

*Purification du glycérol obtenu à partir de la transestérification des huiles végétales
par adsorption sur la pouzzolane traitée.*

RÉPUBLIQUE DU CAMEROUN
Paix-Travail-Patrie

MINISTÈRE DE
L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEURE

UNIVERSITÉ DE YAOUNDÉ I

ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE

DÉPARTEMENT DE CHIMIE



REPUBLIC OF CAMEROON
Peace-Work-Fatherland

MINISTRY OF HIGHER EDUCATION

UNIVERSITY OF YAOUNDE I

HIGHER TEACHERS TRAINING
COLLEGE

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

LABORATOIRE DE CHIMIE INORGANIQUE
INORGANIC CHEMISTRY LABORATORY

PURIFICATION DU GLYCÉROL OBTENU À PARTIR DE LA TRANSESTÉRIFICATION DES HUILES VÉGÉTALES (PALME, PALMISTE, COTON) PAR ADSORPTION SUR LA POZZOLANE TRAITÉE.

Mémoire présenté au Département de Chimie de l'École Normale Supérieure de Yaoundé en vue de l'obtention du Diplôme de Professeur de l'Enseignement Secondaire Deuxième Grade (DI.P.E.S. II) en Chimie

LIKENG BELL Michèle Dora

Matricule : 11Y167

Licencié ès sciences

Sous la direction de :

Pr. FON ABI Charles

Maître de conférences

ENS : Université de Yaoundé I

JUIN 2016

DÉDICACE

Je dédie ce travail :

- Au Dieu Tout Puissant
- À mes parents M. et Mme LIKENG
- À ma grand-mère Agathe NGO NANE
- À ma sœur LIKENG Catherine
- À M. WEKAPE Lottin Cruz

CERTIFICATION

Je soussigné, **Pr. FON ABI Charles**, certifie que les travaux effectués par l'étudiant **LIKENG BELL Michèle Dora**, matricule **11Y167**, portant sur **PURIFICATION DU GLYCÉROL OBTENU PAR RÉACTION DE TRANSESTÉRIFICATION DES HUILES VÉGÉTALES PAR ADSORPTION SUR LA POUZZOLANE TRAITÉE**, sont ses propres travaux et qu'ils ont été réalisés sous ma direction au Laboratoire de Chimie inorganique de L'Ecole Normale Supérieure et le laboratoire de chimie physique de l'Université de Yaoundé I.

.....
Charles FON ABI,

Conférences,

Maître de
UY1, E.N.S. de Yaoundé, Département de
Chimie

REMERCIEMENTS

Ce travail est le fruit de la participation de plusieurs personnes et je souhaite que chacun trouve dans ce travail l'expression de ma profonde gratitude; ainsi qu'il me soit permis d'adresser mes remerciements sincères :

- Au Pr. FON ABI Charles pour sa disponibilité et son engagement;
- Aux membres de jury, qui m'ont fait le grand honneur de lire et d'examiner ce mémoire;
- Au Pr. KAPCHE Deccaux pour sa contribution et ses encouragements;
- Aux Pr. KOUAM Siméon et KETCHA Joseph MBADCAM pour leur contribution en appareil;
- A tout le corps enseignant du département de Chimie Inorganique et organique pour les enseignements;
- À M. GNOKAM pour les encouragements;
- Au Dr KAMTA pour ses conseils son aide et son assistance au laboratoire;
- À mes parents M. LIKENG Jean et Mme LIKENG Madeleine pour leur amour, leurs prières, leurs conseils, leur soutien, leurs encouragements;
- À ma grand-mère Mbombo Agatha pour les prières et les encouragements;
- À mes grands-parents M. Et Mme Bell André pour leurs encouragements;
- À M. WEKAPE Lottin Cruz pour son apport, son soutien et ses encouragements;
- À mes tantes Jeannette, Bernadette, Suzanne, Mbango pour les prières et leur soutien;
- Au Pasteur Jean Luc YOUNGOU pour ses prières et ses conseils;
- À mes frères et sœurs Martial, Catherine, Claudine, Merveille, Dorah, Carole, Esther pour leurs encouragements, et soutien;
- À tous les élèves professeurs de Chimie de la 53^{ième} et de la 55^{ième} promotion en particulier MOFFO Raïssa, YAKAM Brenda, TOKOH Sylvia, BELLA Aurores, CHEBOU Abigaëlle, MBAH Maraf, BIBAME Larissa pour leurs conseils et réconforts.
- À mes amis MONGO David, MBAH Édouard, AGA Robert, YOUTCHOM Jean, HEUTEU Crépin et tous ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin d'une manière ou d'une autre.

TABLE DES MATIERES

DÉDICACE	
CERTIFICATION	
REMERCIEMENTS	iii
RÉSUMÉ	vii
ABSTRACT	viii
LISTE DES ABRÉVIATIONS	ix
LISTE DES FIGURES	x
LISTE DES TABLEAUX	xi
INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
CHAPITRE 1 : REVUE DE LA LITTÉRATURE	5
1.1. LES LIPIDES	6
1.2. LES ACIDES GRAS	7
1.2.1. Définition	7
1.2.2. Classification	7
1.2.3. Propriétés physiques des acides gras	10
1.2.4. Propriétés chimiques	10
1.2.5. Rôle des acides gras	10
1.3. LE GLYCEROL	11
1.3.1. Généralités	11
1.3.2. Propriétés physiques	11
1.3.3. Propriétés chimiques	11
1.3.4. Méthodes de synthèse	13
1.4. LES HUILES VÉGÉTALES	15
1.4.1. Généralités	15
1.4.2. Composition	15
1.4.3. Intérêt des huiles végétales	16
1.4.4. Les huiles locales utilisées pour la production du glycérol	17
1.5. TRANSESTERIFICATION	21

1.5.1. Définition.....	21
1.5.2. Les facteurs influençant la réaction de transesterification.....	21
1.5.3. Applications.....	23
1.6. L'ADSORPTION	24
1.6.1. Définition.....	24
1.6.2. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption	26
1.6.3. Exemple d'adsorbant : pouzzolane.....	29
CHAPITRE 2 : MATERIEL ; RÉACTIFS ET METHODES	31
2.1. MATÉRIEL ET RÉACTIFS	32
2.1.1. Matériel.....	32
2.1.2. Réactifs	33
2.2. MÉTHODES	34
2.2.1. Réaction de transestérification des huiles végétales.....	34
2.2.2. Séparation du mélange éthanol-glycérol brut-eau	35
2.2.3. Acidification et neutralisation	36
2.2.4. Extraction du glycérol à l'éthanol	37
2.2.5. Traitement de l'adsorbant.....	38
2.2.6. Adsorption	38
2.2.7. Détermination de la masse volumique et du pourcentage de décoloration	39
2.2.8. Détermination du pH.....	39
2.2.9. Test d'identification du glycérol.....	39
CHAPITRE 3 : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS	41
3.1. RÉSULTATS DE LA RÉACTION DE TRANSESTÉRIFICATION DES HUILES VÉGÉTALES	42
3.1.1. Glycérols bruts et biodiésel obtenus.....	42
3.1.2. Glycérols bruts après séparation au rotavapeur	43
3.2. GLYCÉROLS OBTENUS APRES ACIDIFICATION ET NEUTRALISATION	44
3.2.1. Glycérols après acidification	44
3.2.2. Glycérols obtenus après neutralisation et extraction à l'éthanol	46
3.3. LA SPECTROSCOPIE IRTF DE LA POUZZOLANE TRAITÉE	48

3.4. GLYCÉROLS OBTENUS APRÈS ADSORPTION SUR POUZZOLANE TRAITÉE	49
3.5. CARACTÉRISATION DES GLYCÉROLS OBTENUS : TEST D'IDENTIFICATION; MASSE VOLUMIQUE ET pH	51
INTÉRÊTS PÉDAGOGIQUES.....	52
CONCLUSION ET PRESPECTIVES	54
BIBLIOGRAPHIE.....	56
ANNEXE.....	62

RÉSUMÉ

Dans cette étude il a été question de produire le glycérol par réaction de transesterification des huiles végétales (de palme, palmiste et de coton) et de purifier ce dernier par adsorption sur la pouzzolane traitée. Pour l'atteinte du premier objectif, 500g de chaque huile ont réagi avec l'éthanol dans le rapport molaire 8 :1 ceci en présence d'hydroxyde de sodium comme catalyseur à 1% de la masse d'huile. Du fait de sa couleur le glycérol obtenu est brut et contient les pigments des huiles le bêta-carotène le tocophérol, le gossipol. Les rendements supérieurs à 100 prouvent qu'il contient l'excès d'éthanol; le savon, l'eau et les acides gras n'ayant pas réagi. Les méthodes de séparation telles que la décantation et l'évaporation ont permis de séparer respectivement le biodiesel et l'excès d'éthanol. Le glycérol a été caractérisé par oxydation au permanganate de potassium acidifié suivie de l'ajout de la liqueur de Fehling. La purification du glycérol brut obtenu s'est faite grâce à une succession de trois étapes comportant une acidification et neutralisation ; une extraction à l'éthanol et enfin l'adsorption sur pouzzolane pour le retrait des pigments a été réalisée sur la pouzzolane traitée au voisinage de 50°C en présence d'hexane, la mesure des absorbances 0,153 (GPP); 0,883 (GPPt); 0,230 (GPC) a montré que les glycérols purifiés obtenus ne sont pas incolores. Il ressort de ce travail que les rendements ne sont pas ceux attendus ; aussi l'étape décisive lors de la purification du glycérol obtenu par transestérification des huiles végétales est l'acidification et enfin la pouzzolane traitée possède un faible pouvoir décolorant sur le glycérol.

Mots clés : **huiles végétales- acides gras- glycérol- transesterification- adsorption**

ABSTRACT

This study aimed at producing glycerol through the transesterification reaction of vegetable oils (palm, palm kernel, cotton) and purifying it by adsorption on the treated pozzolan. To achieve the first objective 500g of each oil reacted with ethanol in a molar ratio 8:1 in presence of sodium hydroxide used as catalyst of 1% of the oil mass. The resulting glycerol is crude due to its color and contains pigment oils such as beta –carotene, tocopherol and gossypol. Out puts superior to 100 prove that the solution contains an excess of ethanol since Soap, water and fatty acids did not produce any reaction. The method of separation such as decanting and permitted to separate respectively biodiesel and the excess of ethanol. Glycerol was characterised by oxidation acidified potassium permanganate followed by the addition of Fehling's liquor. The Purification of the crude glycerol obtained was done in three stages including an acidification and neutralisation; an extraction of crude glycerol using ethanol and finally adsorption on pozzolan aiming at extracting pigments was conducted on the pozzolan reaching about 50°C in the presence of hexane: measure of absorbances 0,153 (GPP); 0,883 (GPpt) 0,230 (GPC) revealed that glycerols obtained are not colorless. It is clear from this study, that out puts are not those expected. The decisive stage in the purification of glycerol through the transesterification reaction of vegetable oils resulted in acidification. The pozzolan treated has a weak discoloring power on glycerol.

Key words: **vegetable oils- fatty acid- glycerol- transesterification- adsorption**

LISTE DES ABRÉVIATIONS

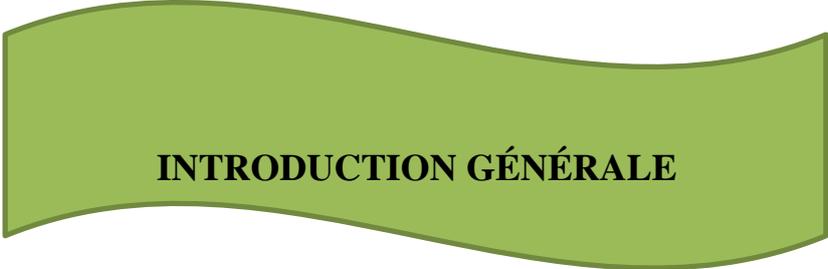
GBP	Glycérol Brut d'huile de Palme
GBPt	Glycérol Brut d'huile de Palmiste
GBC	Glycérol Brut d'huile de Coton
rpm	rotation par minute
IFHVP	Institut Français d'Huiles Végétales Pures
EEHV	Ester Éthylique d'Huile végétale
HVB	Huiles végétales brutes
HVP	Huiles végétales pures
HVU	Huiles végétales usagées
SI	Indice de Saponification
AI	Indice d'Acidité
TG	Triglycérides
GPP	Glycérol Pur d'huile de Palme
GPt	Glycérol Pur d'huile de Palmiste
GPC	Glycérol Pur d'huile de coton
PCN	Point de Charge Nulle
A-Co A	Acéthyl Co-enzyme A
Kg	kilogramme
KJ	kilojoules
mL	millilitres
mg	milligrammes
kcal	kilocalories

LISTE DES FIGURES

Figure 1. Aspect de la pouzzolane	30
Figure 2. Montage à reflux pour la réaction de transestérification	34
Figure 3. Évaporation de l'éthanol et de l'eau au rotavapeur	36
Figure 4. Résultat transestérification des huiles de palme, palmiste et de coton.....	42
Figure 5. Aspect des glycérols bruts obtenus.....	43
Figure 6. Aperçu des glycérols après acidification	45
Figure 7. Acides gras recueillis de l'acidification	45
Figure 8. Aspect des glycérols après neutralisation.....	46
Figure 9. Spectre IRTF de la pouzzalane.....	48
Figure 10. Aspect des glycérols après adsorption.....	49

LISTE DES TABLEAUX

Table 1 : Les acides gras saturés.....	7
Table 2 :les acides gras mono insaturés.....	8
Table 3: les acides gras polyinsaturés.....	9
Table 4: Composition de l'huile de palme.....	18
Table 5: Composition chimique de l'huile de palmiste.....	19
Table 6: composition chimique de l'huile de coton.....	20
Table 7: Propriétés physiques de quelques huiles végétales.....	20
Table 8: Propriétés chimiques de quelques huiles végétales.....	21
Table 9: Quelques différences entre physisorption et chimisorption.....	25
Table 10: masse des réactifs.....	35
Table 11: résultats de la transestérification.....	43
Table 12: résultats de la séparation au rotavapeur.....	44
Table 13: masses d'acides gras recueillis après acidification.....	45
Table 14: Caractéristiques des glycérols obtenus après acidification.....	46
Table 15: masses de glycérol et de sels récupérés après neutralisation.....	47
Table 16: Caractéristiques des glycérols après neutralisation et extraction à l'éthanol.....	47
Table 17: Quelques groupements fonctionnels à la surface de la pouzzolane traitée.....	49
Table 18 : caractéristiques des glycérols obtenus après adsorption.....	50
Table 19: Autres caractéristiques des glycérols obtenus.....	51



INTRODUCTION GÉNÉRALE

Parmi les diverses substances dont a besoin notre organisme pour subvenir à ses besoins énergétiques on retrouve en grande partie les lipides encore appelés corps gras. Ce sont des composés de structures chimiques diverses, généralement anhydres, insolubles dans l'eau et ayant la propriété de se solubiliser dans les solvants organiques apolaires (éther, acétone, hexane, chloroforme, ...) (Ndéye 2001). Les lipides d'origine animale sont les graisses tandis que les lipides d'origine végétale et sous forme liquide sont appelés huiles végétales.

Les huiles végétales sont une source potentielle d'énergie avec un contenu énergétique proche du carburant diesel. Au départ on pensait qu'il serait possible d'utiliser ces huiles directement sans quasiment aucun traitement. Cependant, l'utilisation directe d'huiles végétales dans les moteurs de carburant s'est avérée problématique car conduit à des dépôts dans les moteurs à injection directe (Sidibé et *al.* 2009). Les divers traitements de ces huiles végétales pour les rendre utilisables par les moteurs vont conduire à l'obtention d'un polyalcool qui offre aux chimistes un vaste champ de recherche : c'est le glycérol.

Plusieurs méthodes, permettent de synthétiser le glycérol. Présent dans les triglycérides et donc dans les graisses et huiles végétales: le glycérol peut être produit par : fermentation des glucides (Hàjek 2009) ; par hydrolyse des triglycérides (Cordella 2004), par saponification des matières grasses (action de la soude sur la matière grasse avec production des carboxylates de sodium et du glycérol) (Sambou 2005); et enfin par transestérification des huiles végétales (transfert de la liaison ester avec le polyalcool ou glycérol vers un monoalcool) en utilisant le méthanol ou l'éthanol cette dernière méthode permet d'obtenir 90% de biodiésel et 10% de glycérol . (Ayman 2010); c'est la transestérification qui sera utilisée dans nos travaux pour la production du glycérol car permet un meilleur rendement en glycérol.

La transestérification des huiles végétales conduit à un glycérol coloré dit brut; il est coloré du fait de la présence des pigments comme les caroténoïdes (α et β carotènes), les tocophérols, et le gossypol ; il contient également l'excès de méthanol ou d'éthanol, les cendres, la plupart du catalyseur et du savon. L'existence de ces impuretés implique que le glycérol doit être purifié avant utilisation. Entre autres techniques de purification nous avons la distillation ; l'adsorption. (Ndasse 2013).

Notre travail consistera à une purification du glycérol préalablement préparé à partir de la transestérification de quelques huiles végétales par le processus d'adsorption sur la pouzzolane traitée. Pour ce faire nous allons produire le glycérol par transestérification des huiles de palme, palmiste et de coton ensuite nous allons le séparer des esters méthyliques, de l'excès d'éthanol et enfin nous allons procéder à la purification du glycérol proprement dite ; cette dernière phase se fera en trois étapes que sont l'acidification à l'acide phosphorique, la neutralisation, l'extraction du glycérol par un solvant polaire : l'éthanol et l'adsorption à l'aide de la pouzzolane traitée en présence de l'hexane.

Objectif général de la recherche :

L'objectif à atteindre au cours de nos travaux est le suivant : rendre le glycérol obtenu par réaction de transestérification de quelques huiles végétales pur ceci en utilisant l'adsorption sur la pouzzolane traitée.

Objectifs spécifiques

- ❖ Produire le glycérol brut par transestérification de quelques huiles végétales
- ❖ Purifier le glycérol brut obtenu par adsorption sur la pouzzolane traitée.

Méthodologie :

Les étapes à suivre pour l'atteinte de notre objectif général sont :

- Se procurer les huiles végétales dans les marchés de la place
- Produire le glycérol en réalisant la réaction de transestérification des huiles végétales
- Séparer le glycérol brut des esters éthyliques par une décantation
- Eliminer l'excès d'éthanol par chauffage au rotavapeur
- Caractériser les glycérols bruts obtenus par étude de leurs absorbances
- Se procurer l'adsorbant : la pouzzolane
- Faire la spectroscopie IRTF de la pouzzolane traitée
- Acidifier le glycérol brut à l'acide phosphorique
- Neutraliser l'excès d'acide par l'hydroxyde de sodium
- Extraire le glycérol brut par filtration suivie de l'ajout d'un solvant polaire
- Eliminer le solvant par chauffage au rotavapeur et recueillir le glycérol
- Purifier le glycérol recueilli par adsorption sur la pouzzolane traitée
- Mesurer les absorbances des glycérols purs obtenus
- Caractériser les glycérols purifiés

Plan de travail

Notre travail comporte trois chapitres. Le premier chapitre présentera une revue de la littérature sur les généralités des corps gras, la réaction de transestérification, le glycérol, le processus d'adsorption ainsi que l'adsorbant utilisé (pouzzolane). Le deuxième chapitre présentera un bref aperçu du matériel et des méthodes expérimentales. Le troisième chapitre présentera les résultats obtenus après transestérification des huiles ; après acidification, neutralisation et extraction ainsi que les résultats après adsorption, des discussions et interprétations qui en découleront nous conduiront aux intérêts pédagogiques puis à la conclusion et donc la fin de nos travaux.

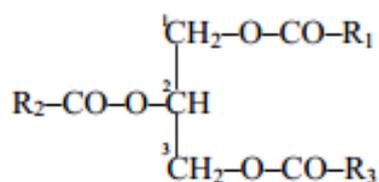


CHAPITRE 1 : REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1. LES LIPIDES

Les lipides sont définis comme étant les acides gras, leurs dérivés et les substances qui leurs sont apparentées du point de vue de leur biosynthèse ou de leur fonctionnalité; ce sont les nutriments constitutifs des corps gras huiles, graisses animales ou végétales. Ils sont caractérisés par la présence d'au moins une chaîne hydrocarbonée et peuvent contenir azote, phosphore et soufre. Ils constituent un ensemble de molécules organiques généralement insolubles dans l'eau ou partiellement soluble dans l'eau et solubles dans les solvants organiques apolaires tels que l'éther, l'acétone, l'hexane, le chloroforme, le benzène etc. (Genot et *al.* 2010).

Les lipides comportent un ou plusieurs acides gras estérifiés sur une molécule de glycérol. Cet ensemble constitue la partie apolaire hydrophobe de la molécule : ce sont les triglycérides (Genot et *al.* 2010). Les triglycérides sont les constituants majoritaires des huiles et matières grasses alimentaires leur structure générale est :



Les lipides sont des molécules hydrophobes ou amphiphiles (molécules hydrophobes possédant un domaine hydrophile) très diversifiées. Les lipides comprennent entre autres les graisses, les cires, les stérols (cholestérol), les vitamines liposolubles, les mono-, di- et triglycérides, ou encore les phospholipides. Les lipides peuvent se présenter à l'état solide, comme les cires, les graisses ou à l'état liquide comme les huiles. (Genot et *al.* 2010).

1.2. LES ACIDES GRAS

1.2.1. Définition

En chimie, un acide gras est un acide carboxylique à chaîne aliphatique hydrophobe saturée ou insaturée selon qu'ils ne contiennent pas ou contiennent des doubles liaisons. Ce sont les constituants majeurs des huiles et des graisses. (Cuvelier et *al.* 2004). Les acides gras naturels possèdent une chaîne carbonée de 4 à 36 atomes de carbone (rarement au-delà de 28) et typiquement en nombre pair, car la biosynthèse des acides gras, procède en ajoutant de façon itérative des groupes de deux atomes de carbone à l'acétyl- Coenzyme A.

Par extension, le terme est parfois utilisé pour désigner tous les acides carboxyliques à chaîne hydrocarbonée non-cyclique. On parle d'acides gras à longue chaîne pour une longueur de 14 à 24 atomes de carbone et à très longue chaîne s'il y a plus de 24 atomes de carbone. Les acides gras sont présents dans les graisses animales et les graisses végétales, les huiles végétales sous forme d'esters ; Lorsqu'ils ne sont pas liés à d'autres molécules, les acides gras sont dits « libres ». (Cuvelier et *al.* 2004).

1.2.2. Classification

- les acides gras saturés

Ce sont ceux qui présentent une chaîne aliphatique sans insaturations ; on y retrouve : l'acide butyrique (C4); l'acide palmitique (C14) ; l'acide stéarique (C18) ; l'acide lignocérique (C24).

Table 1 : Les acides gras saturés (Cuvelier et *al.* 2004)

Nom d'usage	Structure
Acide caprylique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_6-\text{COOH}$
Acide caprique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_8-\text{COOH}$
Acide laurique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_{10}-\text{COOH}$

Acide myristique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_{12}-\text{COOH}$
Acide palmitique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_{14}-\text{COOH}$
Acide stéarique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_{16}-\text{COOH}$
Acide arachidique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_{18}-\text{COOH}$
Acide béhénique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_{20}-\text{COOH}$
<u>Acide lignocérique</u>	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_{22}-\text{COOH}$

- les acides gras mono-insaturés

Ce sont ceux qui possèdent une seule insaturation qui sera toujours une double liaison. Dans cette classe on distingue : l'acide oléique (C18) qui est un acide gras très abondant dans les graisses végétales et animales.

Table 2 :les acides gras mono insaturés (Cuvelier et *al.* 2004)

Nom d'usage	Structure
Acide myristoléique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_3-\text{CH}=\text{CH}(-\text{CH}_2)_7-\text{COOH } cis-\Delta^9$
Acide palmitoléique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_5-\text{CH}=\text{CH}(-\text{CH}_2)_7-\text{COOH } cis-\Delta^9$
Acide sapiénique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_8-\text{CH}=\text{CH}(-\text{CH}_2)_4-\text{COOH } cis-\Delta^6$
Acide oléique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}(-\text{CH}_2)_7-\text{COOH } cis-\Delta^9$
Acide élaïdique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}(-\text{CH}_2)_7-\text{COOH } trans-\Delta^9$
Acide <i>trans</i> -vaccénique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_5-\text{CH}=\text{CH}(-\text{CH}_2)_9-\text{COOH } trans-\Delta^{11}$

- Les acides gras polyinsaturés

Cette dernière classe est celle des acides gras présentant deux ou plusieurs insaturations. On distingue entre autres : l'acide linoléique (C18) ; l'acide arachidonique (C20) ; l'acide linoléique (C18).

Table 3: les acides gras polyinsaturés (Cuvelier et *al.* 2004)

Nom d'usage	Structure
Acide linoléique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_2(-\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$ tout- <i>cis</i> - $\Delta^{9,12}$
Acide linolélaïdique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_2(-\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$ tout- <i>trans</i> - $\Delta^{9,12}$
Acide α -linoléique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_3(-\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$ tout- <i>cis</i> - $\Delta^{9,12,15}$
Acide γ -linoléique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_3(-\text{CH}_2)_4-\text{COOH}$ tout- <i>cis</i> - $\Delta^{6,9,12}$
Acide dihomo- γ -linoléique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_3(-\text{CH}_2)_6-\text{COOH}$ tout- <i>cis</i> - $\Delta^{8,11,14}$
Acide arachidonique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2)_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_4(-\text{CH}_2)_3-\text{COOH}$ ^{NIST} tout- <i>cis</i> - $\Delta^{5,8,11,14}$
Acide eicosapentaénoïque	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_5(-\text{CH}_2)_3-\text{COOH}$ tout- <i>cis</i> - $\Delta^{5,8,11,14,17}$
Acide clupanodonique	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_5(-\text{CH}_2)_5-\text{COOH}$ tout- <i>cis</i> - $\Delta^{7,10,13,16,19}$
Acide docosahexaénoïque	$\text{CH}_3(-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH})_6(-\text{CH}_2)_2-\text{COOH}$ tout- <i>cis</i> - $\Delta^{4,7,10,13,16,19}$

- Les acides gras essentiels

Ils ne peuvent pas être synthétisés en quantité suffisante par le corps humain. On peut citer : les oméga-3 (double liaison en position 3); et les oméga-6 (double liaison en position 6). (Cuvelier et *al.* 2004)

1.2.3. Propriétés physiques des acides gras

Les acides gras, constituants essentiels des lipides sont insolubles dans l'eau à partir d'une certaine température. Ils sont solubles dans les solvants organiques apolaires. Le point de fusion augmente avec le nombre de carbone et diminue quand les doubles liaisons augmentent (Morin et *al.* 2012).

1.2.4. Propriétés chimiques

Les propriétés physico-chimiques des corps gras végétaux varient en fonction de la plante dont ils ont été extraits ; ceci dû fait de la différenciation en triglycérides. Les acides gras peuvent réagir chimiquement ; entre autres réactions auxquelles participent les acides gras on peut citer (Cuvelier et *al.* 2004) :

- ❖ Oxydation des doubles liaisons (dans le cas des acides gras mono et ou polyinsaturés)
- ❖ Formation de sels de sodium ou de potassium
- ❖ Formation d'ester avec quelques alcools

1.2.5. Rôle des acides gras

Les acides gras jouent un rôle structurel fondamental dans toutes les formes de vies connues à travers divers types de lipides (phosphoglycérides, sphingolipides...). Ils constituent également des sources importantes d'énergie métabolique : les acides gras permettent aux êtres vivants de stocker environ 37 kJ d'énergie (9 kcal) par gramme de lipides, contre environ 17 kJ pour les glucides (4 kcal) ; les acides gras servent à la synthèse d'autres lipides. Ils sont stockés par l'organisme sous forme de triglycérides, dans lesquels trois molécules d'acides gras forment un ester avec une molécule de glycérol. (Genot et *al.* 2010).

1.3. LE GLYCEROL

1.3.1. Généralités

De son vrai nom 1, 2,3-propanetriol, le glycérol (ou glycérine) de formule brute $C_3H_8O_3$ est une substance organique qui se présente sous la forme d'un liquide, transparent, visqueux, incolore, inodore, non toxique et au goût sucré. Il a été découvert en 1779 par le chimiste suédois Carl W. Scheele. (Cordella 2004).

1.3.2. Propriétés physiques

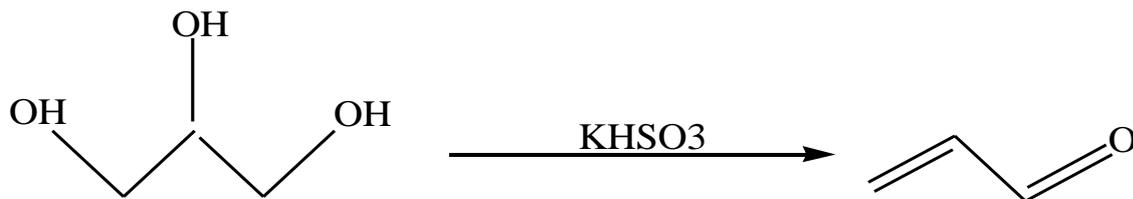
Le glycérol se présente sous la forme d'un liquide transparent son indice de réfraction (1,47) est proche de celui du verre commun ($\sim 1,50$), permettant de rendre « invisibles » des objets en verre qui y seraient plongés. Aussi il est visqueux, incolore, inodore, non toxique et au goût sucré. C'est un solvant polaire et protique ; il peut se dissoudre dans les solvants polaires tels que l'eau et les alcools grâce à ses trois groupes hydroxyles $-OH$ ce qui explique aussi son comportement hygroscopique mais il est insoluble dans les solvants organiques usuels tels que le benzène, le chloroforme, le dioxane, le tétrachlorométhane ; et les hydrocarbures. Bien que son point de fusion soit de $17,8\text{ }^\circ\text{C}$, il reste liquide à des températures relativement basses ; Sous forme liquide, le glycérol possède une température d'ébullition de $290\text{ }^\circ\text{C}$ à la pression atmosphérique. Sa masse volumique est de 1.26 g/cm^3 (il est donc plus lourd que l'eau) et son poids moléculaire est de 92 g.mol^{-1} . (Cordella 2004).

1.3.3. Propriétés chimiques

Le glycérol pur est de couleur claire et a les proportions suivantes : en eau inférieure à 5%, en acide gras et en esters éthyliques inférieure à 30mg/kg de glycérol (Hàjek 2009). Il ressemble aux sucres par sa saveur et aux alcools par ses propriétés chimiques (dues aux groupements alcools primaires et secondaires), ces caractères particuliers font de lui un alcool pas tout à fait comme les autres. (Cordella 2004).

Le glycérol bien qu'étant une molécule organique, sa forte hydrophilie empêche les molécules hydrophobes de se solubiliser dans le milieu (Sambou 2005). Comme autres propriétés chimiques, on a

- ❖ La déshydratation du glycérol qui se fait à chaud, en présence d'hydrogénosulfite de potassium (KHSO_3) en produisant l'acroléine selon la réaction :



- ❖ L'estérification du glycérol conduit à des (mono, di ou tri) glycérides. (Karam 2010)
- ❖ Le glycérol a des propriétés laxatives et diurétiques faibles. Comme d'autres composés chimiques, tels que le benzène

1.3.3. Utilisation du glycérol

- Le glycérol joue un rôle important dans de nombreuses industries. Il est extrêmement utilisé pour ses propriétés émoullientes et apaisantes dans nombre de préparations pharmaceutiques et cosmétiques. C'est un solvant de préparation des teintures et encres.
- Dans les médicaments c'est un hydratant qui améliore l'onctuosité et la lubrification des préparations. On l'utilise également dans la préparation de sirops médicamenteux (ex. : la Théophylline) préconisés dans le traitement de certains problèmes respiratoires tels que l'asthme et les bronchites asthmatiques. (Cordella 2004).
- Dans les organismes vivants, le glycérol est un composant important des glycérides (graisses et huiles) et des phospholipides.

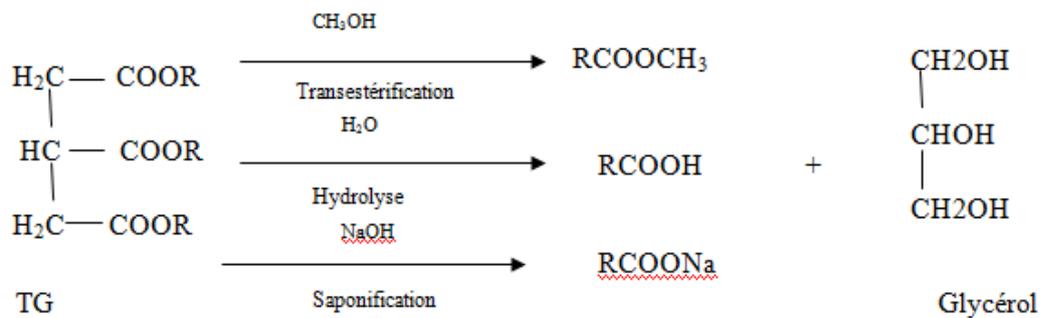
- Dans les cosmétiques, le glycérol est souvent utilisé comme agent hydratant, solvant et lubrifiant. Aussi il est utilisé dans les dentifrices, les bains de bouche ; Comme il est très hygroscopique (il absorbe l'eau de l'air), le glycérol est utilisé comme humectant et constitue un ingrédient important pour prévenir le dessèchement. Il est enfin utilisé pour les crèmes hydratantes, les produits capillaires et les savons.
- Dans l'alimentation le glycérol est utilisé comme humectant (pour retenir l'humidité), solvant (support d'arôme), émulsifiant, stabilisant et épaississant dans une large variété de produits alimentaires. il ne présente pas de danger pour la santé lorsqu'il est utilisé dans les proportions requises pour obtenir l'effet désiré. (Cordella 2004)
- En chimie c'est l'un des principaux composants de la fabrication de la nitroglycérine. C'est aussi l'un des composants indispensables pour faire des bulles de savon. On peut faire du feu sans allumette si l'on mélange le glycérol à du permanganate de potassium ($KMnO_4$) en poudre. La réaction est très lente au début (on n'observe rien durant les 30 premières secondes), puis elle est tellement exothermique que la réaction s'emballe, provoquant l'inflammation du mélange : on observe des flammes violettes.
- Dans la fabrication des explosifs (nitroglycérine) (Sambou 2005, Hàjek 2009, Richard 2011), etc.

1.3.4. Méthodes de synthèse

Le 1,2,3 - propanetriol, est présent sous forme combinée dans des huiles et graisses végétales et animales. Il est notamment présent sous forme de triglycérides combiné à des acides gras tels que les acides stéarique, oléique, palmitique et laurique et autres. En général on distingue le glycérol synthétisé par voie pétrochimique par conversion du propène et le glycérol naturel. Les procédés industriels les plus répandus pour obtenir du glycérol à partir des huiles et graisses végétales et animales impliquent des réactions de saponification, d'hydrolyse

haute pression et de transestérification des huiles végétales avec des alcools à chaînes courtes, tels que l'éthanol ou le méthanol.

Les équations ci-après donnent des différentes méthodes d'obtention du glycérol naturel (Sambou 2005, Hájek 2009):



Le glycérol obtenu n'est pas pur il doit être purifié car il contient des impuretés tels que l'eau, les esters éthyliques, le savon, les pigments (Hájek 2009). De nombreux travaux ont été effectués dans ce sens-là. La purification du glycérol par le processus d'adsorption a été réalisée sur la sciure de bois par YANKE 2013, sur l'huile de palme, palmiste, coton, mais les glycérols obtenus ne répondent pas aux critères des normes internationales (Yanke 2013). L'adsorption sur l'argile (smectite) par FOSSO 2013, il obtient pour ces mêmes huiles une faible pureté des glycérols (Fosso 2013). Elle a également été réalisée par REAY et MANKAH 2012 sur le charbon actif, conduisant à l'obtention de glycérols de bonnes qualités, de pureté proche des normes anglaises (Mankah 2012; Reay 2013). C'est aussi le cas de NDASSE Marie 2013 qui a utilisé un processus de décoloration ne comportant pas l'acidification à l'acide phosphorique et l'extraction par un solvant polaire à l'éthanol puis l'adsorption à l'aide de la poudre de basalte à olivine et en présence de l'hexane. Les quantités relatives de pigments adsorbés pour les temps d'équilibre montrent l'efficacité de la poudre de basalte à olivine car les échantillons obtenus sont presque incolores (Ndassé 2013). Enfin une tentative de purification des glycérols des huiles de palme, de palmiste et de coton par adsorption sur carbone activé ; basalte et

pouzzolane a été effectuée en janvier 2015 par MOTTO avec un assez bon résultat par adsorption sur le carbone activé mais les glycérols obtenus suite à l'utilisation du basalte à olivine et de la pouzzolane n'ont pas les aspects satisfaisants (Motto 2015).

1.4. LES HUILES VÉGÉTALES

1.4.1. Généralités

Une huile végétale est une substance extraite de la graine (ou du fruit oléagineux) et obtenue par première pression. Les huiles végétales représentent un vaste ensemble très varié de corps gras d'origine, de composition, de qualité et de goûts différents. Celles-ci sont présentées selon leurs caractéristiques physico-chimiques, leur mode de fabrication, leur composition en acides gras, en vitamines, en composés mineurs, leur intérêt nutritionnel et leurs usages. (Lecerf 2011).

Les huiles végétales peuvent être classées en 3 grandes catégories :

- les huiles saturées dans lesquelles on trouve les huiles de Coprah, de Palme et de Palmiste ; ces huiles sont résistantes à l'oxydation et présentent un bon indice de cétane, mais sont souvent très visqueuses, voire pâteuses aux températures moyennes (ce qui imposera un dispositif de pré-réchauffage pour les utiliser). (Lambert 2005)

- les huiles semi-siccatives, les plus nombreuses avec l'huile d'olive, d'arachide, de colza, moyennement visqueuses et les huiles de tournesol, soja, maïs, coton, carthame, plus fluides. (Lambert 2005)

- les huiles siccatives comprenant les chaînes carbonées les plus longues telles que l'huile de lin et les huiles de poisson (Lambert 2005)

1.4.2. Composition

L'huile ne se compose que de carbone (C), d'hydrogène (H) et d'un peu d'oxygène (O), dans les proportions variables (Lambert 2005). Contrairement aux

autres corps gras (beurre, margarine, crème fraîche, autres corps gras d'origine animale) qui contiennent une proportion variable d'eau, les huiles ne contiennent pas d'eau, mais près de 100 % de lipides. (Lecerf 2011).

Les huiles végétales sont constituées en grande proportion de triglycérides issus de l'assemblage des acides gras (90% à 95%) sur le glycérol (3% à 5%). Elles renferment également des pigments responsables de leur coloration. (Morin 2012) Toutefois la composition spécifique d'une huile végétale est fonction de l'origine des fruits dont elle a été extraite.

1.4.3. Intérêt des huiles végétales

1.4.3.1. Intérêt pour l'homme

La plupart peuvent être consommées tant par voie orale que par voie cutanée. Les propriétés bénéfiques des huiles végétales sont connues depuis l'antiquité, elles nourrissent, protègent et hydratent la peau. Contrairement aux crèmes hydratantes, les huiles végétales n'apportent pas d'eau à la peau mais forment une couche grasse qui empêche l'eau contenue dans la peau de s'évaporer. Elles préservent le film hydro-lipidique de la peau qui constitue une barrière défensive naturelle. Aussi elles sont utilisées pour l'alimentation ; en cuisine pour la préparation et l'assaisonnement des mets enfin, elles apportent à l'organisme l'énergie, les nutriments essentiels et les vitamines. (Motto 2015).

1.4.3.2. Autres intérêts

L'huile végétale chimiquement modifiée par réaction avec du méthanol peut produire un produit similaire au diesel (biodiesel) et de la glycérine en sous-produit. Les huiles végétales naturelles ont des propriétés énergétiques proches de celle du fuel (environ 9,2 kWh par litre, c'est-à-dire entre l'essence 8,6 kWh et le gazole 9,8 kWh). (Lambert 2005). Elles ne sont pas un substitut direct de l'essence mais plutôt du gazole. De plus, elles se mélangent bien aux fuels aussi, la qualité requise en tant que carburant n'est pas aussi exigeante que pour

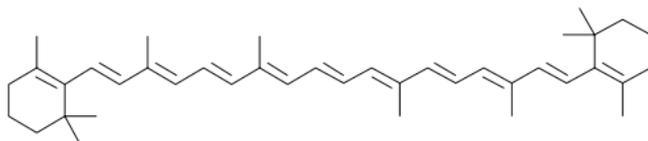
l'alimentation humaine. Une huile impropre et toxique à la consommation humaine peut être utilisée comme biocarburant (Vaitilingom 2007). L'utilisation des huiles végétales pour la production de biocarburant a aussi un avantage écologique car le procédé ne génère pas de déchets indésirables. Au contraire, les sous-produits de la réaction sont utilisables dans plusieurs domaines tels que l'agriculture et l'élevage (Vaitilingom 2007).

1.4.4. Les huiles locales utilisées pour la production du glycérol

Tout d'abord les huiles utilisées doivent contenir en grande quantité les acides gras en C12 et en C14. Les huiles sont choisies en fonction de leur coût de production. Les huiles aux prix les plus bas sont les plus favorisées. Dans le même ordre d'idée, les huiles usées recyclables sont souvent choisies, de même que les huiles non comestibles des abattoirs. Un autre critère est la valorisation des coproduits qui permet de réduire le prix de vente du biodiesel synthétisé (Foé 2012).

1.4.4.1. Huile de palme

L'huile de palme est extraite des fruits de palmiers à huile, qui est un arbre de la famille des Acéracés. L'arbre porte des régimes sur lesquels sont fixés des noix de palme. L'huile extraite de ces noix est appelée huile de palme ou communément huile rouge orange (Kapseu et *al.* 1997, Mboui 2003, Bike 2010). Le pigment responsable de cette coloration orangée est le β -carotène de formule :



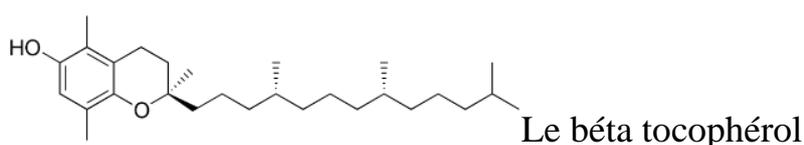
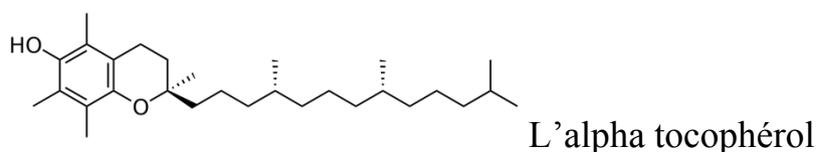
L'huile de palme est constituée des acides gras suivants :

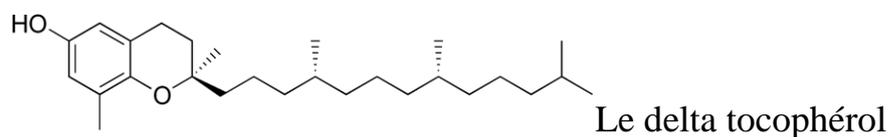
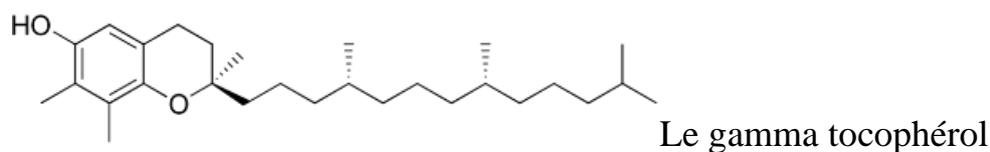
Table 4: Composition de l'huile de palme

Acide gras	Nombre d'atome de carbones : nombre d'insaturations	Masses molaires	% masse
Acide laurique	12 :0	200,31	0,1
Acide myristique	14 :0	228,36	1
Acide palmitique	16 :0	256,42	43,5
Acide stéarique	18 :0	284,477	4,3
Acide erucastique	21 :1	310	0,5
Acide oléique	18 :1	282,44	36,6
Acide palmitoléique	16 :1	254,39	0,3
Acide linoléique	18 :2	280,43	9,3
Acide alpha- linoléique	18 :3	278,41	0,2

1.4.4.2- Huile de palmiste

Cette huile est tirée des graines de la noix de palme. Ces graines sont appelées amandes ou palmistes et contiennent 43 à 51 % d'huile, qui extraite, est appelée huile de palmiste. Cette huile est de couleur blanc-jaunâtre. Elle a une consistance crèmeuse et fond à une température de 34-35°C. Son aspect solide à température ambiante se justifie par la présence d'acides gras saturés ayant des chaînes carbonées de plus de 10 atomes de carbone. (Motto 2015). Le pigment responsable de cette coloration est le tocophérol on en distingue 4 types dont les structures sont :





La composition chimique de l'huile de palmiste est contenue dans le tableau suivant :

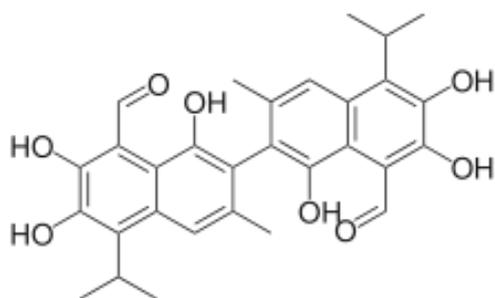
Table 5: Composition chimique de l'huile de palmiste (Mboui 2003).

Acide gras	Nombre d'atome de carbones : nombre d'insaturations	Masses molaires	% masse
Acide laurique	12 :0	200,31	41-55
Acide myristique	14 :0	228,36	14-18
Acide palmitique	16 :0	256,42	6,5-10
Acide caprique	10:0	172,26	2,6-8
Acide caprylique	8 :0	144,21	2,4-6,2
Acide oléique	18 :1	282,44	19

1.4.4.3. Huile de coton

L'huile de coton provient à la fois des graines et des fibres de coton. La quantité d'acide gras qu'on y trouve varie en fonction de la variété de coton et de certains paramètres de croissance tels que la température (Motto 2015). Le pigment responsable de la coloration jaune orange est le gossipol dont la formule

est la suivante :



L'huile de coton est principalement constituée d'acide linoléique (52 %), d'acide oléique (22 %) et d'acide palmitique (24 %). (Atashili 2011) comme l'illustre le tableau suivant :

Table 6: composition chimique de l'huile de coton

Acide gras	Nombre d'atome de carbones : nombre d'insaturations	Masses molaires	% masse
Acide linoléique	18 :20	20,31	41-55
Acide palmitique	16 :0	256,42	6,5-10
Acide oléique	18 :1	282,44	19

Les paramètres physico-chimiques caractérisant l'huile de palme, l'huile de palmiste et l'huile de coton sont regroupés dans le tableau ci-après.

Table 7: Propriétés physiques de quelques huiles végétales (Nguekeu 2008)

	Masse volumique à 200°C (en g/cm ³)	Indices de Réfraction	Viscosité (UGGS) 500°C	Chaleur de fusion (Cal/g)	Point de fusion (°C)
Huile de palme	0,895 - 0,900	1,453 - 1,458	25 – 31	25,8	27-45
Huile de palmiste	0,899 - 0,913	1,450 - 1,452	17-20	32,0	23-30

Huile de coton	0,917-0,925	1,470-1,473	21-23	16,8	10,0-15,5
----------------	-------------	-------------	-------	------	-----------

Table 8: Propriétés chimiques de quelques huiles végétales (Mankah, 2012).

	% d'acides gras	Indice d'acidité	Indice de saponification
Huile de palme	0,46	0,91	202,4
Huile de palmiste	0,71	1,40	244,4
Huile de coton	0,60	1,19	188,91

1.5. TRANSESTERIFICATION

1.5.1. Définition

La transestérification est le processus d'échange du groupe organique R'' d'un ester avec le groupe organique R' d'un alcool. La transestérification est une réaction chimique catalytique entre l'huile et un alcool (méthanol, éthanol...) dont le produit est un mélange d'esters et du glycérol (glycérine). Le mélange d'esters constitue du biodiesel. Cette réaction conduit pour 1 kg de glycérol à 9 kg de biodiesel, soit respectivement 10% et 90% (Delample 2010, Auneau 2011). Cette réaction est souvent catalysée par l'addition d'un acide ou d'une base. La réaction peut également être réalisée à l'aide d'enzymes (biocatalyseurs), en particulier des lipases.

1.5.2. Les facteurs influençant la réaction de transesterification

1.5.2.1. Rapport alcool / huile

La réaction de transestérification se fait dans deux sens (réaction de transestérification et de condensation). Pour déplacer l'équilibre dans le sens de la formation des esters, il faut un excès de l'un des réactifs (huile ou alcool). La stœchiométrie montre qu'il faut 3 moles d'alcool pour une mole de triglycéride. Cependant, la transestérification étant une réaction équilibrée, un excès important d'alcool permet de déplacer la réaction dans le sens de la formation des esters

d'acide gras et du glycérol. Ce rapport est très variable selon la nature de l'huile et du catalyseur utilisé. Toutefois, si le rapport alcool/huile est trop élevé, il y'a miscibilité alcool-glycérol et la séparation devient difficile. En catalyse basique, un rapport 6 :1 doit être utilisé (Berna 2009, Richard 2011, Dalila 2012).

1.5.2.2. Teneur en eau et en acide gras

Pour favoriser la réaction de transestérification en catalyse basique, les TG et l'alcool ne doivent pas contenir d'eau et l'huile ne doit pas contenir des acides gras libres (inférieur à 1%) car les réactions parasites se déroulent en présence de ceux-ci (saponification et salification ; les deux utilisant le catalyseur). Le savon empêche la décantation du glycérol (Richard 2011). Lorsque la quantité d'acide gras libre est élevée, il faut ajouter suffisamment de base pour neutraliser l'excédent. Pour également résoudre ce problème, il est conseillé d'utiliser un catalyseur acide pour l'estérification des acides gras libres suivi de la transestérification avec un catalyseur basique (Berna 2009).

1.5.2.3. Types de catalyseurs

Lors de la réaction de transestérification, la catalyse basique est la plus utilisée car elle est beaucoup plus rapide que celle acide. Le temps de réaction varie de 3 à 48 h pour une catalyse acide et de 1 h pour celle basique (Berna 2009). Les acides forts catalysent la réaction en donnant un proton au groupe carbonyle, ce qui en fait un plus puissant électrophile, tandis que les bases catalysent la réaction par élimination d'un proton à partir de l'alcool, ce qui rend plus nucléophile.

1.5.2.3.1. Catalyseurs basiques

On utilise plus NaOH, KOH et NaOMe dans les proportions de 0,5 à 1% de la masse totale ; avec un rendement de 95 à 99 % après 1 h de réaction et aux

températures de reflux de l'alcool. NaOMe est un catalyseur plus efficace que NaOH du fait que 0,5 % de NaOMe donne les mêmes rendements que 1% de NaOH lorsque le rapport molaire est de 3/1 ou 6/ 1. L'avantage du NaOMe est qu'il génère moins d'eau que le NaOH. L'eau pourra saponifier les esters formés, diminuant ainsi le rendement de la réaction. Les réactions de transestérification sont mises en œuvres généralement au voisinage de la température d'ébullition de l'alcool utilisé, à pression atmosphérique. Mais, ces catalyseurs sont utilisés lorsque l'huile est non acide (Berna 2009).

1.5.2.3.2. Catalyseurs acides

Les plus utilisés sont des acides minéraux HCl, H₂SO₄. Si l'huile utilisée contient beaucoup d'acides gras libres, le catalyseur basique est détruit car utilisé pour former le savon. Cependant, le catalyseur acide permet à la fois la transestérification et l'estérification des acides gras libres. Ces catalyseurs sont rarement utilisés du fait de leur moindre réactivité et des risques élevés de corrosion des installations industrielles (Berna 2009).

1.5.2.4. Température et temps de réaction

En catalyse basique, lorsque la réaction se déroule à température plus élevée (240°C) et à 9000kPa, le traitement de l'huile n'est plus nécessaire car à ces conditions, se déroulent les réactions de transestérification et d'estérification. Cependant, dans le cas de la catalyse acide, une élévation de température permet d'accélérer la vitesse de réaction (Berna 2009).

1.5.3. Applications

- La transestérification est utilisée en laboratoire pour connaître la composition d'une huile par chromatographie en phase gazeuse.
- La transestérification est utilisée dans la fabrication de biocarburants. En transestérifiant l'huile de colza avec du méthanol, on obtient, après

séparation avec la glycérine, du biodiesel qui a quasiment les mêmes propriétés que le diesel.

- La plus grande application à grande échelle de transestérification est dans la synthèse de polyesters.
- Il est également utilisé pour convertir les graisses (triglycérides) dans le biodiesel. Cette conversion a été une des premières utilisations.

1.6. L'ADSORPTION

1.6.1. Définition

Le terme « adsorption », a été proposé pour la première fois par Kayser en 1881, pour différencier entre une condensation de gaz à la surface et l'absorption (Souad 2008). L'adsorption est un phénomène spontané qui se produit dès qu'une surface solide est mise en contact avec un gaz ou un liquide. Le solide est appelé adsorbant et la substance qui est adsorbée est l'adsorbat. L'adsorption est un processus au cours duquel l'adsorbat (gaz ou liquide) vient se fixer sur la surface d'un adsorbant (Creanga 2007).

Le phénomène inverse par lequel les molécules adsorbées sur une surface s'en détachent ; notamment sous une élévation de la température ou de la baisse de pression se nomme désorption (Sambou 2005, Hàjek 2009). Selon la nature des interactions qui retiennent l'adsorbat sur la surface de l'adsorbant, l'adsorption peut être classée en deux familles : l'adsorption physique ou physisorption et l'adsorption chimique ou chimisorption.

1.6.1.1. Adsorption physique

Encore appelé physisorption, l'adsorption physique est un processus réversible (équilibre d'adsorption et de désorption) qui ne conduit pas à une modification de l'identité chimique de la molécule adsorbée. On peut la comparer au dépôt de buée sur une paroi froide ; la physisorption se fait à des températures assez basses et voisines du point d'ébullition de la phase adsorbée. Elle met en

jeu des forces d'interactions très faibles entre l'adsorbat et l'adsorbant. Parmi ces forces, on peut citer :

- les forces de dispersion de Van Der Walls ;
- les forces polaires résultant de la présence de champ électrique dans les micropores
- les liaisons hydrogènes dues aux groupements hydroxyle ou amine

Dans ce processus, le temps de rétention est court et la surface du matériau peut être recouverte de plusieurs couches (Bouziane 2007).

1.6.1.2. Adsorption chimique

L'adsorption chimique implique le partage ou l'échange des électrons entre l'adsorbat et l'adsorbant. Elle met en évidence les forces chimiques dues à la redistribution des électrons entre la surface solide et les particules d'adsorbat. L'énergie mise en jeu au cours d'un processus de chimisorption est plus conséquente que celle mise en jeu au cours d'un processus de physisorption soit une enthalpie d'adsorption de l'ordre de 200 kJ/mol contre 30 kJ/mol. Elle peut donc conduire à une purification extrêmement poussée des fluides traités.

Pour la chimisorption, la fixation de l'adsorbat à la surface du solide est généralement irréversible, elle est favorisée dans les conditions de température élevée. Ici, le temps de rétention est long et seule la première couche liée à la surface de l'adsorbant est chimiquement adsorbée, les autres couches sont retenues par physisorption (Bouziane 2007).

Table 9: Quelques différences entre physisorption et chimisorption

	Physisorption	Chimisorption
Type de liaisons	Van Der Waals	Ionique ou covalente
Energie de liaison	Faible	Forte
Réversibilité	Facile	Difficile

Type de couche	poly-moléculaire	Mono-moléculaire
Chaleur d'adsorption kJ/mol	30-50	100-500
Température	Basses températures	Températures élevées

1.6.2. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption

Un grand nombre de paramètres et de propriétés du support et du substrat peuvent influencer le processus d'adsorption et notamment la capacité et la cinétique de rétention d'une substance sur un support. Il s'agit des paramètres suivants :

1.6.2.1. STRUCTURE DE L'ADSORBANT

Elle joue un rôle déterminant dans la fixation du substrat, par la taille de ses particules. En effet plus la taille est petite plus la surface de contact sera grande. Ce qui va alors augmenter son pouvoir de rétention. En outre, cette surface s'accroît lorsque le support est poreux. Les solides dans les milieux naturels (argiles, silice..) possèdent des surfaces spécifiques variables avec l'état physicochimique du milieu aqueux (ph, nature des cations liés, saturation de la surface par les molécules organiques...). Ainsi certaines argiles comme les bentonites (montmorillonite par exemple) ont une surface, accessible à la plupart des molécules, variant de 40 à 800m².g⁻¹ ; leur capacité d'adsorption est très variable mais constitue le paramètre essentiel de la régulation des échanges et de la mobilité des éléments dans le milieu naturel. Les adsorbants industriels (essentiellement les charbons actifs) développent des surfaces spécifiques énormes 600 à environ 1200 m².g⁻¹ caractéristiques d'une très forte microporosité.

La porosité totale d'un solide correspond au rapport entre le volume de l'ensemble des pores et le volume total du même solide. La taille des pores à la

surface de l'adsorbant est un facteur déterminant pour la capacité d'adsorption. On distingue trois types de pores :

- Les micropores : ils ont un diamètre inférieur à 2 nm ; et constituent 95% de la surface totale.
- Les mésopores : ils ont un diamètre compris entre 2 et 50 nm, ils constituent pratiquement 5% de la surface totale.
- Les macropores : ils ont un diamètre supérieur à 50 nm ; ils ne sont pas utilisés dans le phénomène d'adsorption car leur contribution à la surface n'excède pas 0.5 m²/g (Bouziane 2007).

Pour accroître la capacité d'adsorption, il faut que les dimensions de l'adsorbant et la taille des pores de l'adsorbant soient similaires (Bansal et *al.* 2005). La capacité d'adsorption de la molécule à éliminer est proportionnelle à la surface spécifique de l'adsorbant. Plus la surface est importante, plus grande sera la quantité de molécules adsorbées. Il convient d'utiliser un adsorbant majoritairement microporeux (diamètre de pores 2nm) pour la plupart des applications en traitement de l'air afin d'obtenir une bonne adsorption.

1.6.2.2. Influence de l'adsorbant

D'après la règle de LUNDENIUS moins une substance est soluble dans le solvant, mieux elle est adsorbée ceci à cause de la compétition entre l'adsorption et la solubilité (Creanga 2007).

D'après la règle de Traube l'adsorption à partir des solutions aqueuses croît lorsqu'on parcourt une série d'homologues. Dans une solution multi composée la compétition de plusieurs espèces pour l'occupation par adsorption des sites actifs réduit les quantités adsorbées dans la solution donnée. L'adsorption préférentielle des composés organiques à solubilité limitée est importante avec des adsorbants hydrophobes (Errais 2011).

1.6.2.3. Influence du pH

Le pH est un paramètre prédominant qui a un effet non négligeable sur les caractéristiques de l'adsorption. Il affecte la charge à la surface de l'adsorbant, le degré d'ionisation de l'ion et la solubilité de ce dernier en solution. Ainsi, dans l'adsorption l'on doit tenir compte du pH de l'adsorbant dont la mesure est exprimée par le point de la charge nulle (PCN). C'est le point pour lequel il n'existe aucune charge discernable sur la surface de l'adsorbant. Si le pH d'une solution est inférieur au PCN de l'adsorbant, la surface de ce dernier possède des charges positives. Dans le cas contraire, elle est chargée négativement (Delamplé 2010, Auneau 2011). Dans la plupart des cas, les meilleurs résultats sont acquis aux pH les plus faibles. Cette propriété s'applique particulièrement à l'adsorption de substances acides ou moléculaires.

1.6.2.4. Influence de la température

Les processus de l'adsorption qui ne se compliquent pas par des réactions chimiques s'accompagnent toujours de dégagement de chaleur de sorte qu'avec une augmentation de la température le phénomène de désorption devient dominant. Par contre, pour une adsorption activée (chimisorption), l'équilibre d'adsorption n'est pas atteint rapidement, et l'augmentation de la température favorise l'adsorption. (Ndasse 2013)

1.6.2.5. Polarité

Un soluté polaire aura plus d'affinité pour un solvant ou pour l'adsorbant le plus polaire. L'adsorption préférentielle des composés organiques à solubilité limitée en solutions aqueuses d'hydrocarbures, dérivés chlorés, phénols et autres dérivés benzéniques (charbons actifs, polymères poreux). Elle est par contre insignifiante avec les adsorbants polaires très hydrophiles (gel de silice, alumine). (Ndasse 2013)

1.6.3. Exemple d'adsorbant : pouzzolane

L'efficacité d'adsorption est fonction des natures de l'adsorbant et de la molécule piégée. Des modifications de la capacité d'adsorption peuvent être apportées par différents traitements chimiques ou thermiques. Trois types de support sont préférentiellement utilisés les charbons, les gels de silice et les polymères poreux. Toutefois il en existe d'autres tels que le basalte et la pouzzolane.

Le terme pouzzolane vient de pouzzoles, un port italien riche en sable volcanique, situé aux pieds du vésuve, le célèbre volcan encore actif. Cette roche était déjà célèbre dans l'antiquité en raison de ses qualités reconnues dans la fabrication du béton romain résistant à l'eau (**Fosso 2013**). La pouzzolane est une roche naturelle constituée par des scories (projections) volcaniques basaltiques ou de composition proche. (Maufras et Panckoucke, 1847). Roche siliceuse d'origine volcanique, la pouzzolane est faiblement agglomérée, friable (peut être réduite en poudre). Elle possède une structure alvéolaire qui caractérise une roche très légère et sa couleur varie du gris au rougeâtre. On la trouve donc dans toute région volcanique. Il existe au Cameroun plusieurs gisements de pouzzolane volcanique, notamment autour du Mont Manengouba, du Mont Cameroun, dans les régions de Foumbot, Djoungo, Kumba, et les plateaux de l'Adamaoua (**Ndassé 2013, Motto 2015**).

Selon son origine, la pouzzolane est composée chimiquement dans des proportions variables des oxydes de silice ; des oxydes de fer, des oxydes d'aluminium, des oxydes de sodium, de calcium, de magnésium, de soufre, de potassium. (**Boualla 2011**)

Elle est utilisée pour le jardinage, les constructions, le béton de chanvre, l'aquariophilie afin de filtrer l'eau car cette pierre est poreuse et constitue un bon support bactérien, l'assainissement non collectif (utilisée sous forme de pierre de 20 à 50 mm comme filtre dans les fosses) et les routes. Elle permet de protéger le

réseau d'épandage contre les départs de matières en suspension. La pouzzolane doit être sortie et lavée à eau vive 1 à 2 fois par an (**Maufras et al. 1847**).



Figure 1. Aspect de la pouzzolane

CHAPITRE 2 : MATERIEL, RÉACTIFS ET METHODES

2.1. MATÉRIEL ET RÉACTIFS

2.1.1. Matériel

- 3 ballons bicolis de 500 mL
- 2 barreaux aimantés
- Un erlenmeyer de 500 mL
- Une colonne pour le chauffage à reflux
- 2 agitateurs magnétiques à agitation réglable avec chauffage de marque IKA RH basic pour homogénéiser les mélanges réactionnels et réaliser le processus d'adsorption
- Un bain marie
- Un thermomètre pour contrôler la température du milieu
- Un chronomètre pour contrôler le temps
- Une ampoule à décanter pour séparer les mélanges biodiesel glycérol brut
- 3 béchers de 600 mL
- 3 béchers de 250 mL
- une balance électronique de précision 0,1 de marque COBOS
- deux ballons monocols de 500 mL
- Un rotavapeur à température et rotation réglable
- 2 béchers de 250 mL
- Deux petites boîtes
- Une balance électronique de précision 0,001 de marque K AND NF 200 pour des pesées
- Une éprouvette graduée
- Une fiole jaugée de 100 mL
- Une fiole jaugée de 50 mL
- Rotavapeur de marque Heidolph pour séparer l'éthanol des glycérols
- Bécher de 1000 mL
- Conductimètre

- Étuve de marque MEMMERT pour le séchage du produit
- Papier pH pour la détermination des pH
- Spectrophotomètre IR de marque ALPHA de la firme BRUKER pour la caractérisation de la pouzzolane traitée;

2.1.2. Réactifs

- 1L d'huile de palme provenant des villes de Dschang de la région de l'ouest Cameroun et de Matomb de la région du centre Cameroun
- 1L d'huile de palmiste acheté au marché acacias de la ville de Yaoundé, Cameroun
- 1L d'huile de coton (Djamaor) acheté dans une alimentation à Ngoa-kellé de la ville de Yaoundé, Cameroun
- 1L d'éthanol du laboratoire de chimie organique de l'École normale de Yaoundé I
- Des pastilles de soude caustique du laboratoire de chimie organique de l'École normale de Yaoundé I.
- Éthanol 98 % ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
- Éthanol absolu ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
- Eau distillé
- Hexane 95%
- Une solution aqueuse de NaOH (5M)
- L'acide ortho-phosphorique 85%
- Pouzzolane en poudre
- Solution d'hydroxyde de Sodium NaOH 0,1M
- Solution d'acide chlorhydrique (33%) HCl 0,1M
- Permanganate de potassium KMnO_4 0,05 N
- Acide sulfurique concentré H_2SO_4
- Liqueur de Fehling

2.2. MÉTHODE

2.2.1. Réaction de transestérification des huiles végétales

500 g d'une huile ont été pesés à l'aide d'une balance électrique puis ont été introduits dans un ballon à deux ouvertures (voir figure 1) le barreau aimanté y est ajouté; le ballon est ensuite introduit dans un bain marie préalablement chauffé à 70°C sur un agitateur magnétique et l'agitation réglée à 500 **rpm**.



Figure 2. Montage à reflux pour la réaction de transestérification

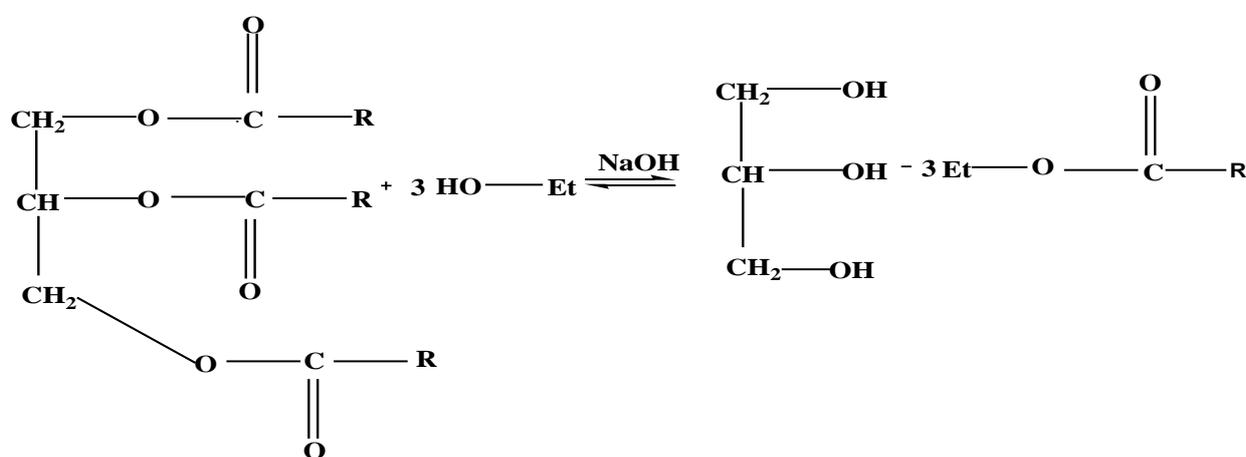
Par ailleurs une masse d'éthanol préalablement calculée propre à chaque huile est pesée à l'aide d'une balance de même que 2,5g de soude caustique et l'ensemble est introduit dans un erlenmeyer avec un barreau aimanté puis porté à agitation et chauffage sur un agitateur magnétique. Les volumes d'éthanol sont les suivants :

Table 10: masse des réactifs

Huile	Palme	Palmiste	Coton
Masse d'huile	500g	500g	500g
Masse d'éthanol (rapport 1 :8) (g)	211,5645	251,28407	216,1568
Masse de soude (g)	5	5	5

Lorsque la température de l'huile a atteint 70°C, la colonne de réfrigération est montée, le robinet ouvert, le mélange éthanol soude est ajouté au ballon d'un coup par la deuxième ouverture du ballon qui sera immédiatement refermée. La réaction dure 2h30 et la température a été maintenue entre 60 et 70°C. Après 2h30, le contenu du ballon est introduit dans une ampoule à décanter pendant 2 à 3 heures puis chaque phase est recueillie dans un bécher de 600 mL pour les EEHV et de 250 mL pour le glycérol brut, pesée puis chaque bécher est étiqueté. Ce protocole est valable pour l'huile de palme, de palmiste et de coton.

La réaction qui se produit est la suivante :



2.2.2. Séparation du mélange éthanol-glycérol brut-eau

Le glycérol brut est introduit dans un ballon de 500mL puis porté au rotavapeur à une température de 113°C et une agitation de 80 rpm (voir figure 2). Après quelques heures lorsqu'on ne voit plus des gouttes dans le ballon qui recueille l'eau et l'éthanol, on arrête la rotation et le chauffage.

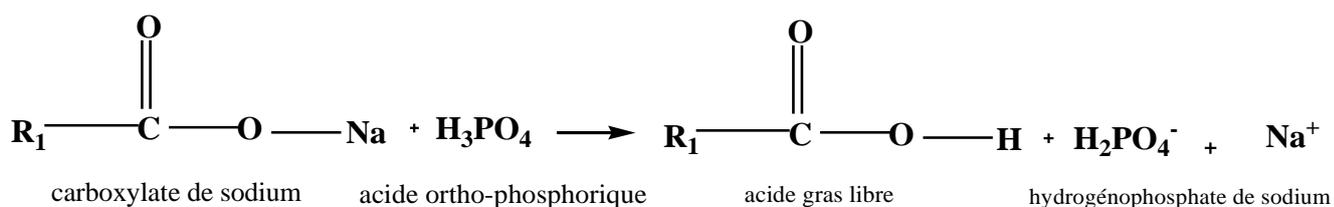


Figure 3. Évaporation de l'éthanol et de l'eau au rotavapeur

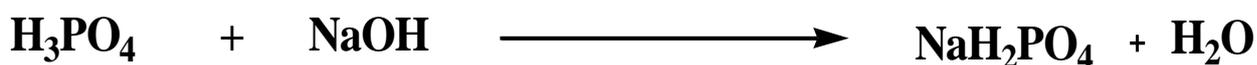
Le reste de glycérol brut est introduit dans un béccher que l'on pèse puis on étiquette; il en est de même pour l'éthanol et l'eau recueillis. Puis les absorbances des glycérols bruts obtenus sont ensuite mesurées.

2.2.3. Acidification et neutralisation

Le glycérol brut de l'une des trois huiles est introduit dans un béccher de 250mL et déposé sur un agitateur magnétique; le pH est mesuré à l'aide du papier pH. L'acide phosphorique est ajoutée mL par mL au béccher à l'aide de la pipette; à chaque fois le pH est mesuré à l'aide d'un papier pH ceci jusqu'à ce qu'on obtienne une couleur indiquant un pH compris entre 1 et 2. L'ensemble est laissé au repos pendant environ 12 heures. La couche qui se forme au-dessus a délicatement été retirée à l'aide d'une spatule pour les glycérols d'huile de palme et de coton et à l'aide de l'ampoule à décanter pour le glycérol d'huile de palmiste. La réaction entre l'acide ortho-phosphorique et les glycérides (mono, di et triglycérides) est la suivante :



Puis les absorbances des glycérols obtenus sont mesurées. Par la suite, l'excès d'acide ortho-phosphorique contenu dans la phase en-dessous a été neutralisé par une solution aqueuse d'hydroxyde de Sodium 5M. Cette opération s'est faite grâce à une pipette et le pH est mesuré après chaque ajout grâce au papier pH jusqu'à ce que pH=7 et l'ensemble est pesé. La neutralisation s'est faite suivant l'équation :



Les mêmes opérations sont faites avec les deux autres échantillons de glycérol.

2.2.4. Extraction du glycérol à l'éthanol

Un bécher contenant le glycérol précédemment recueilli de l'une des trois huiles est placé sur un agitateur magnétique et l'éthanol absolu est ajouté dans le rapport éthanol : glycérol 2 :1. L'ensemble a été agité pendant environ 60minutes puis une fois retiré, le bécher est déposé et la solution est laissée au repos pendant deux heures, temps durant lequel les sels précipités et le liquide forment deux phases. Par la suite la couche de glycérol surnageant est décantée avec précautions et introduite dans un bécher propre tandis que la couche de sel est pesée. Le solvant est alors récupéré par évaporation de la solution (glycérol éthanol) au rotavapeur à 80°C pendant 1 heure (voir figure 2). Le glycérol et l'éthanol ainsi séparés sont pesés et leurs masses notées.

La même opération est faite avec les deux autres échantillons de glycérol. Puis les absorbances des glycérols obtenus sont ensuite mesurées.

2.2.5. Traitement de l'adsorbant

100 g de poudre de pouzzolane sont introduits dans un b cher de 1000 mL et 500 mL d'eau distill e sont ajout es. L'ensemble est m lang    l'aide d'un agitateur (IKA Werke, Allemagne)   une vitesse de 500 trs/min pendant 30 minutes. Le pH de la suspension est mesur    l'aide d'un papier pH et ajust    3 par addition goutte   goutte de la solution de HCl, 0,1 M. L'ensemble est laiss  au repos pendant deux heures. Apr s deux heures, le surnageant est  limin  et au d p t de pouzzolane restant l'eau distill e a  t  ajout e puis l'ensemble est laiss  au repos encore pendant deux heures. L'addition d'eau distill e suivie de la d cantation est r p t e plusieurs fois jusqu'au moment o  la conductivit  du surnageant mesur e   l'aide d'un conductim tre (WTW 330i, Allemagne) est  gale   la conductivit  initiale de l'eau distill e.

Lorsque la conductivit  est  gale   celle de l'eau distill e, la p te de pouzzolane restante est s ch e   l' tuve (Heraeus, Allemagne)   105  C pendant 24 heures). Apr s 24 heures le b cher est retir  de l' tuve.

2.2.6. Adsorption

Un  chantillon de glyc rol est introduit dans un b cher; le volume est not  puis la masse est d termin e sur la balance  lectronique (la masse du b cher a pr alablement  t  not e). L' chantillon de glyc rol est ensuite introduit dans une bouteille; l'hexane est ajout e dans le rapport volumique 1 :1 et l'adsorbant aussi est ajout    2% de la masse de glyc rol introduit. La bouteille est referm e et l'ensemble a  t  agit    la main pendant 10 minutes environ avant d' tre par la suite introduit dans un bain marie agit  et chauff    50 C pendant une heure. Par la suite, le contenu de la bouteille est filtr  sous vide   chaud   l'aide d'un papier filtre et le filtrat recueilli est plac    l' tuve   105 C pour  liminer le reste d'hexane et les traces d'eau. Apr s l' tuve, les  chantillons de glyc rol sont pes s, les volumes not s; et la m me op ration est faite avec les deux autres  chantillons de glyc rol. Puis les absorbances des glyc rols obtenus sont ensuite mesur es.

2.2.7. Détermination de la masse volumique et du pourcentage de décoloration

2.2.7.1. Détermination de la masse volumique

Les glycérols obtenus sont introduits dans des éprouvettes propres préalablement pesées; puis les masses sont déterminées à l'aide d'une balance électronique et les volumes sont lus sur l'éprouvette. Enfin la masse volumique est déterminée par la relation $\rho = \frac{m}{v}$. La même opération est faite pour chaque glycérol pur obtenu.

2.2.7.2. Détermination du pourcentage de décoloration

Le pourcentage de décoloration est déterminé en utilisant la formule suivante :

$$p = \frac{A(i) - A(f)}{A(i)} \times 100$$

Où A(i) est l'absorbance initiale

A(f) est l'absorbance finale

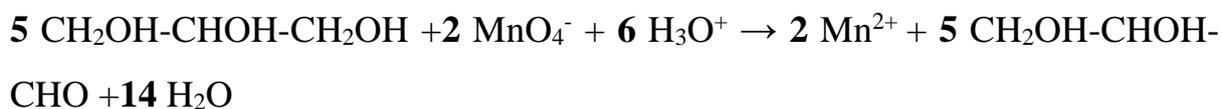
2.2.8. Détermination du pH

La détermination du pH est approximative car elle a été faite à l'aide du papier pH. Un bout de ce dernier est imbibé de quelques gouttes de glycérol et la teinte prise par ce dernier est comparée à l'une des teintes fournies par le fabricant et le pH correspondant est noté.

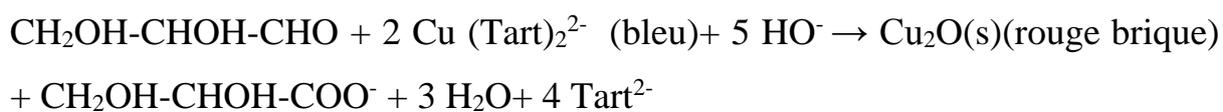
2.2.9. Test d'identification du glycérol

Pour caractériser le glycérol obtenu, nous l'avons tout d'abord séché à l'étuve pendant une à deux heures puis il a été oxydé en aldéhyde par action du permanganate de potassium acidifié puis nous avons effectué le test à la liqueur de Fehling pour confirmer la présence du groupement carbonyle. Pour ce faire 1ml de glycérol a été introduit dans un flacon et dans un autre tube 1 ml d'eau distillée. 0,5 mL d'une solution de permanganate de potassium (0.05 N) acidifiée et environ 0.05 g de cristaux de soude sont ajoutés à l'ensemble. Par la suite, 1 mL de liqueur de Fehling est ajouté dans chaque tube et les mélanges sont

chauffés légèrement. On observe la formation d'un précipité rouge-brique de Cu_2O dans le premier tube (Ndassé, 2014). Les équations chimiques sont les suivantes :



Lorsqu'on ajoute la liqueur de Fehling:





CHAPITRE 3 : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

3.1. RÉSULTATS DE LA RÉACTION DE TRANSESTÉRIFICATION DES HUILES VÉGÉTALES

3.1.1. Glycérols bruts et biodiésel obtenus

Les trois huiles sont colorées ceci est dû à la présence de pigments β -carotène (huile de palme) ; tocophérol (huile de palmiste) ; gossipol (huile de coton). Les trois huiles ont directement subies la réaction de transestérification grâce à un montage à reflux. On observe dans l'ampoule à décanter deux phases voir figure 3) :



Figure 4. Résultat transestérification des huiles de palme, palmiste et de coton

Ces deux phases constituent respectivement le biodiesel en haut car moins dense et le glycérol en bas car plus dense. De plus on constate que la phase du dessous est plus colorée preuve que celle-ci renferme des pigments. Les deux phases une fois séparées ont été pesées et les masses sont données dans le tableau 11 :

Table 11: résultats de la transestérification

Huiles	Masse initiale d'huile (g)	Masse de biodiesel obtenu (g)	Couleur	État physique	Masse de glycérol brut obtenu (g)	Masse de glycérol brut attendu (g)	Rendement (%)
Palme	500	468,6	Brun	Liquide	212,3	51,84	409,529
Palmiste	500	475,6	Brun foncé	Liquide	166,8	61,134	272,84
Coton	500	453,7	Jaune Orangé	Liquide	189,5	52,38	361,78

Ces rendements largement supérieurs à 100 prouvent que les glycérols bruts obtenus ne sont pas purs ; ils contiennent l'éthanol, l'eau, le savon, quelques acides gras libres et les pigments.

3.1.2. Glycérols bruts après séparation au rotavapeur

Les glycérols bruts obtenus après séparation à l'évaporateur rotatif ont les aspects physiques suivants (voir figure 4) :



Figure 5. Aspect des glycérols bruts obtenus

Cette opération s'est faite au rotavapeur (voir figure 2) réglé à une température de 115°C et 80 rpm et les résultats sont dans le tableau 12 :

Table 12: résultats de la séparation au rotavapeur

Glycérol brut	Masse de glycérol brut attendu (g)	Masse de glycérol brut obtenu (g)	Couleur	État physique	Longueur d'onde pour la mesure (nm)	Absorbances	Rendement (%)
GBP	51,84	123,7	Brun foncé	Liquide légèrement laiteux	450	4,52	238,61
GBPt	61,134	139,152	Brun clair	Liquide	365	4,92	227,618
GBC	52,38	129,5	Orange clair	Liquide	380	4,02	247,23

Les rendements obtenus à cette étape montrent qu'une quantité d'éthanol et d'eau a été évaporée. Cependant ces rendements toujours supérieurs à 100 prouvent qu'il y a encore des résidus d'éthanol et d'eau et aussi, le savon, quelques acides gras libres et les pigments. Les absorbances sont élevées ; les glycérols obtenus sont colorés ceci à cause de la présence des pigments tels que les caroténoïdes dans le glycérol d'huile de palme ; du tocophérol dans GP et du gossipol dans le glycérol d'huile de coton.

3.2. GLYCÉROLS OBTENUS APRES ACIDIFICATION ET NEUTRALISATION

3.2.1. Glycérols après acidification

L'acide ortho-phosphorique ajoutée provoque la formation de deux phases comme le montrent les figures 6 et 7:



Figure 6. Aperçu des glycérols après acidification



Figure 7. Acides gras recueillis de l'acidification

Table 13: masses d'acides gras recueillis après acidification

Glycérol brut d'huile	De palme	De palmiste	De coton
Masse d'acides gras recueillies (g)	93,9	8,2	34,2

Ces phases peuvent s'expliquer par le fait que l'acide ortho-phosphorique a réagi avec les mono, di, et /ou triglycérides présents dans la phase contenant le glycérol pour donner les acides gras libres (RCOOH). La couche formée est un solide jaunâtre dans le glycérol d'huile de palme et de coton ceci est dû à la présence des ions H^+ provenant de l'acide ont convertis le savon en acide gras libre ; tandis que dans l'huile de palmiste on a plutôt un liquide orangé avec un petit dépôt au fond du bécher ceci peut être dû au fait tout le savon n'a pas été acidifié. Ces résultats sont voisins de ceux obtenus par Mankah au cours de

l'acidification car lors de l'acidification la couleur des glycérols a également changée lors de ses manipulations.

Table 14: Caractéristiques des glycérols obtenus après acidification

Glycérol	Longueur d'onde pour la mesure (nm)	Couleur du glycérol	État physique du glycérol	Absorbances après acidification A(f)	Pourcentage de décoloration %
GP	450	légèrement incolore	Liquide	0,094	97,92
GPt	365	Jaune clair	Liquide	0,820	83,33
GC	380	Légèrement incolore	Liquide	0,105	97,39

La mesure des absorbances montre que les glycérols obtenus sont moins colorés que ceux obtenus après la transestérification. La détermination du pourcentage de décoloration montre que l'acidification permet une décoloration des glycérols bruts à environ 90%. Ceci peut être dû au fait que les pigments ont une affinité pour les acides gras formés d'où la diminution de la couleur ou encore que ces derniers ont été entraînés par le savon dans la phase du dessus.

3.2.2. Glycérols obtenus après neutralisation et extraction à l'éthanol



Figure 8. Aspect des glycérols après neutralisation

Lors de cette étape, l'acide en excès a été neutralisé par la solution de NaOH. Puis l'ajout de l'éthanol a entraîné la formation de deux phases dont l'une

est liquide presque incolore et l'autre constituée d'un dépôt blanc. Ce dépôt constitue le dihydrogénophosphate de sodium de formule (NaH_2PO_4) sel de couleur blanche insoluble dans l'éthanol, l'eau et le glycérol. Les masses sont consignées dans le tableau 15:

Table 15: masses de glycérol et de sels récupérés après neutralisation

Glycérol	$m_{\text{(glycérol)}} \text{ (g)}$	$m_{\text{(dépôt)}} \text{ (g)}$
GP	93,1	32,7
GPt	126,2	13,1
GC	79,6	49,8

On constate que la masse de glycérol dans chaque cas a encore diminuée ceci montre que les acides gras et les savons ont été retirés du milieu. Les glycérols recueillis ont les caractéristiques suivantes voir tableau 16.

Table 16: Caractéristiques des glycérols après neutralisation et extraction à l'éthanol

Glycérol	Masse de glycérol attendu (g)	Masse de glycérol obtenu (g)	Couleur	État physique	Rendement (%)	Absorbances après neutralisation A(f)	Pourcentage de décoloration après neutralisation et extraction à l'éthanol %
GP	51,84	26,5	Incolore	Liquide	51,12	0,181	-92,55
GPt	61,134	104	Incolore	Liquide	170,11	0,908	-10,97
GC	52,38	64,7	Incolore	Liquide	123,52	0,258	-145,71

Le rendement de l'huile de palme est inférieur à 100 ceci peut être expliqué par le fait que l'huile de palme utilisée contenait beaucoup d'acides gras libres qui ont été éliminés lors de l'acidification.

Les rendements des glycérols des huiles de palmiste et de coton sont supérieurs à 100 (respectivement 170,11 et 123,52). Ceci peut être dû au fait que

ces glycérols contiennent encore des résidus d'acides gras libres qui n'ont pas pu être éliminés lors de l'acidification ou encore que ces derniers contiennent l'éthanol utilisé pour extraire le glycérol et ou l'eau qui s'est formée pendant la neutralisation.

La mesure des absorbances montre que les glycérols obtenus après neutralisation sont presque incolore mais ceux obtenus après extraction à l'éthanol et évaporation du solvant sont plus colorés que ceux obtenus après acidification et les pourcentages de décoloration après extraction sont négatifs preuve que l'absorbance après neutralisation et extraction est supérieure à l'absorbance après acidification ceci est dû au fait que certains pigments solubles dans l'éthanol sont restés dans le milieu et se sont concentrés augmentant de nouveau la couleur.

3.3. LA SPECTROSCOPIE IRTF DE LA POUZZOLANE TRAITÉE

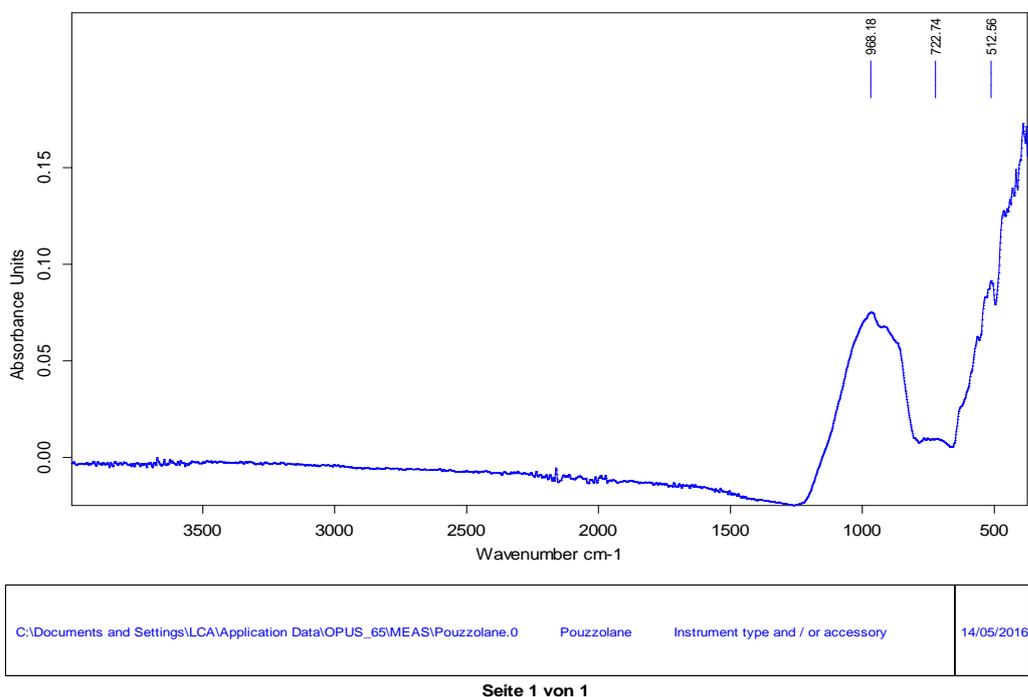


Figure 9. Spectre IRTF de la pouzzalane

Table 17: Quelques groupements fonctionnels à la surface de la pouzzolane traitée (Ndasse 2013)

Déplacement chimique (cm ⁻¹)	Groupe ment correspondant	
968,18	Al – OH Si-O	Déformation Élongation
722,74	Si- O [Si- O- (Mg, Al)] (Al, Mg)-O-H	Élongation
512,56	Fe-O-Fe	Deformation

Il ressort du Tableau 17 que la pouzzolane traitée contient les oxydes de silice, de fer, de magnésium, d'aluminium comme précisé dans la littérature. Cet adsorbant provient d'une carrière du village Mbouroukou, dans l'arrondissement de Melong, département du Mounjo de la région du Littoral Cameroun.

Nous constatons grâce à ce spectre qu'il y a une légère baisse d'intensité par rapport au spectre de Motto ; aussi on note la disparition de certains pics initialement présents avant le traitement de la pouzzolane il s'agit des pics des groupements alcool, des pics groupements carbonyles ; preuve que les molécules d'eau ont été éliminées lors du séchage à l'étuve (Motto 2015):

3.4. GLYCÉROLS OBTENUS APRÈS ADSORPTION SUR POUZZOLANE TRAITÉE



Figure 10. Aspect des glycérols après adsorption

Après adsorption, les échantillons ont été placés à l'étuve à 105°C afin d'éliminer à la fois l'hexane, les traces d'éthanol et d'eau. Les caractéristiques des glycérols purifiés sont consignées dans le tableau 18

Table 18 : caractéristiques des glycérols obtenus après adsorption

Glycérol	Couleur du glycérol	État physique du glycérol	Masse de glycérol attendu (g)	Masse de glycérol obtenu (g)	Absorbances après adsorption A(f)	Pourcentage de décoloration %	Rendement (%)
GP	Orange	Liquide visqueux	51,84	20,80	0,153	15,47	40,12
GPt	Orangé	Liquide visqueux	61,134	32,34	0,883	27,53	52,90
GC	Légèrement incolore	Liquide visqueux	52,38	30,64	0,230	10,85	58,50

Les rendements obtenus à cette étape sont inférieurs à 100. On peut dire que l'hexane, l'éthanol et l'eau aussi ont été retirés. Ces rendements ne sont pas très bons ceci peut être dû aux différents échantillons perdus et qui ont été utilisés pour la lecture des absorbances ou encore aux erreurs lors des différentes séparations entraînant la perte de petites quantités de glycérol. Ces rendements ne sont pas ceux attendus ceci peut être dû au fait que le rapport alcool/huile était trop élevé, il y'a eu miscibilité alcool-glycérol et la séparation n'a pas été totale après transestérification et évaporation de l'éthanol ou encore les traces de savon formé ont empêchées la décantation du glycérol.

La mesure des absorbances montre que les glycérols purs obtenus après adsorption ne sont pas très différents de ceux obtenus après extraction à l'éthanol. Ceci veut dire que les pigments des huiles sont toujours présents dans ces glycérols et que la pouzzolane traitée n'a pas adsorbé ces derniers et donc n'a pas pu décolorer le glycérol. Ce mauvais taux de décoloration peut être dû à la

compétition de plusieurs espèces pour l'occupation par adsorption des sites actifs réduisant ainsi les quantités adsorbées.

Aussi le pH du glycérol étant neutre (pH=7) et le PCN de la pouzzolane étant de 5,6 ce dernier n'a pas permis l'adsorption des pigments car lorsque le $\text{pH} > \text{PCN}$ la surface de l'adsorbant est chargée négativement et donc ce dernier ne peut adsorber que les substances positives ; enfin le contrôle de la température n'ayant pas été efficient, une augmentation de la température aurait favorisé le phénomène de désorption.

3.5. CARACTÉRISATION DES GLYCÉROLS OBTENUS : TEST D'IDENTIFICATION; MASSE VOLUMIQUE ET pH

Le test d'identification s'est fait et nous avons obtenu dans le tube contenant le glycérol un petit dépôt rouge preuve qu'il y a eu formation de l'aldéhyde lors de l'ajout du permanganate de potassium acidifié.

Les valeurs de pH et des masses volumiques des glycérols purs sont les données dans le tableau 19.

Table 19: Autres caractéristiques des glycérols obtenus

Glycérol	Masse volumique (g/cm ³)	pH
GP	1,227	6
GPt	1,314	7
GC	1,235	7

Les valeurs de pH montrent que les glycérols obtenus ne sont pas tous neutres seuls les glycérols d'huile de palmiste et de coton sont neutres; le dernier (GPP) est acide preuve qu'il contient encore des impuretés à caractère acide. Aussi les masses volumiques sont voisines de celles attendues donc les glycérols purifiés renferment encore quelques impuretés.

INTÉRÊTS PÉDAGOGIQUES

La présente étude nous a permis de :

- Nous familiariser avec le matériel et les techniques de laboratoire ceci nous sera utile sur le terrain pour les séances de travaux pratiques dans toutes les classes;
- Découvrir les compositions des huiles, leurs utilisations et les risques liés à leurs utilisations à certaines températures ceci nous aidera dans toutes les salles de classes pour l'amélioration de notre alimentation et de celle des apprenants
- Nous familiariser avec les outils informatiques et logiciels ce qui nous aidera à concevoir des épreuves, des planches et des documents administratifs
- De mieux comprendre et expliquer les notions de saponification; d'estérification dans les classes de Terminale C et D.

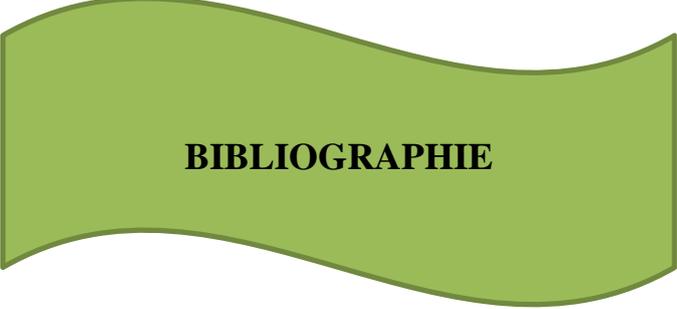


CONCLUSION ET PRESPECTIVES

Le but de notre travail était de purifier par adsorption sur la pouzzolane traitée le glycérol obtenu par réaction de transesterification des huiles de palme, de palmiste et de coton. De cette étude, il ressort que la réaction de transesterification permet effectivement la préparation du glycérol et du biodiesel. Aussi, il est à noter que l'acidification est l'étape ayant permis le meilleur pourcentage de décoloration : c'est une étape très importante dans le processus de décoloration du glycérol. Enfin, on peut noter que la pouzzolane traitée a décolorée à très faible pourcentage les glycérols d'huiles végétales dans l'ordre suivant : GPt (27,53%); GP(15,47%); GC(10,85%). Il en ressort que la pouzzolane n'est pas un adsorbant adapté pour la purification (décoloration) du glycérol obtenu par transesterification des huiles végétales.

Il est clair que la pouzzolane n'a pas permis de purifier le glycérol toutefois la mesure de l'indice de réfraction et viscosité pourrait nous permettre de tirer de meilleures conclusions sur la qualité du glycérol obtenu. Nous suggérons à l'avenir de

- ❖ Prétraiter les huiles en évitant de détruire ses constituants;
- ❖ Réduire le rapport molaire éthanol/huile lors de la transesterification;
- ❖ Contrôler les paramètres tels que le pH et la température lors de l'adsorption.
- ❖ Faire varier la taille de l'adsorbant



BIBLIOGRAPHIE

Auneau F, (2011) ; «Transformation du glycérol par catalyse homogène : aspects théoriques et expérimentaux» Thèse de doctorat, Université de Lyon, France

Atashili C., (2011) « Application of the response surface methodology to optimise the formulation of a mixture of vegetable oils for quality laundry soap production», Master, National school of Agro-Industrial Sciences, University of Ngaoundéré, Ngaoundéré -Cameroun.

Ayman KARAM, (2010) « Le glycérol une matière première renouvelable pour la préparation catalytique de nouveaux produits »Thèse de doctorat ; Ecole doctorale : science pour l'environnement GAY LUSSAC ; Ecole nationale supérieure d'ingénieurs de POITIERS. Université de POITIERS. France

Bansal et Goyal (2005), «Activated carbon adsorption», CRC press Taylor & Francis Group, New-York, 1-487.

Berna H.,(2009). « Transesterification des huiles végétales en condition douces par catalyses hétérogènes acide et basique» Thèse de doctorat, Université Claude-Bernard-Lyon, France,1-25.

BOUALLA, (2011). « Etude de l'influence de l'ajout de la pouzzolane sur les caractéristiques physico- chimiques des ciments» Université des sciences et de la technologie d'Oran

Bouziane N., (2007) «Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre», Magister en Chimie, Université Mentouri de Constantine, Algérie, 1-205.

Creanga M., (2007) «procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique) », Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 1-294.

C. Cordella (2004), « Le glycérol un alcool pas comme les autres... » biofutur n°241 :15- 17

Cuvelier C. ; Cabaraux J.-F. ; Dufrasne I. ;Hornick J.-L. ; Istasse L. (2004) « Acides gras nomenclature et sources alimentaires » Faculté de Médecine Vétérinaire, Université de Liège B43, Sart-Tilman, 4000 Liège, Belgique;(148) 133-140

Dalila M., (2012) « La transesterification hétérogène de l'huile de tournesol sous alumine : production du biodiesel EEHV» Mémoire de Magister, Université Abou Bekr Belkaid de Tlemcen, Algérie

Delamplé M., (2010). « Édifices supramoléculaires dans le glycérol : caractérisation et application en catalyse », Thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure d'ingénieurs de Poitiers, France.1-198.

Errais (2011), « Réactivité de surface d'argiles naturelles, étude de l'adsorption de colorants anioniques », Thèse de Doctorat, Université de Strasbourg, France, 1-210.

Foé X. (2012), « Purification et caractérisation du glycérol obtenu par transestérification des huiles végétales», Mémoire de DIPES II, Ecole Normale Supérieure de Yaoundé, Cameroun

Fosso K., 2013, «Utilisation d'une argile Smectite pour la décoloration du glycérol produit par transestérification des huiles végétales», Mémoire de DIPES II, Université de Yaoundé I, 1-55.

Genot C., Michalski M., (2010) « Impact métabolique des structures et de l'oxydation des lipides dans les aliments» *Innovations Agronomiques* (10) 43-67

Hájek M., Skopal F., (2009), « Purification of the glycerol phase after transesterification of vegetable oils», *44th International Petroleum Conference*, 1-6.

Kapseu et Parmentier, (1997) «composition en acides gras de quelques huiles végétales du Cameroun », *Sciences des aliments* 17(3) 85-92

KOFA G. (2013) «Physico-chimie et dynamique de l'adsorption de l'arsenic sur la pouzzolane en réacteur agité et en lit fixe. », Thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure des sciences agro-industrielles. Ngaoundéré- Cameroun

Lambert J., (2005) «Les huiles végétales : 2 000 plantes oléagineuses répertoriées» Institut Français Des Huiles Végétales Pures mise à jour du 10/12/05 Site : <http://institut.hvp.free.fr>

Lecerf J. -M. (2011) « Les huiles végétales : particularités et utilités» (3) n°3

Mankah N. (2012), "Purification of glycerol obtained from transestérification of vegetable oils", Master, National School of Agro-Industrial Sciences, University of Ngaoundere, Ngaoundere -Cameroon.

Maufras M. et Panckoucke C. (1847) « L'architecture de Vitruve » Tome 1 / traduction nouvelle (Paris), sur gallica.bnf.fr [archive]

Mboui, (2003) «huile de palmiste traditionnelle» Thèse de doctorat ; université CHEIKH ANTA DIOP de Dakar, Sénégal

Morin Odile; Xavier Pages-Xatart-Pares, (2012) « Les huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel», Dossier fonctionnalités des huiles (19).63-75

Motto F. D. (2015) « Décoloration des glycérols issus de la réaction de transestérification des huiles végétales par des adsorbants locaux» Mémoire de Master en chimie inorganique. Université de Yaoundé I ; Yaoundé- Cameroun

Ndassé M. (2013) « Décoloration des glycérols obtenus après transestérification des huiles de coton, palme et de palmiste, par adsorption sur le basalte à olivine », Mémoire de DIPES II, Ecole Normale Supérieure de Yaoundé, Cameroun.

Ndéye A. K., (2001) « Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées au Sénégal » Thèse de doctorat ; université CHEIKH ANTA DIOP de Dakar, Faculté de médecine, de pharmacie et d'odontostomatologie. Sénégal.

Nguekeu N., (2008) «Préparation du savon de ménage à travers la transesterification d'un mélange d'huiles végétales», Mémoire de DI.P.E.S. II, École Normale Supérieure de Yaoundé, Cameroun.

Reay D., 2013, « Glycerine purification with activated carbon », Biofuel International, 61-62.

Richard R., (2011); « Transesterification éthanolique d'huile végétale dans des microréacteurs : transposition du batch au continu», Thèse de doctorat, Université de Toulouse, Toulouse-France.

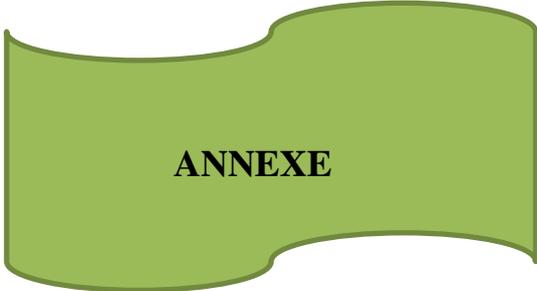
Sidibé S. et J. Blin (2009)/journée scientifique 2iE.

Sambou S. (2005), « Chimie du glycérol pour la synthèse de dérivés du glycérol applicables comme solvants ou diluants réactifs », Thèse de Doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, Toulouse - France.

Souad, (2008), «étude de la carbonisation d'un précurseur Végétal, les noyaux d'ollives. Utilisation dans le traitement des eaux », Mémoire de Magister, Université du 20 Aout 1955-Skikda, Algérie, 1-30.

Vaitilingom G. (2007) «Enjeux et perspectives des biocarburants pour l'Afrique», Conférence internationale, Ouagadougou, Burkina Faso.

Yanke M. (2013), « Décoloration du glycérol obtenu par transestérification des huiles végétales à l'aide de la sciure d'ayous », Mémoire de DIPES II, Ecole Normale Supérieure de Yaoundé, Yaoundé – Cameroun.



ANNEXE

A .1. DÉTERMINATION DE LA MASSE D'ÉTHANOL NÉCESSAIRE
POUR LA TRANSESTÉRIFICATION DANS LE RAPPORT 1 :8

A.1.1. HUILE DE PALME :

➤ Première méthode :

Pour 500g d'huile la composition en acide gras est

Acide gras	Nombre d'atome de carbones : nombre d'insaturations	Masses molaires	masse dan 500g d'huile
Acide laurique	12 :0	200,31	0,5
Acide myristique	14 :0	228,36	5
Acide palmitique	16 :0	256,42	217,5
Acide stéarique	18 :0	284,477	21,5
Acide erucastique	20 :1	310	0,5
Acide oléique	18 :1	282,44	183
Acide palmitoléique	16 :1	254,39	0,15
Acide linoléique	18 :2	280,43	46,5
Acide alpha-linolénique	18 :3	278,41	1

Dans le rapport huile : alcool (1 :8) on a :

$$\frac{m(t)}{M(t)} = \frac{m(\text{EtOH})}{8xM(\text{EtOH})} \quad \text{D'où} \quad m(\text{EtOH}) = \frac{8xm(t)xM(\text{EtOH})}{M(t)}$$

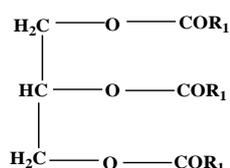
Avec : m(t)=masse de triglycéride

M(t)=Masse molaire de triglycérid

$m(\text{EtOH}) = \text{masse d'\'ethanol}$

$M(\text{EtoH}) = \text{Masse molaire d'\'ethanol} = 46 \text{ g/mol}$

La masse de triglyc\'eride $M(t)$ est d\'etermin\'ee en consid\'erant que le triglyc\'eride est form\'e \`a partir d'un seul acide gras; le triglyc\'eride est sous la forme



Et donc $R_1 = \text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ on aura donc $M(t) = 3(n M(\text{C}) + (2n+1) M(\text{H}))$

On obtient le tableau :

Acide gras	Masses molaires de triglyc\'eride $M(t)$ (g/mol)	masse dans d'huile $m(t)$ 500g	$m(\text{EtOH})$ n\'ecessaire par le triglyc\'eride de l'acide
Acide laurique	638	0,5	0,288
Acide myristique	722	5	2,5484
Acide palmitique	806	217,5	99,30
Acide st\'earique	891,431	21,5	8,8756
Acide erucastique	968	0,5	0,19
Acide ol\'eique	884	183	76,1808
Acide palmitol\'eique	801,23	0,15	0,0688
Acide linol\'eique	878	46,5	19,4896
Acide alpha-linol\'eique	872	1	0,422

La masse totale d'éthanol nécessaire pour l'huile de palme est donc

$$m=0,288+2,5484+99,30+8,8756+0,19+76,1808+0,0688+19,4896+0,422$$

$$m(\text{pure})=207,3332\text{g}$$

$$\text{On a pureté}=\frac{m(\text{pure})}{m(\text{totale})}$$

$$\text{d'où } m(\text{EtOH totale})=\frac{m(\text{pure})}{\text{pureté}} \quad m(\text{EtOH totale})=\frac{207,3332}{0,98}=211,5645\text{g}$$

$$m(\text{EtOH totale})=211,5645\text{g}$$

➤ Deuxième méthode :

La masse d'éthanol nécessaire est calculée par la relation

$$m(\text{EtOH}) = \frac{8 \times m(\text{huile}) \times M(\text{EtOH})}{Mn}$$

Mn est la masse molaire de l'huile définie par :

$$Mn = \frac{56.1 \times 1000 \times 3}{SI - AI}$$

SI et AI : indice de saponification et d'acidité respectivement

Pour l'huile de palme SI=195-205, AI=10

$$\text{AN} \quad Mn = \frac{56.1 \times 1000 \times 3}{200 - 10} = 885.79 \text{g/mol} \quad \text{et}$$

$$m(\text{EtOH})_{\text{pure}} = \frac{8 \times 500 \times 46}{885.79} = 207,724 \text{g}$$

$$\text{On a pureté}=\frac{m(\text{pure})}{m(\text{totale})}$$

$$\text{d'où } m(\text{EtOH totale})=\frac{m(\text{pure})}{\text{pureté}} \quad m(\text{EtOH totale})=\frac{207,724}{0,98}=211,9632\text{g}$$

$$m(\text{EtOH totale})=211,9632\text{g}$$

A.1.2. HUILE DE PALMISTE

➤ Première méthode

Acide gras	Nombre d'atome de carbones : nombre d'insaturations	Masses molaires	masse dan 500g d'huile
Acide laurique	12 :0	200,31	118,2444
Acide myristique	14 :0	228,36	45,88725
Acide palmitique	16 :0	256,42	22,82878
Acide caprique	10:0	172,26	8,63536
Acide caprylique	8 :0	144,21	9,39564
Acide oléique	18 :1	282,44	41,26696

$$\frac{m(t)}{M(t)} = \frac{m(EtOH)}{8xM(EtOH)}$$

$$m(Et OH) = \frac{8xm(t)xM(EtOH)}{M(t)}$$

Acide gras	Masses molaires de triglycéride l'acide (g/mol)	masse dans 500g d'huile	m(EtOH) nécessaire par le triglycéride de l'acide
Acide laurique	638	205	118,2444
Acide myristique	722	90	45,88725
Acide palmitique	806	50	22,82878
Acide caprique	554	13	8,63536
Acide caprylique	470	12	9,39564
Acide oléique	884	95	41,26696

La masse totale d'éthanol nécessaire pour l'huile de palmiste est donc

$$m = 118,2444 + 45,88725 + 22,82878 + 8,63536 + 9,39564 + 41,26696$$

$$m(\text{pure}) = 246,25839 \text{ g}$$

$$\text{On a pureté} = \frac{m(\text{pure})}{m(\text{totale})}$$

$$\text{d'où } m(\text{EtOH totale}) = \frac{m(\text{pure})}{\text{pureté}} \quad m(\text{EtOH totale}) = \frac{246,25839}{0,98} = 251,28407 \text{ g}$$

$$m(\text{EtOH totale}) = 251,28407 \text{ g}$$

➤ Deuxième méthode

La masse d'éthanol nécessaire est calculée par la relation

$$m(\text{EtOH}) = \frac{8 \times m(\text{huile}) \times M(\text{EtOH})}{Mn}$$

Mn est la masse molaire de l'huile définie par :

$$Mn = \frac{56.1 \times 1000 \times 3}{SI - AI}$$

SI et AI : indice de saponification et d'acidité respectivement

avec SI = 246-254, AI=0.3-0.6 pour l'huile de palmiste on a :
m(éthanol pure) = 246,25839 g

AN: $Mn = \frac{56.1 \times 1000 \times 3}{250 - 0,45} = 674,41395 \text{ g/mol}$ et

$$m(\text{EtOH})_{\text{pure}} = \frac{8 \times 500 \times 46}{674,41395} = 272,8294 \text{ g}$$

On a pureté = $\frac{m(\text{pure})}{m(\text{totale})}$

d'où $m(\text{EtOH totale}) = \frac{m(\text{pure})}{\text{pureté}}$ $m(\text{EtOH totale}) = \frac{272,8294}{0,98} = 278,397 \text{ g}$

m (EtOH totale) = 278,397g

A.1.3. huile de coton

➤ Première méthode

Acide gras	Nombre d'atome de carbones : nombre d'insaturations	Masses molaires	masse dan 500g d'huile
Acide linoléique	18 :20	280,43	41-55
Acide palmitique	16 :0	256,42	6,5-10
Acide oléique	18 :1	282,44	19

$$\frac{m(t)}{M(t)} = \frac{m(\text{EtOH})}{8 \times M(\text{EtOH})} \quad m(\text{EtOH}) = \frac{8 \times m(t) \times M(\text{EtOH})}{M(t)}$$

Acide gras	Masses molaires de triglycéride l'acide (g/mol)	masse dan 500g d'huile	m(EtOH) nécessaire par le triglycéride de l'acide
Acide linoléique	878	260	110,15945
Acide palmitique	884	110	46,28959
Acide oléique	806	120	55,38462

La masse totale d'éthanol nécessaire pour l'huile de coton est donc

$$m = 110,15945 + 46,28959 + 55,38462$$

$$m(\text{pure}) = 211,83366\text{g}$$

$$\text{On a pureté} = \frac{m(\text{pure})}{m(\text{totale})}$$

$$\text{d'où } m(\text{EtOH totale}) = \frac{m(\text{pure})}{\text{pureté}} \quad m(\text{EtOH totale}) = \frac{211,83366}{0,98} = 216,1568\text{g}$$

$$m(\text{EtOH totale}) = 216,1568\text{g}$$

➤ Deuxième méthode

La masse d'éthanol nécessaire est calculée par la relation

$$m(\text{EtOH}) = \frac{8 \times m(\text{huile}) \times M(\text{EtOH})}{Mn}$$

Mn est la masse molaire de l'huile définie par :

$$Mn = \frac{56.1 \times 1000 \times 3}{SI - AI}$$

SI et AI : indice de saponification et d'acidité respectivement

En appliquant la même formule avec SI = 188.91, AI = 1.19

pour l'huile de coton on AN: $Mn = \frac{56.1 \times 1000 \times 3}{188,91 - 1,19} = 896,54805 \text{ g/mol}$ et

$$m(\text{EtOH})_{\text{pure}} = \frac{8 \times 500 \times 46}{896,54805} = 205,23161 \text{ g}$$

On a pureté = $\frac{m(\text{pure})}{m(\text{totale})}$

d'où $m(\text{EtOH totale}) = \frac{m(\text{pure})}{\text{pureté}}$ $m(\text{EtOH totale}) = \frac{205,23161}{0,98} = 209,42001 \text{ g}$

$m(\text{EtOH totale}) = 209,42 \text{ g}$

A.2. DÉTERMINATION DE LA MASSE DE GLYCÉROL ATTENDU

➤ L'huile de palme

$$\frac{m(t)}{M(t)} = n(t) = \frac{m(\text{gly})}{M(\text{gly})}$$

Or on a $n(t) = \frac{m(t)}{M(t)} = \frac{0,5}{638} + \frac{5}{722} + \frac{217,5}{806} + \frac{21,5}{891,431} + \frac{0,5}{968} + \frac{183}{884} + \frac{0,15}{801,23} + \frac{46,5}{878} + \frac{1}{872} = 0,5635 \text{ mol}$

D'où $n(t) = \frac{m(\text{gly})}{M(\text{gly})}$ $m(\text{gly}) = n(t) \times M(\text{gly})$

AN: $m(t) = 0,5635 \times 92$ $m(\text{gly})_{\text{att}} = 51,84 \text{ g}$

➤ L'huile de palmiste

$$\frac{m(t)}{M(t)} = n(t) = \frac{m(\text{gly})}{M(\text{gly})}$$

Or on a $n(t) = \frac{m(t)}{M(t)} = \frac{205}{638} + \frac{50}{806} + \frac{90}{722} + \frac{13}{554} + \frac{12}{470} + \frac{95}{884} = 0,6645 \text{ mol}$

D'où $n(t) = \frac{m(\text{gly})}{M(\text{gly})}$ $m(\text{gly}) = n(t) \times M(\text{gly})$

AN: $m(t) = 0,6645 \times 92$ $m(\text{gly})_{\text{att}} = 61,134 \text{ g}$

➤ L'huile de coton

$$\frac{m(t)}{M(t)} = n(t) = \frac{m(gly)}{M(gly)}$$

Or on a $n(t) = \frac{m(t)}{M(t)} = \frac{260}{878} + \frac{110}{884} + \frac{120}{806} = 0,5694 \text{ mol}$

D'où $n(t) = \frac{m(gly)}{M(gly)}$ **$m(gly) = n(t) \times M(gly)$**

AN: $m(t) = 0,5694 \times 92$ $m(gly)_{att} = 52,38 \text{ g}$

A.3. PRÉPARATION DES SOLUTIONS

➤ Préparation du mélange éthanol- soude

Pour la réaction de transestérification, l'éthanol et l'huile sont dans le rapport molaire **8 : 1** ; tandis que la soude constitue 1% de la masse d'huile.

huile	Masse d'huile (g)	Masse d'éthanol (g)	Masse de soude (g)
Palme	500	211,5645	5
Palmiste	500	251,28407	5
Coton	500	216,1568	5

La masse d'éthanol est pesée à l'aide d'une balance électronique suivant le tableau ci-dessus ; elle est introduite dans un erlenmeyer de 500mL, par la suite 5g de pastilles de soude sont également pesés à l'aide d'une balance électronique et introduits dans le même erlenmeyer; ce dernier est bouchonné et l'ensemble est placé sur agitation magnétique jusqu'à ce que les pastilles soient complètement dissoutes.

➤ Préparation de la solution aqueuse de NaOH 5M

Pour la préparation de 100mL de solution on a d'après la loi de dilution :

$$n_i = n_f \quad \frac{m(\text{NaOH})}{M(\text{NaOH})} = C \cdot V$$

$$m(\text{NaOH}) = C \times V \times M(\text{NaOH})$$

$$\text{AN: } m(\text{NaOH}) = 5 \times 0,1 \times 40 = 20$$

$$\mathbf{m(\text{NaOH}) = 20g}$$

Procédure : 20g de pastilles de soude sont pesés sur une balance électronique puis sont introduits dans un ballon de 100mL. L'eau distillée est ajoutée au $\frac{3}{4}$ puis le ballon est bouchonné et l'ensemble est agité à la main jusqu'à disparition des pastilles. Par la suite, l'eau distillée est ajoutée au ballon jusqu'au trait de jauge et l'ensemble est de nouveau agité puis étiqueté.

NB: cette dissolution est exothermique.

➤ Solution de HCl 0,1M

Pour la préparation de 100mL de solution on a d'après la loi de dilution :

$$n_i = n_f \quad \frac{m(\text{HCl})}{M(\text{HCl})} = C \cdot V$$

$$m(\text{HCl}) = C \times V \times M(\text{HCl})$$

$$\text{AN: } m(\text{HCl}) = 0,1 \times 0,1 \times 36,5 = 0,365$$

$$\mathbf{m_{\text{pure}}(\text{HCl}) = 0,365g}$$

$$\text{or } \rho = \frac{m(\text{totale})}{v} \quad \text{et } d = \frac{\rho}{\rho(\text{eau})} \quad \text{d'où } \rho = d \times \rho(\text{eau})$$

$$\rho(\text{eau}) = 1\text{kg/dm}^3 = 1000\text{g/L}$$

$$\text{de plus } \text{pureté} = \frac{m(\text{pure})}{m(\text{totale})} \quad \dots\dots\dots \quad m(\text{totale}) = \frac{m(\text{pure})}{\text{pureté}}$$

$$\text{On aura donc : } d \times \rho(\text{eau}) = \frac{m(\text{pure})}{\text{pureté} \times v} \quad \text{et } v = \frac{m(\text{pure})}{d \times \rho(\text{eau}) \times \text{pureté}}$$

$$\text{AN: } V = \frac{0,365 \times 100}{1,16 \times 1000 \times 38} = 0,00083\text{L}$$

$$V = 0,83 \text{ mL}$$

Procédure : un volume de 0,8mL est prélevé à l'aide d'une éprouvette puis est introduit dans un ballon de 100mL. L'eau distillée est ajoutée au $\frac{3}{4}$ puis le ballon est bouchonné et l'ensemble est agité à la main. Par la suite, l'eau distillée est ajoutée au ballon jusqu'au trait de jauge et l'ensemble est de nouveau agité puis étiqueté.

➤ Solution de NaOH 0,1M

Pour la préparation de 100mL de solution on a d'après la loi de dilution :

$$n_i = n_f \quad \frac{m(\text{NaOH})}{M(\text{NaOH})} = C \cdot V$$

$$m(\text{NaOH}) = C \times V \times M(\text{NaOH})$$

$$\text{AN: } m(\text{NaOH}) = 0,1 \times 0,1 \times 40 = 0,4$$

$$m(\text{NaOH}) = 0,4\text{g}$$

Procédure : 0,4g de pastilles de soude sont pesés sur une balance électronique puis son introduits dans un ballon de 100mL. L'eau distillée est ajoutée au $\frac{3}{4}$ puis le ballon est bouchonné et l'ensemble est agité à la main jusqu'à disparition des pastilles. Par la suite, l'eau distillée est ajoutée au ballon jusqu'au trait de jauge et l'ensemble est de nouveau agité puis étiqueté.

A.3. CALCUL DES POURCENTAGES DE DECOLORATION

Le pourcentage de décoloration est donné par la relation $p = \frac{A(i) - A(f)}{A(i0)} \times 100$

➤ Après acidification

Après la transtérification et évaporation de l'éthanol on obtient :

Glycérol brut	Absorbances transesterification A(i)	Absorbances après acidification A(f)	Pourcentage de décoloration %
GBP	4,52	0,094	97,92
GBPt	4,92	0,820	83,33
GBC	4,02	0,105	97,39

➤ Après neutralisation et extraction à l'éthanol

Glycérol brut	Absorbances après acidification (i)	Absorbances neutralisation A(f)	Pourcentage de décoloration %
GP	0,094	0,181	-92,55
GPt	0,820	0,908	-10,97
GC	0,105	0,258	-145,71

➤ Après adsorption

Glycérol brut	Absorbances après neutralisation (i)	Absorbances après adsorption A(f)	Pourcentage de décoloration %
GP	0,181	0,153	15,47
GPt	0,908	0,883	27,53
GC	0,258	0,230	10,85