableau de variation du pH des EM de l'huile de *jatropha curcas* en fonction du volume de KOH versé

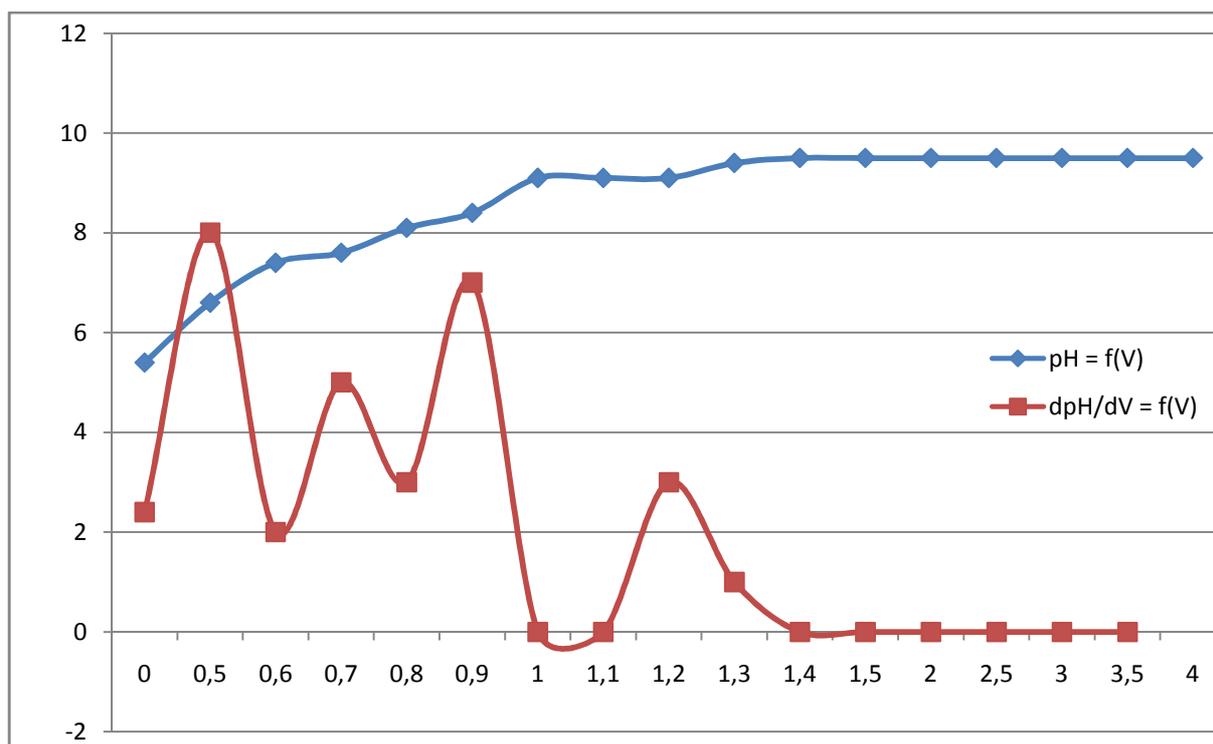


Fig.16. Courbe de neutralisation par méthode pH-métrique des acides libres des EM obtenu à partir de l'huile de *jatropha curcas* par la potasse

L'interprétation de la figure 16 a permis de situer l'équivalence autour d'une valeur de pH de 6,6 et correspondant à un volume de KOH versé de 0,5ml. Les résultats sont résumés dans le tableau 35 ci-après :

TYPE D'ESSAI	<i>m</i> (g)	<i>V</i> _{KOH} (ml)	IA	%H ₂ SO ₄
ESSAI réalisé 2 mois après la trans-estérification	1,01	0,5	2,77	0,2425

Tableau 35 : Résultats de l'indice d'acide des EM de l'huile de *jatropha curcas* obtenus par méthode pH-métrique

c) Titrage conductimétrique

V _{KOH}	0	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1	1,1	1,2
R (*10 ³)	6,7	5,4	5,2	5	5,2	4,8	4,8	4,6	5
σ(*. 10 ⁻⁴)	8,4	10,4	10,9	11,3	10,9	11,7	11,7	12,3	11,3

V_{KOH}	1,3	1,4	1,5	2	2,5	3	3,5
$R (*10^3)$	5	4,8	4,8	4,8	4,6	4	4
$\sigma(*. 10^{-4})$	11,3	11,7	11,7	11,7	12,3	14,12	14,12

Tableau 36 : Tableau de variation de la conductivité des EM de l'huile de *jatropha curcas* en fonction du volume de KOH versé

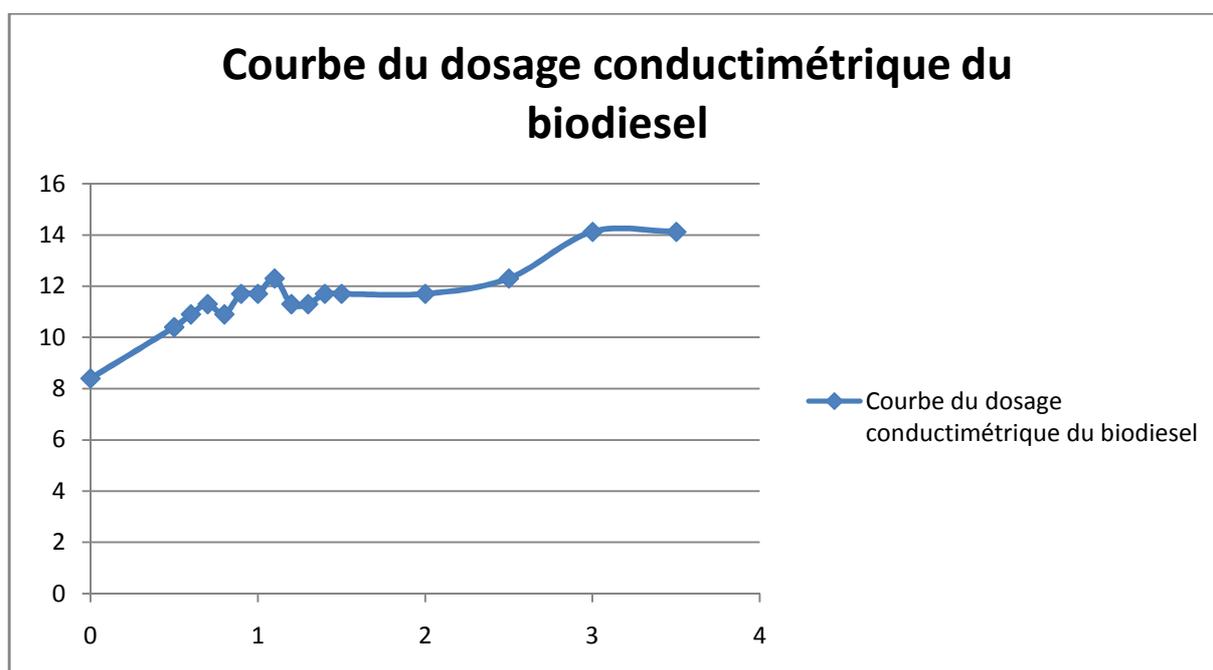


Fig.17. Courbe de neutralisation par méthode conductimétrique des acides libres des EM obtenu à partir de l'huile de *jatropha curcas* par la potasse

L'interprétation de la figure 17 a permis de situer l'équivalence autour d'une valeur de σ d'environ $10,9 \cdot 10^{-4}$ et correspondant à un volume de KOH versé de 0,8ml. Les résultats sont résumés dans le tableau 37 ci-après :

TYPE D'ESSAI	$m(g)$	$V_{KOH}(ml)$	IA	%H ₂ SO ₄
ESSAI réalisé 2 mois après la trans-estérification	1,01	0,8	4,44	0,3881

Tableau 37 : Résultats de l'indice d'acide des EM de l'huile de *jatropha curcas* obtenus par méthode conductimétrique

- Résultats :

Le biodiesel possède un indice d'acide plus bas que l'huile correspondant. Cela est dû à l'élimination des acides libres par la potasse utilisée comme catalyseur lors de la trans-estérification. Comme pour le cas de l'huile, l'indice d'acide du biodiesel a tendance à varier avec le temps mais cette variation reste cependant moins marquée que pour l'huile.

II.9.2.4 – Détermination de l'indice de saponification

- Résultats :

TYPE D'ESSAI	m (g)	V_E (ml)	V_T (ml)	IS
ESSAI 1	1,08	10,65	16,1	141,57
ESSAI 2	0,67	12,45	16,1	144,46
MOYENNE DES DEUX ESSAIS	0,875	11,55	16,1	143

Tableau 38 : Résultats de l'indice de saponification des EM de l'huile de *jatropha curcas*

- Discussion :

L'indice de saponification des EM est en légère baisse par rapport à celui de l'huile correspondant.

II.9.2.5 – Détermination de l'indice d'iode

- Résultats :

m (g)	V_E (ml)	V_T (ml)	Ii
0,2	40,6	46,3	36,17

Tableau 39 : Résultats de l'indice d'iode des EM de l'huile de *jatropha curcas*

- Discussion :

L'indice d'iode des EM a largement baissé par rapport à celui de l'huile correspondant.

II.9.2.6 – Détermination de l'indice de cétane

- Résultats :

INDICE D'IODE	36,17
INDICE DE SAPONIFICATION	143
INDICE DE CETANE	76,33

Tableau 40 : Résultats de l'indice de cétane des EM de l'huile de *jatropha curcas*

- Discussion :

Les résultats obtenus montrent que la trans-estérification de l'huile de *jatropha curcas* améliore considérablement son indice de cétane et donc sa qualité de biocarburant. La valeur retrouvée est par ailleurs largement élevée par rapport à celle mentionnée par les auteurs cités. Cependant, cette valeur n'exclut pas d'éventuelles erreurs pouvant être dues à la méthode utilisée pour sa détermination à savoir une série de dosages.

II.9.2.7 – Détermination du pouvoir calorifique

- Résultats :

INDICE D'IODE	39,17
INDICE DE SAPONIFICATION	143
POUVOIR CALORIFIQUE (kcal/kg)	9982,3

Tableau 41 : Résultats du pouvoir calorifique des EM de l'huile de *jatropha curcas*

- Discussion :

La valeur trouvée (équivalent à 41,526 MJ/kg) prouve aussi que la trans-estérification améliore légèrement le pouvoir calorifique.

CONCLUSION

L'huile de *Jatropha curcas* étudiée a été extraite de graines ramassées aux Comores, dans les régions de Mitsamiouli et Bambao. Les travaux entrepris sont de trois catégories :

- L'identification des familles chimiques présentes une fois l'extraction de l'huile effectuée et son rendement évalué.
- La détermination physico-chimique de l'huile étudiée ainsi que du biodiesel issu de la trans-estérification par le méthanol de cette huile.
- L'étude de la composition de l'huile suivie de son évaluation en toxicité aiguë.

Les différents tests phytochimiques ont mis en évidence les familles chimiques suivantes : des alcaloïdes, des triterpénoïdes, des stérols insaturés, des glycosides, des hétérosides et des saponines.

Les variations du pH et de la conductivité en fonction du volume de KOH ont donné des courbes de neutralisation différentes des courbes théoriques mais qui permettent cependant de repérer l'équivalence à des valeurs proches de celle trouvée avec le dosage volumétrique.

La détermination des différents indices physico-chimiques, à savoir l'indice d'acide, l'indice de saponification, l'indice d'iode l'indice de cétane et le pouvoir calorifique de notre échantillon a permis d'une part de constater quels sont les paramètres qui varient avec le temps, et d'autre part de voir quelles sont les atouts ainsi que les limites d'une éventuelle utilisation de l'huile de *Jatropha curcas* dans la carburation. Après transformation de cette huile en EM, nous avons pu aussi voir quelles ont été les améliorations constatées.

Par l'analyse chromatographique de l'huile, nous avons pu identifier la composition de l'échantillon qui renferme majoritairement les acides oléique et linoléique puis dans une moindre mesure les acides stéarique, palmitique et palmitoleique.

Les tests de toxicité aiguë sur des souris albinos ont permis de mettre en évidence la toxicité qui se manifeste par l'huile et non pas par les tourteaux résiduels. Ces tests ont aussi permis d'évaluer le seuil limite d'intoxication en fonction du poids du corps.

En nous référant sur les études bibliographiques concernant les biocarburants, nous pouvons affirmer que notre échantillon répond aux normes spécifiées pour une éventuelle utilisation dans la carburation. Une trans-estérification demeure cependant la meilleure garantie pour une performance.

Une prochaine étude pourrait consister à

- Approfondir sur l'étude des sels minéraux présents dans l'huile et dans le tourteau, en étudiant notamment les ions toxiques.
- Isoler les principes toxiques de l'huile en ayant recours à des méthodes séparatives telle que la chromatographie sur papier.
- Effectuer une étude pharmacologique complète de l'huile pour valoriser ses applications dans le domaine thérapeutique.

III – PARTIE EXPERIMENTALE

III.1 – Teneur en eau

- Matériels utilisés :

- Une balance de marque SARTORIUS 1100, modèle 1106 et de portée maximale 200g. Sa précision est de 0,01g.
- Un mortier en verre.
- Un autoclave de marque « Fischer scientifique », modèle Av100 et 200°C maximum
- Un bocal muni d'un couvercle
- Un dessiccateur contenant un déshydratant

- Mode opératoire :

- Décortiquer la graine et extraire l'amande.
- Broyer l'amande au mortier.
- Peser un récipient muni de son couvercle après l'avoir ouvert pendant 45 minutes dans le dessiccateur à la température du laboratoire (sécher préalablement le récipient à l'étuve à 105°C). Soit «M₁» la masse pesée.
- Peser dans le récipient muni de son couvercle 5g de l'échantillon. Soit «M₂» la masse obtenue.
- Placer le récipient contenant la prise d'essai, couvercle enlevé, dans l'étuve réglée à 105°C.
- Après 3 heures de séjour, placer le récipient fermé avec son couvercle dans le dessiccateur puis peser le récipient dès refroidissement à la température du laboratoire.
- Remettre le récipient, couvercle enlevé, à l'étuve pendant 1 heure et opérer comme précédemment.
- Si la différence entre deux pesées est inférieure à 5mg, considérer l'opération comme terminée et noter la masse «M₃» obtenue à la dernière pesée.

La teneur en eau et en matières volatiles est alors donnée par la relation :

$$H_2O(\%) = (M_2 - M_3) * \frac{100}{M_2 - M_1}$$

III.2 – Teneur en huile

- Matériels utilisés :

- Hexane
- Un extracteur de type soxhlet
- Des bocaux de macération
- Pierre ponce
- 2 ballons rodés de 500ml
- Balance analytique
- Evaporateur rotatif

- Mode opératoire :

1- Macération à froid :

- Des graines ont été décortiquées et les amandes ont été extraites.
- Les amandes extraites ont été finement broyées au mortier.
- Mg d'amandes broyées ont été pesées puis additionnée à 50ml de hexane.
- Après 24 heures, la phase hexanique a été retirée puis conservée.
- 50 autre ml de hexane ont été additionnés à l'échantillon pendant 24h.
- Les phases hexaniques ont été réunies et conservées pendant une journée.
- Par distillation, le solvant a été évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif.

2- Extraction à chaud au soxhlet :

- Des graines ont été décortiquées et les amandes ont été extraites.
- Les amandes extraites ont été finement broyées au mortier.
- Mg d'amandes broyées ont été pesées puis placées dans une cartouche d'extraction.

- La cartouche contenant la prise d'essai a été installée dans le corps de l'extracteur à 2/3 rempli de solvant.
- Le ballon de chauffe a été alimenté du solvant nécessaire à l'extraction.
- L'extraction a été menée durant 3 heures puis on a laissé refroidir le ballon contenant l'extrait hexanique (cependant, il faut noter que lors de la manipulation de l'échantillon E₁, faute de temps, l'opération a été effectuée pendant 30 minutes, puis on a laissé tremper l'échantillon à froid pendant 1 journée puis à nouveau on a repris l'extraction à chaud durant 2 heures 30 minutes).
- Par distillation, le solvant a été évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif.

Soit «*m*» la masse d'huile ainsi obtenue et «*M*» celle de la prise d'essai, la teneur en huile est alors donnée par :

$$t(\%) = m * \frac{100}{M}$$

III.3 – Densité

- Matériels utilisés :

- Un pycnomètre
- Eau distillée
- Balance de précision SARTORIUS

- Mode opératoire :

- Un pycnomètre a été soigneusement nettoyé puis rincé avec de l'alcool et de l'acétone.
- Le pycnomètre ainsi séché a été pesé et sa masse m_0 notée.
- Le pycnomètre a été ensuite rempli avec de l'eau distillée et, après avoir bien essuyé l'extérieur, a été pesé de nouveau. Sa nouvelle masse m_1 a été notée.

- De nouveau, le pycnomètre a été lavé et rincé avec de l'alcool puis séché à l'aide d'acétone, avant d'être rempli de l'échantillon et pesé comme ce fut le cas avec l'eau distillée. Sa nouvelle masse m_2 a été notée.

La densité de l'huile, notée $d_{23^\circ\text{C}}$ où la température du milieu au moment de la mesure est de 23°C , est donnée par :

$$d_{23^\circ\text{C}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

Exprimée à 20°C , la densité est donnée par :

$$d_4^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} d_{23^\circ\text{C}} + 0,0012 \left[1 - \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} d_{23^\circ\text{C}} \right]$$

III.4 – Indice de réfraction

- Matériels utilisés :

- Refractomètre d'Abbe, Modèle OPL 1313, Paris
- Refractomètre d'Abbe, Modèle CARL ZEISS 64281, West Germany

- Mode opératoire :

- Relever le prisme d'éclairage et nettoyer la plaque de verre avec un coton imbibé d'acétone.
- Placer quelques gouttes d'échantillon sur la face de mesure puis rabattre le prisme d'éclairage.
- Orienter le réfractomètre vers la fenêtre et amener la zone sombre inférieure vers le milieu du champ en tournant le grand bouton.
- Faire disparaître la frange colorée qui sépare la zone claire en faisant tourner le bouton de compensation de telle sorte que la ligne limite paraisse nette et incolore.
- En agissant de nouveau sur le grand bouton, amener la ligne de pénombre, exactement au point de croisement des deux fils de réticule. L'indice mesuré est lue

sur le trait vertical qui se place au milieu des échelles, dans la partie inférieure du champ.

III.5 – Indice d'acide

- Matériels utilisés :

- Un bécher de 50ml
- Une burette de 25ml
- Un agitateur magnétique
- De l'éthanol
- De la phénolphaléine

- Mode opératoire :

- Préparation de la solution de corps gras

mg d'échantillon ont été pesés dans un bécher puis on ajoute 10mL de solvant (éthanol) et on agite pour dissoudre le corps gras.

- Dosage de l'indice d'acide

10mL de solution de l'échantillon ont été introduites dans un bécher puis on ajoute 10mL de potasse alcoolique de concentration $0,1\text{molL}^{-1}$ et on ajoute encore 2 à 3 gouttes de phénolphaléine. L'excès de potasse a été dosé par de l'acide chlorhydrique de concentration $C_{\text{HCl}}=0,1\text{molL}^{-1}$ en agitant constamment jusqu'au virage de l'indicateur à l'incolore. Le volume d'HCl versé est noté V_E .

- Réalisation des témoins

La même opération a été effectuée avec une solution témoin de potasse alcoolique. Le volume de HCl versé est alors noté V_T .

L'indice d'acide est donné par :

$$IA = \frac{(V_T - V_E) * C_{\text{HCl}} * M_{\text{KOH}}}{m}$$

III.6 – Indice de saponification

- Matériels utilisés :

- Un ballon
- Un chauffe-ballon
- Un réfrigérant à boule
- Une burette graduée de 25ml
- Un agitateur magnétique
- De l'éthanol
- De la phénolphaléine

- Mode opératoire :

- mg d'échantillon ont été pesé puis ajoutés à 25mL de potasse alcoolique de concentration 0,5N.
- Le tout est porté en ébullition à reflux pendant 1h.
- L'excès d'alcali de la solution savonneuse à été dosé par de l'acide chlorhydrique de concentration 0,5N. Soit V_E le volume de HCl versé.
- La même opération a été effectuée avec une solution témoin de potasse alcoolique. Le volume de HCl versé est alors noté V_T .

L'indice de saponification est donné par :

$$IS = \frac{(V_T - V_E) * C_{HCl} * M_{KOH}}{m}$$

III.7 – Indice d'iode

- Matériels utilisés :

- 2 ballons de 500ml
- Une pipette de 25ml
- Une burette graduée de 25ml
- Un agitateur magnétique
- De l'empois d'amidon

- Mode opératoire :

- Préparation du réactif de Hübl

Dissoudre 25g d'iode dans 500ml d'alcool éthylique à 96° et 20g de chlorure mercureux dans 500 autres ml d'alcool éthylique, puis mélanger ces deux solutions 24h avant l'utilisation

- Préparation de la solution de corps gras

Mg d'échantillon ont été pesés dans un ballon de 500ml puis dissouts dans 10ml de chloroforme. 25mL de réactif de Hübl ont été ajoutés et le mélange bien agité et placé à l'obscurité pendant plus de 12h.

- Dosage de l'excès d'iode

Le mélange précédemment préparé a été additionnée de 20ml d'iodure de potassium à 30% et de 100ml d'eau distillée. L'excès d'iode a été dosé par une solution de thiosulfate 0,1N en agitant constamment jusqu'à la disparition de la couleur jaune due à l'iode. Le volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ versé est noté V_E .

- Réalisation des témoins

La même opération a été effectuée avec une solution témoin de réactif de Hübl et de chloroforme. Le volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ versé est alors noté V_T .

L'indice d'iode est alors donné par :

$$Ii = \frac{(V_T - V_E) * 1,269}{m}$$

III.8 – Trans-estérification par le méthanol

- Matériels utilisés :

- Un erlenmeyer
- Un agitateur magnétique
- Une ampoule à décanter
- Des béchers

- Mode opératoire :

ETAPE1 : Préparation des matières premières

- Mettre respectivement :
70ml d'huile végétale dans un bécher de 150 ml.
14ml de méthanol dans un bécher de 50ml.
0,28g de soude caustique (ou hydroxyde caustique) dans un bécher.

ETAPE 2 : Préparation de la solution de catalyseur

- Combiner le méthanol avec la soude caustique pour préparer la solution de méthoxyde de sodium. Pour cela, verser le méthanol dans un mélangeur puis y mettre la soude caustique. Agiter ensuite l'ensemble à vitesse réduite pendant 30 secondes ou jusqu'à ce que toute la quantité de soude caustique soit dissoute dans le méthanol. La solution obtenue est du méthoxyde de sodium.

ETAPE 3 : Mise en réaction

- Verser avec soin l'huile végétale dans le mélangeur et agiter à vitesse moyenne ou forte pendant 15 minutes (la technique n'est pas la même avec de l'huile usagée ou sale).

ETAPE 4 : Décantation

- Verser dans un autre récipient de 150ml, si possible muni d'un robinet pour drainer le fond. Laisser reposer 8 heures. Les 75% de la réaction se produisent lors de la première heure et on notera l'émanation d'une odeur agréable. 8 heures plus tard, la couche supérieure sera claire alors que celle du fond sera foncée et il y aura peut-

être une couche médiane qui sera à moitié translucide. Bien que la réaction se fasse la première heure, le savon et la glycérine doivent se déposer au fond et laisser les esters de méthyle et le biodiesel en haut.

ETAPE 5 : Séparation des phases

- Vider la phase aqueuse qui contient de la glycérine et faire attention de ne pas mélanger les deux phases.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. **ANDRIAMAMPIANINA Ambinintsoa Rova** – « Contribution au développement de la filière *Jatropha* à Madagascar : Etude de faisabilité technico-économique d'une unité d'extraction d'huile dans la région Alaotra Mangoro ». Mémoire de fin d'études. ESSA : Université d'Antananarivo, 2008.
2. **BANQUE MONDIALE** – « Utilisation des savoirs locaux sur le *Jatropha*. Utilisation de l'huile de *jatropha curcas* comme matière première et carburant ». Article paru dans CA (notes sur les connaissances autochtones), N°.47, août 2002.
3. **RAHERIZAH Allain Franck** – « Projet d'exploitation du *Jatropha curcas* ou TANATANAMPOTSY dans le Firaisana de Mahitsy, Région Analamanga ». Mémoire de maîtrise en gestion. Faculté DEGS : Université d'Antananarivo, 2009.
4. **REINHARD K.Henning, bagani, Allemagne et TIANASOA Ramorafeno, Green Island Association, Madagascar** – « Le Manuel *Jatropha* ». Guide pour l'exploitation intégrée de la plante *jatropha* à Madagascar, 21 novembre 2005.
5. **Alfons Üllenberg** – « *Jatropha* à Madagascar ». Rapport sur l'état actuel du secteur, décembre 2007. Disponible sur [www.Jatropha.de/madagascar/uellenberg_Jatropha a Madagascar 2007.pdf](http://www.Jatropha.de/madagascar/uellenberg_Jatropha_a_Madagascar_2007.pdf) (Consulté le 26.11.2008).
6. http://fr.wikipédia.org/wiki/jatropha_curcas (Consulté le 26.11.2008).
7. **SAID HASSANE Said Omar** – « Valorisation des oléagineux aux Comores : Le cas du pourghère (*jatropha curcas*) ». Article paru dans ya mkobe, journal du C.N.D.R.S, N°8-9-février 2002.
8. http://database.prota.org/PROT_Ahtml/Jatropha%20curcas_Fr.html (Consulté le 12.01.2009).
9. [http://www.electron_economy.org_particles_28927241.html_\(objectif_terre_des_hommes\)](http://www.electron_economy.org_particles_28927241.html_(objectif_terre_des_hommes)) (Consulté le 05.01.2010).
10. **ADAM.J** – « Les plantes à matières grasses ». Sociétés d'éditions géographiques, maritimes et coloniales, Paris, France, 1953.
11. **DROIT.S** – « Recherches sur la graine et l'huile de pourghère ». Thèse de Doctorat en pharmacie. Imprimerie Baréoud, Laval, France, 1932.

12. **ARNAUDON J.J – UBALDINI** – « Sur le *jatropha curcas* et sur l'huile qu'il contient ». Monitoring scientifique de Quesneville, 1893.
13. **SANKARA Subramians, NAGARA Jans et SULOCHANAN** – « Flavonoïds of some Euphorbiaceous plants phytochemistry ». 1971.
14. **ANDRIAMANANTENA Tovonony Barison** – « Projet de fabrication artisanale du savon à partir de l'huile de *jatropha curcas* dans la région de l'Itasy ». Mémoire de fin d'études. ESPA : Université d'Antananarivo, 2006.
15. **ANDRIANARIMANGA Hery Mamisoa Clément** – « Contribution à l'étude de valorisation du tourteau de *jatropha* ». Mémoire de fin d'études. ESPA : Université d'Antananarivo, 2006.
16. <http://fr.wikipedia.org/wiki/Biocarburant> (Consulté le 26.11.2008).
17. **RAKOTONINDRANTY Lalaniaina Manitra Eugénie** – « Contribution à la production du biodiesel à partir d'huile végétale : Cas de l'arachide ». Mémoire de DEA. ESPA : Université d'Antananarivo, 2006.
18. **RATIANARIVO Ony Mamy** – « Préparation et utilisation de l'ester éthylique d'huile végétale de *cocos NUCIFERA* L. comme carburant ». Mémoire de fin d'études. ESPA : Université d'Antananarivo, 2008.
19. **RANDRIAMIANDRISOA Mamitiana Albert** – « Contribution à l'étude de production de biodiesel à partir de l'huile de palme ». Mémoire de DEA. ESPA : Université d'Antananarivo, 2006.
20. **GILBAIN PILY Mamisoa Eric** – « Contribution à l'amélioration et caractérisation physico-chimique du biodiesel obtenu à partir de l'huile de friture usagée. Mémoire de fin d'études. ESPA : Université d'Antananarivo, 2008.
21. **RAMANAMIHAJA Fanilo Andrianina** – « Contribution à la production de biodiesel : Cas de l'huile de ricin (*Ricinus communis*). Mémoire de fin d'études. ESPA : Université d'Antananarivo, 2006.
22. **NIRINAHARISOA Heritiana Vahatraina** – « Récupération des huiles de base et valorisation des sous-produits à partir des huiles usagées « moteurs » ». Mémoire de DEA. ESPA : Université d'Antananarivo, 2008.
23. **RASOLOFONIAINA Rolland** – « Caractérisation physico-chimique d'échantillons d'huiles lubrifiantes neuves et usagées-Essais de régénération des huiles usagées ».

Mémoire de DEA en Chimie Physique. Faculté des Sciences : Université d'Antananarivo, 2008.

24. **RAMANANTSOA Christian Claude** – « Etude physico-chimique d'échantillons d'huiles lubrifiantes neuves et usagées-Essai de régénération des huiles lubrifiantes usagées par percolation sur un lit fixe d'argile activée ». Mémoire de DEA en Chimie Physique. Faculté des Sciences : Université d'Antananarivo, 2009.
25. **RABERANTO John William** – « Etudes physico-chimiques des huiles lubrifiantes neuves et usagées-Essai de régénération des huiles usagées par traitement au charbon actif ». Mémoire de DEA en Chimie Physique. Faculté des Sciences : Université d'Antananarivo, 2009.
26. **RATALATA RALAIVAO Alisoa Baovola** – « Graines de *calophyllum inophyllum* L. (Guttifère) de la commune d'Ankatafana de la région de Vatovavy Fitovinany :
 - Etudes chimiques approfondies sur Insaponifiables et Acides Gras
 - Activités Biologiques »Mémoire de DEA en Chimie Produits Naturels. Faculté des Sciences : Université d'Antananarivo, 2007.
27. **RANAIVONIARIVO Ieja Tsimiholy** – « Etude de la fraction lipidique et des principes toxiques de *cucumis sativus* L. (Cucurbitaceae) ». Mémoire de DEA en Biochimie. Faculté des Sciences : Université d'Antananarivo, 2006.
28. **TACUSSEL électronique** – « Conductimètre électronique type CD 6 ». Notice d'utilisation. Juillet 1967.
29. <http://fr.wikipedia.org/wiki/Séchage> (Consulté le 05.01.2010).
30. <http://fr.wikipedia.org/wiki/Alcaloïde> (Consulté le 05.01.2010).
31. <http://fr.wikipedia.org/wiki/Terpénoïdes> (Consulté le 05.01.2010).
32. <http://fr.wikipedia.org/Conductim%C3%A9trie> (Consulté le 17.03.2010).
33. http://www.discip.ac_caen.fr/phch/lycée/touniv/Conductimetrie_ace.html (Consulté le 17.03.2010).
34. http://fr.wikipedia.org/wiki/Indice_d'acide (Consulté le 12.01.2009).
35. http://fr.wikipedia.org/wiki/Indice_de_saponification (Consulté le 12.01.2009).
36. http://fr.wikipedia.org/wiki/Méthode_de_Wijs (Consulté le 12.01.2009).
37. http://fr.wikipedia.org/wiki/Chromatographie_en_phase_gazeuse (Consulté le 14.02.2010).

38. **RAHARINIRINA Lalaina** – « Contribution à l'étude physico-chimique de l'*Euphorbia orthoclada* (Euphorbiacées) ». Mémoire de DEA en Chimie Physique. Faculté des Sciences : Université d'Antananarivo, 2006.
39. **ANDRIANARISON Rajonirina** – « Contribution à l'étude physico-chimique de deux mélanges complexes biologiquement actifs ». Mémoire de DEA en Chimie Physique. Faculté des Sciences : Université d'Antananarivo, 2008.

Auteur : ABDALLAH Msahazi

Adresse : Mitsamiouli-Miréréni, Grande-Comore, Union des Comores

Téléphone : 002697788408

E-mail : msahazirassoul@yahoo.fr

Titre : « CONTRIBUTION A L'ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE DE LA FRACTION LIPIDIQUE DES GRAINES DE *Jatropha curcas* RECOLTEES AUX COMORES : ESSAI DE TRANSFORMATION DE L'HUILE EN BIODIESEL »

Nombre de page : 89

Nombre de tableaux : 41

Résumé :

Ce travail est une contribution à l'étude physico-chimique de l'huile extraite de graines de *jatropha curcas* récoltées aux Comores en vue de son éventuelle utilisation dans la carburation.

Le screening phytochimique met en évidence les familles chimiques présentes dans l'huile étudiée et qui sont au nombre de 6. Parmi les familles identifiées, on peut noter la présence de terpénoïdes et de stéroïdes entre autres.

D'après ses caractéristiques déterminées dans cet ouvrage, l'huile de *jatropha* étudiée pourrait bien servir dans la carburation. Cependant, sa transformation en esters méthyliques par trans-estérification améliore considérablement les propriétés de son utilisation en réduisant notamment son acidité et en améliorant son indice de cétane et son pouvoir calorifique. L'analyse de l'huile par chromatographie a par ailleurs révélé la composition de l'huile (9 composés identifiés) majoritairement constitué d'acides oléique et linoléique.

La toxicité de l'huile que des tests sur souris ont pu démontrer justifie l'intérêt que peut susciter cette huile dans le domaine envisagé étant donné que son utilisation dans l'alimentation s'en trouve écartée.

Mots clefs: *jatropha curcas*, biocarburant, esters méthyliques, indice de cétane

Summary

This work is a contribution of physical chemical study of oil extracted from *jatropha curcas* Comoros seeds in using as motor-fuel.

The phytochemical screening shows up the different chemical families present in the oil studied to the number of six. Among the families identified, we can remark terpenoids and steroids between others.

From their characteristics determined in this work, the *jatropha* studied oil can be used such motor-fuel. However, its transformation to Methylic Ester ameliorates largely the properties of its utilization in reducing its acidity and increasing its cetane number and its calorific power. The chromatographic analyst gives us the composition of oil (nine compounds identified) which composed by oleic and linoleum acids principally.

The toxicity of this oil which demonstrated by tests in mouse justifies the interest of this oil using in the envisaged domain because cannot be used such alimentary.

Key words: *jatropha curcas*, motor-fuel, methylic ester, cetane number

Encadreur: Madame RANDRIAMBOLA Lygie – Professeur Titulaire

Le numero 1 mondial du memoires

www.rapport-gratuit.com

clubmemoire@gmail.com

