

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عمار ثليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT
كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES
قسم علوم المادة
DEPARTEMENT SCIENCES DE LA MATIERE



Mémoire de MASTER

Domaine: Sciences de la matière

Filière: Chimie

Option: Chimie organique

Présenté par :

MOSTEFAOUI FATMA ZOHRA

THEME

Synthèse et caractérisation du biodiesel à partir d'huile de *Linum usitatissimum*. L

Soutenu devant le jury composé de:

<i>M^{me}. NOUREDDINE Asmaa</i>	<i>M.C.B</i>	<i>Présidente</i>
<i>M^{me}. BOUZIANE Amel</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Examinatrice</i>
<i>Mr. KORIBA Bakhti</i>	<i>M.C.B</i>	<i>Rapporteur</i>

Année Universitaire 2024 - 2025

Remerciements

*Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à **Monsieur KORIBA Bakhti**, mon encadrant, pour m'avoir accordé sa confiance ainsi que ses directives tout au long de ce travail. Son encadrement, ses conseils pertinents, sa rigueur scientifique et sa disponibilité constante ont été d'une grande importance pour l'aboutissement de ce mémoire.*

*Nos remerciements et notre sincère gratitude s'adressent aux présidente du jury **M^{me}. Noureddine Asmaa** maître de conférences B à l'Université Amar Télidji -Laghouat et l'examinatrice **M^{me} Bouziane Amel** maître de conférences A à l'Université Amar Télidji -Laghouat qui a accepté de nous honorer par leur présence en tant qu'examinatrices de ce modeste travail.*

Je remercie également l'ensemble des enseignants du département de sciences de la matières pour la qualité de l'enseignement dispensé durant mon parcours universitaire.

Mes sincères remerciements vont aussi à tous les membres du laboratoire qui m'ont accueillie chaleureusement et qui m'ont apporté leur aide précieuse dans la réalisation de ce travail.

Je n'oublie pas d'exprimer toute ma reconnaissance à ma famille, en particulier à mes parents, pour leur soutien inconditionnel, leurs encouragements constants et leur amour, qui m'ont donné la force d'aller de l'avant.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

إهداء

إلى من كانوا النور في طريقي، والدعامة في خطواتي...
إلى والديّ العزيزين، منبع الحب والدعاء، الذين لولاهما
لما وصلت إلى هذا المقام،

إلى إخوتي وأحبّتي الذين شجّعوني في كل لحظة
إلى أصدقائي الذين خفّفوا عني عناء الطريق بابتساماتهم
وكلماتهم الصادقة

إلى أستاذي الفاضل، الأستاذ كريـع بختي، على دعمه
وتوجيهه الكريم

وإلى كل من كان له أثر جميل في هذه الرحلة العلمية

أهدي هذا العمل المتواضع، عربون امتنان ومحبة.

فاطمة الزهراء مصطفىاوي

Liste des abréviations

AG	Acide Gras ;
ASTM	Société américaine pour les essais et les matériaux (American Society for Testing and Materials)
cm	Centimètre ;
CPG	Chromatographie en phase gazeuse
°C	Degré Celsius ;
d	Densité ;
EN	Norme européen (European Norm : en Anglais) ;
FAO	Organisation pour l'alimentation et l'agriculture (Food and Agriculture Organization)
FTIR	Infrarouge à transformée de Fourier (Fourier Transform InfraRed : en Anglais) ;
g	Gramme;
h	Heure ;
IA	Indice d'Acide ;
IS	Indice de Saponification ;
J-C	Jésus-Christ
kg	Kilogramme ;
L	Litre ;
m	Mètre ;
mg	Milligramme ;
mgKOH/ g	Milligramme de KOH par un gramme de l'échantillon ;
min	Minute ;
mL	Millilitre ;
mol	Mole ;
N	Normalité ;
PET	polyéthylène téréphtalate
n_D^{20}	Indice de réfraction ;
%	Pourcent ;

Liste des figures

Figure I.1 :	Fresques égyptiennes (Savoire, 2008).	2
Figure I.2 :	Diversité génétique chez le lin cultivé, "Linum usitatissimum L."	5
Figure I.3 :	Gamme de couleurs des graines de lin (Dybing and Lay 1981).	7
Figure I.4.:	Diagramme de synthèse des biocarburants (Demirbas and management 2009)	11
Figure I.5 :	Techniques d'obtention du biodiesel (Mesbahi 2012)	12
Figure. I.6:	La réaction de la transestérification.	16
Figure. I.7 :	Mécanisme de la réaction de transestérification d'huile végétale par l'alcool catalysée par une base.	16
Figure II.1:	Schéma général du protocole expérimental	20
Figure II.2:	les graines de lin (photo personnelle, 2024).	21
Figure II.3:	Étapes de préparation de la poudre de lin	21
Figure II. 4:	Montage de Soxhlet.	22
Figure II. 5:	Etapes (A) d'extraction et (B) d'évaporation.	23
Figure II.6:	L'huile obtenue par n-hexane (A) et chloroforme (B)	23
Figure II.7:	Montage de synthèse de biodiesel.	24
Figure. II.8 :	(A) Synthèse, (B) Séparation et (C) Purification de biodiesel	25
Figure II.9:	Le biodiesel obtenu par l'huile extraite par n-hexane (A) et chloroforme (B)	26
Figure II.10:	Le réfractomètre numérique.	27
Figure II.11:	Détermination de l'indice d'acide.	29
Figure II.12:	Détermination de l'indice de saponification	30
Figure II.13:	Spectromètre CARY 630 FTIR	31
Figure II.14:	Préparation des échantillons a- Mortier b- Pastilleuse c- Control de pression	32
Figure II.15 :	Spectre IR de l'huile de lin extraite à l'hexane	41
Figure II.16 :	Spectre IR de l'huile de lin extraite à chloroforme	42
Figure II.17:	Spectre IR du biodiesel (Bio-hexane)	43
Figure II.18:	Spectre IR du biodiesel (Bio-chloroforme)	43

Liste des tableaux

Tableau I.1 :	Production de graine de lin dans le monde.	3
Tableau I.2:	Classification du lin (<i>Bloedon and Szapary 2004</i>)	6
Tableau II.1:	Liste des produits chimiques utilisés	19
Tableau II.2	Rendement de l'huile de <i>Linum usitatissimum L</i> extraite	33
Tableau II.3	La densité d'huile de <i>Linum usitatissimum L</i> .	34
Tableau II.4 :	Indice de réfraction d'huile de <i>Linum usitatissimum L</i> .	34
Tableau 05:	L'indices de réfraction typiques d'autres huiles végétales	35
Tableau II.6 :	Indice d'acide d'huile de <i>Linum usitatissimum.L</i> .	35
Tableau II.7 :	L'indices d'acide typiques d'autres huiles végétales	36
Tableau II.8 :	Indice de saponification d'huile de <i>Linum usitatissimum.L</i> .	36
Tableau II.9 :	Rendement en biodiesel.	37
Tableau II.10 :	Comparaison le rendement du biodiesel avec les normes internationales	38
Tableau II.11:	Valeurs obtenues pour les propriétés physico chimique du biodiesel synthétisé	38

Sommaire

Introduction générale	1
Partie I: Recherche bibliographique	
I. Introduction:	2
I.1. <i>Linum usitatissimum</i> (Lin)	2
I.1.1. Historique	2
I.1.2. Production de graine de lin	3
I.1.3. Description botanique	4
I.1.4. Classification botanique du lin	6
I.1.5. Morphologie et microstructure de graine	6
I.1.6. Composition chimique de grain de lin	7
I.1.7. Huile de lin	8
I.2. Les biocarburants	9
I.2.1. Définition	9
I.2.2. Les sources de biocarburants	9
I.2.2.1. Première génération	9
I.2.2.2. Deuxième génération	10
I.2.2.3. Troisième génération	10
I.2.3. Le biodiesel	12
I.2.4. Les avantages et les inconvénients de biocarburants	12
I.2.4.1. Les avantages	12
I.2.4.2. Les inconvénients	13
I.2.5. Méthodes de production de biodiesel	14
I.2.6. Processus de fabrication du biodiesel	14
I.2.6.1. Production de l'huile	14
I.2.6.2. Transformation de l'huile	15
I.2.6.3. But de la réaction de transestérification	17
I.2.6.4. Principales matières premières utilisées pour la transestérification	17
I.2.6.5. Paramètres importants de la réaction de transestérification d'huile	17
I.2.6.6. Les facteurs influençant sur la réaction de transestérification	18
Partie II: Partie expérimentale	
II.1. Matériels et méthodes	19
II.1.1. Matériels et produits chimiques utilisés	19
II.1.2. Plan d'expérimentation	20
II.1.3. Préparation d'échantillon	21
II.1.4. Méthodes	22
II.1.4.1. Extraction des huiles de <i>Linum usitatissimum</i> L:	22
II.1.4.2. synthèse de biodiesel	24
II.1.5. Caractérisations physico-chimique d'huile et biodiesel	26
II.1.5.1. Propriétés physiques	26
II.1.5.2. Propriétés chimiques	28
II.1.6. Analyse spectroscopique par l'Infra rouge à Transformée de Fourier	31

II.1.6.1. Description de l'appareil utilisé pour faire les mesures IR	31
II.1.6.2. Mode opératoire	31
II.2. Résultats et discussion	33
II.2.1. Rendement en huile de l'extrait de <i>Linum usitatissimum L</i>	33
II.2.2. Caractérisations physicochimiques de l'huile de <i>Linum usitatissimum L</i>	34
II.2.2.1. Densité relative	34
II.2.2.2. Indice de réfraction	34
II.2.2.3. Indice d'acide (IA)	35
II.2.2.4. Indice de Saponification	36
II.2.3. Le rendement de la production de biodiesel	37
II.2.4. Propriétés Physicochimiques de Biodiesel synthétisé	38
II.2.4.1. La densité relative	39
II.2.4.2. L'indice de réfraction	39
II.2.4.3. L'indice d'acide	39
II.2.4.4. L'indice de saponification	40
II.2.5. Analyses Spectroscopiques FTIR	41
II.2.5.1 Caractérisation d'huile par FTIR	41
II.2.5.2. Caractérisations des biodiesels synthétisés par spectroscopie FTIR	42
Conclusion générale	44
Références bibliographiques	

Introduction générale

Introduction générale

La demande énergétique ne cesse d'augmenter rapidement sous l'effet de la croissance démographique et de l'urbanisation, tandis que les ressources disponibles peinent à suivre ce rythme. Le coût élevé des hydrocarbures fossiles et l'épuisement progressif de ces sources d'énergie non renouvelables, combinés aux impacts environnementaux liés à leur combustion – notamment l'émission massive de gaz à effet de serre (NO_x, CO, Pb, etc.) – posent de sérieux problèmes. Ces émissions dégradent la qualité de l'air, nuisent à la santé humaine et détériorent l'environnement. Face à cette situation, les chercheurs se sont tournés vers la recherche de nouvelles sources d'énergie, à la fois écologiques et économiquement viables (**FANDOUGOUMA 2023**).

Ainsi, les énergies dites "renouvelables" ont vu le jour. Elles présentent l'avantage majeur d'être d'origine naturelle et de ne pas produire de gaz à effet de serre.

Parmi ces sources, les bioénergies, et plus particulièrement les biocarburants tels que le biogaz, les bio-alcools et le biodiesel, occupent une place importante. Ces carburants sont issus de la biomasse (**Al-Farsi and Lee 2011**).

Le biodiesel est devenu de plus en plus important en tant que carburant de remplacement pour les moteurs diesel. Plusieurs projets de production de biodiesel sont en cours dans des pays comme le Brésil, le Canada, les États-Unis et en Europe, utilisant des matières premières agricoles telles que: canne à sucre, blé, maïs, céréales.....(**Ullah, Bano et al. 2013**).

Dans ce travail, on propose la synthèse et caractérisation du biodiesel à partir de l'huile de *Linum usitatissimum* L.

Ce mémoire est présenté sous forme deux parties. La première partie consiste à une étude bibliographique, on s'intéresse à donner quelques connaissances concernant l'espèce *Linum usitatissimum* L. et présente aussi des notions sur les biocarburants. Cette partie aborde aussi les méthodes de préparation d'un biodiesel.

La deuxième partie, c'est la partie expérimentale, elle rassemble la méthode de synthèse de biodiesel, les propriétés physicochimiques et la caractérisation spectroscopique FTIR des produits obtenus.

Nous discutons les résultats obtenus, on termine notre étude par une conclusion et des perspectives.

Partie I

Recherche bibliographique

I. Introduction:

L'huile végétale est une matière première renouvelable et avec un grand potentiel pour la production de biodiesel, que ce soit les huiles comestibles ou non comestibles. Dans cette partie, nous donnons un bref aperçu des graines de *Linum usitatissimum* et les biocarburants .

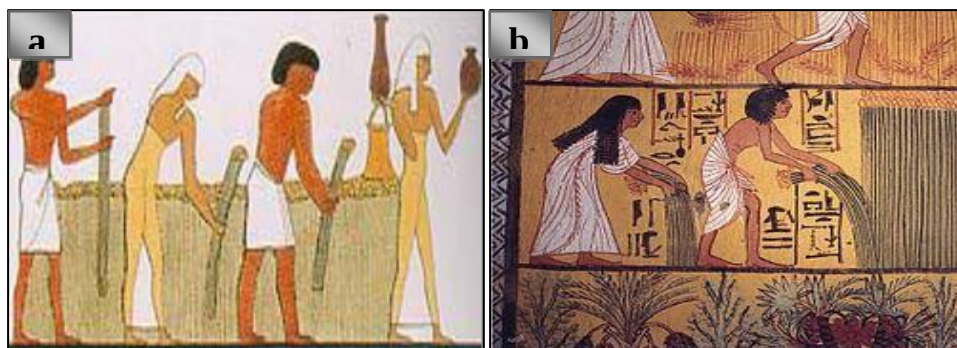
I.1. *Linum usitatissimum* (Lin)

I.1.1. Historique

Le lin, une plante de la famille des Linacées, l'un des premières plantes cultivées par l'homme. Des traces de son existence datant de 8000 ans avant J.C. Ont ainsi été découvertes dans des cités lacustres. Néanmoins son origine (probablement des hauts plateaux d'Asie) n'est pas connue. Son utilisation a été étendue par la civilisation Egyptienne. Des pharaons où les momies étaient entourées de bandelettes de lin. De plus, des fresques retrouvées dans les pyramides illustrent la culture du lin (**Savoire 2008**).

Le lin est une des plantes cultivées pour son huile et ses fibres, son nom botanique est *Linum usitatissimum* L. qui a été donné par Linné en 1857. C'est une plante rare à l'état spontané, elle est cultivée en qualité de plante textile ou oléagineuse en fonction de la variété considérée, il y a plus de 200 variétés cultivées dans la liste de l'organisation du commerce international. Dans le monde, il y a environ 10000 lignées pures ou écotypes conservés dans des collections. La production annuelle de lin est de 3.06 millions de tonnes. (**Beroual and Hamdi 2014**).

Linum usitatissimum L. est une plante à fleurs bleues qui produit de petites graines plates dont la couleur va du jaune doré au brun rougeâtre. Le lin est utilisé généralement sous forme de graines entières, de graines broyées, ou d'huile (**Nada 2022**).



(a) Détail d'un relevé de fresque par Cailliaud ; (b) Arrachage du lin, par un dignitaire et sa femme, Tombe de Senne Djem, der el Medineh, XIXème dynastie

Figure I.1 : Fresques égyptiennes (Savoire, 2008).

I.1.2. Production de graine de lin

Du point de vue de la production mondiale, le Canada est le principal producteur et exportateur de graines de lin. La production est assez variable (entre 720 000 et 930 000 tonnes ces dernières années), et exportée pour l'essentiel.

Le Canada est le plus grand producteur, environ 38 % de la production, suivie par la Chine, les Etats-Unis, l'Inde et l'UE (*Beroual and Hamdi 2014*).

Tableau I.1 : production de graine de lin dans le monde (*Beroual and Hamdi 2014*).

Production en tonnes de graines de lin. Chiffres 2010, Données de FAOSTAT (FAO)		
Canada	423 000	22 %
Chine	350 000	18,2 %
États-Unis	230 030	12 %
Russie	178 210	9,3 %
Éthiopie	150 000	7,8 %
Inde	146 000	7,6 %
Kazakhstan	94 610	4,9 %
Royaume-Uni	72 000	3,7 %
Argentine	52 075	2,7 %
Ukraine	46 800	2,4 %
France	35 000	1,8 %
Suède	23 900	1,2 %
Autres pays	220 753	6,3 %
Total	1 922 759	100 %

I.1.3. Description botanique

Le genre *Linum* de la famille des *Linaceae* comprend environ 230 espèces, pouvant être divisées en six sections basées sur des caractères morphologiques : *linum*, *Dasylinum*, *linastrum*, *Cathartolinum*, *Syllinum* et *Cliococca*. Parmi les espèces de *Linum*, le lin (*L. usitatissimum*, " le plus utile ") est le plus commun, cultivé à la fois pour ses fibres et ses graines (**Lukow and McVetty 2004**).

Le lin cultivé (*Linum usitatissimum* L.) est une angiosperme dicotylédone annuelle, herbacée, Dressé, avec un système racinaire peu profond et a besoin d'humidité suffisante pendant la saison de croissance (**Hocking, Kirkegaard et al. 1997**). Deux différents types se distinguent au sein de cette espèce : le type *vulgare* destinées à l'utilisation des fibres pour le textile et le type *humile* pour l'huilerie. En effet, les variétés destinées à la production de fibres ont des tiges longues et peu ramifiées conduisant à une faible production de graines (de mauvaise qualité) tandis que les variétés à huile présentent des tiges courtes et très ramifiées permettant une production de graines plus importantes (**Warrand 2004**).

- Tige : unique se terminant par une inflorescence en forme de cyme.
- Hauteur : entre 0,8 et 1,2 m.
- Diamètre au collet : de l'ordre de 1 à 2 millimètres.
- Feuilles : allongées et sessiles (entre 80 et 100 feuilles par tige).
- Fleurs : 5 pétales.
- Pollinisation : auto-pollinisation (cléistogamie).
- Durée de floraison : 15 jours (mais seulement quelques heures par fleur).
- Couleur des fleurs : bleues, rouges ou blanches (plus ou moins rosées).
- Fruit : une capsule contenant 10 graines riches en huile.
- Graines : couleur brune (parfois jaune clair), lisses, plates, petites et légères (4 à 7 grammes pour mille graines).
- Génome : compose de 15 paires de petits chromosomes ($2n=30$).



- (a) La couleur des fleurs varie du blanc aux nuances de rose ou de bleu.
- (b) À maturité, certaines accessions ont des capsules (ou capsules) complètement fermées, tandis que d'autres sont légèrement ou complètement déhiscents.
- (c) La couleur de l'enveloppe de la graine de lin peut varier du jaune vif à olive en passant par le brun foncé et peut même inclure des panachées.

Figure I.2 : Diversité génétique chez le lin cultivé, "*Linum usitatissimum* L."

(Renouard 2011).

I.1.4. Classification botanique du lin

La famille du Linaceae est géographiquement répandue avec environ 300 espèces dans le monde entier. Cette famille est positionnée dans le royaume des plantes comme suit (Tableau I.2) :

Tableau I.2: classification du lin (*Bloedon and Szapary 2004*)

Règne	Plantae
Sous règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Sous-division	Angiospermae
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Asteridae
Ordre	Linales
La famille	Linaceae
Genre	<i>Linum</i>
Espèce	<i>Linum usitatissimum</i> L.

I.1.5. Morphologie et microstructure de graine

La graine de lin a une forme ovale, aplatie et lisse. La graine contient un bec plus ou moins recourbé à son extrémité. Le tégument de la graine prend des couleurs variant du jaune au marron (figure I.3). Les dimensions des graines commerciales sont variables: de 3,0 à 6,4 mm de longueur de 1,8 à 3,4 mm de largeur et 0,6 à 1,5 mm d'épaisseur en moyenne (*Freeman 1995*). Le poids de mille grains varie entre 5 et 10 g (*Labalette, Landé et al. 2011*). La variabilité de ce poids est relative à la date et à la densité de semis et rend compte de la bonne formation et alimentation des graines (*Cruz, Hounhouigan et al. 2016*).



Figure I.3 : Gamme de couleurs des graines de lin (*Dybing and Lay 1981*).

La graine est formée d'un embryon entouré d'un albumen huileux, l'ensemble étant protégé par des téguments. Ces téguments comprennent cinq assises cellulaires dont (de l'intérieur vers l'extérieur) (*Karleskind 1992*) :

- Une assise mucilagineuse transparente,
- Une assise verdâtre à aspect parenchymateux,
- Une assise fibreuse à membranes épaisses, colorée en jaune,
- Une couche de débris cellulaires informe, mince et incolore,
- Une couche monocellulaire rouge (donne sa couleur à la graine, si elle est absente, les graines sont vertes ou jaune et brun foncé si elle est atrophiée).

I.1.6. Composition chimique de grain de lin

La graine de lin contient environ 40 % de lipides, 30% de fibres alimentaires et 20% de protéines. Elle est riche essentiellement des huiles insaturées dont l'acide alpha linoléique (ALA) ou oméga 3, l'appellation linoléique provient de l'allemand Lein öl (huile de lin). L'huile de lin est unique parce qu'elle est composée de 73 % d'acides gras polyinsaturés (AGPI), de 18 % d'acides gras mono -insaturés (AGMI) et de 9% d'acides gras saturés (AGS). La composition chimique varie considérablement entre les variétés et dépend aussi des conditions de l'environnement dans lesquelles la plante est cultivée (*Beroual and Hamdi 2014*).

I.1.7. Huile de lin

Les graines de lin contiennent de 35 à 45 % d'huile, ce qui permet de classer le lin dans la catégorie des oléagineux. Une partie de l'huile se trouve dans la cuticule (10%). Cependant la majorité de l'huile est localisée au niveau des cellules des cotylédons (78%) et dans l'endosperme (12%) sous forme de globules lipidiques ou oléosomes qui contiennent des lipides neutres (triglycérides, de 96% à 98%), des lipides polaires (phospholipides et glycolipides, de 1 à 1.6 %) et des oléosines (1.3 %) (**Daun, Barthet et al. 2003**).

L'huile de lin est composée majoritairement de 5 types d'acides gras, l'acide palmitique (C16 :0) (4 à 6 %), l'acide stéarique (2 à 3 %), l'acide oléique (10 à 22 %), l'acide linoléique (12 à 18 %) et l'acide linoléique(ALA) (50 à 62 %). Il est composé aussi de stérols, hydrocarbures, tocophérols et alcools triterpéniques (**Sultana 1992**).

La composition chimique de l'huile de lin peut varier selon les lieux de culture et les variétés.

L'huile de lin, riche en acides gras insaturés, est une excellente matière première pour la transestérification en biodiesel (**Lafond, Irvine et al. 2008**).

I.2. Les biocarburants :

Les transports et plus de 50 % de l'énergie globale et cela ne cesse d'augmenter chaque année. Cette consommation galopante a engendré la cherté des énergies fossiles et la dégradation de l'environnement par l'augmentation de polluants notamment les gaz à effet de serre. Ces contraintes énergétiques et environnementales ont poussé plusieurs pays à mettre en œuvre des programmes production et de promotion de biocarburants est intervenue dans un contexte énergétique et environnement mondial surtout pour le transport.

I.2.1. Définition :

Le biocarburant est un carburant issu de la biomasse, c'est-à-dire obtenu à partir d'une matière première végétale, animale ou de déchets). (*Shay and bioenergy 1993*)

Les biocarburants trois types différents de la manière de la production et des matériaux les extraits, les types sont :

- ✓ Le biogaz
- ✓ Le bio-alcool
- ✓ Le biodiesel

I.2.2. Les sources de biocarburants :

On distingue les biocarburants dans trois générations (*Demirbas and management 2009*) :

I.2.2.1. Première génération :

On distingue les biocarburants de première et de seconde génération. Plusieurs définitions complémentaires coexistent. Une des plus importantes distingue les carburants issus de produits alimentaires, des carburants issus de source ligno-cellulosique (bois, feuilles, paille, etc.) ou de déchets. Ainsi la première génération de biocarburants repose sur l'utilisation des organes de réserve des cultures :

- les graines des céréales (blé, maïs) ou des oléagineux (colza, tournesol)
- les racines de la betterave ou la canne à sucre
- les fruits du palmier à huile.

Ces organes de réserves des plantes stockent le sucre (betterave et canne), l'amidon (blé, maïs), ou l'huile (colza, tournesol, palme). Ces organes de réserves étant également utilisés pour l'alimentation humaine, la production de biocarburants se fait en concurrence de la production alimentaire.

I.2.2.2. Deuxième génération :

Des technologies sont actuellement mises au point pour exploiter les matières cellulosiques telles que le bois, les feuilles et les tiges des plantes ou celles issues de déchets.

On qualifie ces matières de biomasse ligno-cellulosique car elles proviennent de composants ligneux ou à base de carbone qui ne sont pas directement utilisés dans la production alimentaire. Ces caractéristiques présentent un avantage de disponibilité supérieure et de non concurrence alimentaire par rapport à la première génération de biocarburants.

Cette technologie permet de produire du bioéthanol dit de deuxième génération, du biodiesel, du biogaz.

I.2.2.3. Troisième génération :

Les procédés, encore à l'étude, s'appuient principalement sur l'utilisation de micro-organismes tels que les microalgues. Celles-ci peuvent accumuler des acides gras permettant d'envisager des rendements à l'hectare supérieurs d'un facteur 30 aux espèces oléagineuses terrestres. A partir de ces acides gras, il est possible de générer du biodiesel.

Certaines espèces de microalgues peuvent contenir des sucres et ainsi être fermentées en bioéthanol. Enfin, les microalgues peuvent être méthanisées pour produire du biogaz.

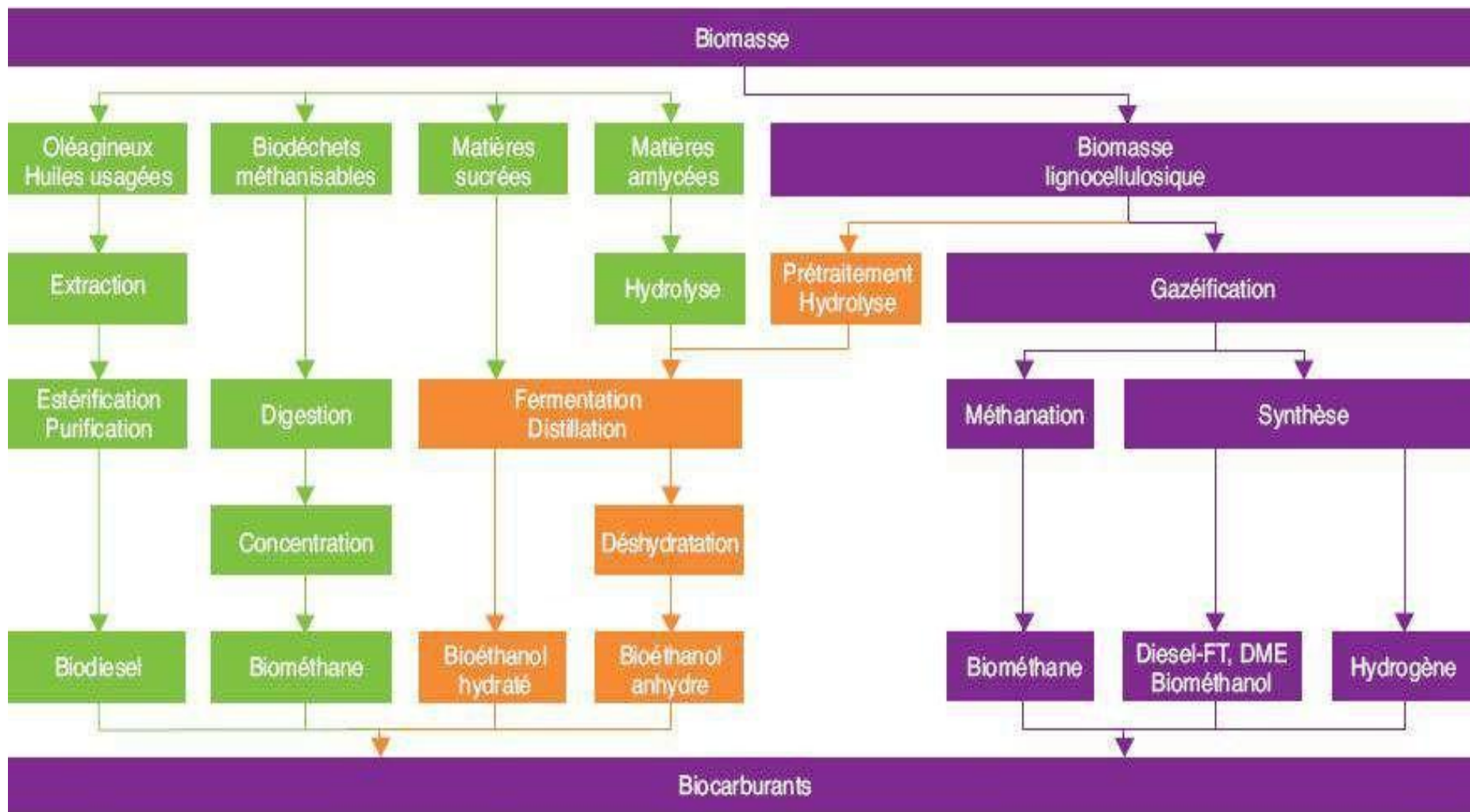


Figure I.4. Diagramme de synthèse des biocarburants (*Demirbas and management 2009*)

I.2.3. Le biodiesel

Le biodiesel est un carburant obtenu à partir d'huile végétale ou animale transformée par un procédé chimique appelé très souvent transestérification. Les biodiesels tentent de concurrencer les huiles végétales utilisées à l'état brut et le carburant à base de pétrole, c'est-à-dire le diesel classique. (Mesbahi 2012)

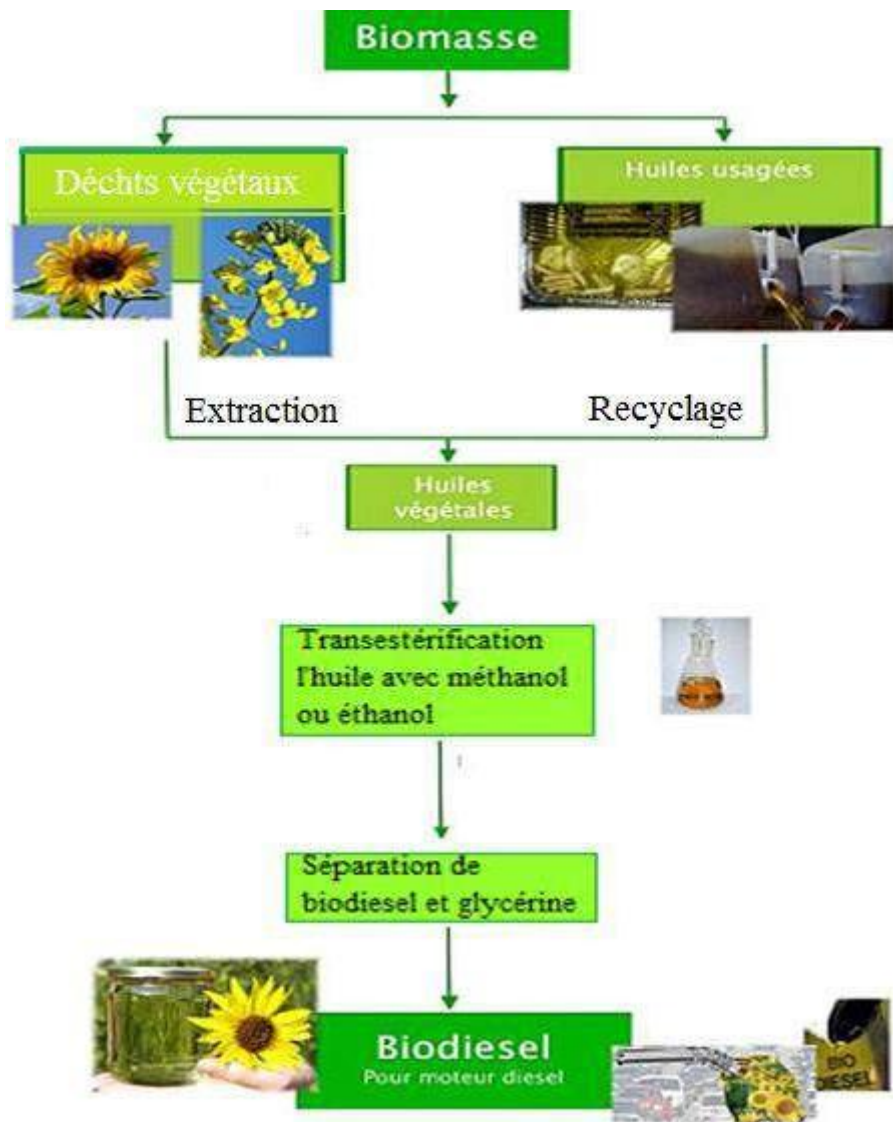


Figure I.5. Techniques d'obtention du biodiesel (Mesbahi 2012)

I.2.4. Les avantages et les inconvénients de biocarburants :

I.2.4.1. Les avantages (Mesbahi 2012):

❖ **Coût** : les biocarburants actuels sont significativement moins chers que l'essence et les autres combustibles fossiles.

❖ **Ressource** : le pétrole est une ressource limitée tandis que les biocarburants peuvent être fabriqués à partir d'un large éventail de matériaux, y compris les déchets des cultures, le fumier et d'autres sous-produits.

❖ **Renouvelables** : il faut des milliers d'années pour produire des combustibles fossiles tandis que la matière première des biocarburants est renouvelable beaucoup plus rapidement.

❖ **Sécurité** : en réduisant la dépendance sur les sources d'énergies étrangères, les pays peuvent protéger l'intégrité de leurs ressources énergétiques et se libérer des influences extérieures.

❖ **La stimulation économique** : parce que les biocarburants sont produits localement, les usines de fabrication de biocarburants peuvent créer de nouveaux emplois dans les zones rurales. La production de biocarburants permettra également d'augmenter la demande de cultures destinées aux biocarburants, d'où une stimulation économique de l'industrie agricole.

❖ **Biodégradabilité** : Les biocarburants sont facilement biodégradables et beaucoup moins dangereux à manipuler que les carburants traditionnels.

❖ **Faible émission de carbone** : lorsque les biocarburants sont brûlés, ils produisent significativement moins de carbone et beaucoup moins de toxine. C'est une alternative plus sûre pour préserver la qualité atmosphérique.

1.2.4.2. Les inconvénients (Mesbahi 2012)

❖ **Production d'énergie** : Les biocarburants ont un rendement énergétique plus faible que les carburants traditionnels et nécessitent donc une plus grande quantité pour produire le même niveau d'énergie.

❖ **Coût élevé** : Raffiner les biocarburants pour produire de l'énergie plus efficace et construire des usines de fabrication nécessaires pour augmenter les quantités de biocarburants nécessiteront un investissement initial important..

❖ **Utilisation de l'eau** : Des quantités massives d'eau sont nécessaires pour une bonne irrigation des cultures destinées aux biocarburants, ainsi que pour la fabrication du combustible, ce qui pourrait peser sur les ressources en eau au niveau local et régional.

❖ **Disponibilité** : Les biocarburants ne sont pas encore disponibles facilement pour les

consommateurs et la plupart des véhicules ne sont pas équipés pour fonctionner avec des biocarburants.

❖ **Odeur** : Selon le type de biocarburant, on est parfois confronté lors de la production à des odeurs indésirables.

I.2.5. Méthodes de production de biodiesel :

Pour produire des dérivés des huiles végétales ayant des propriétés et performances assez voisines de celles du diesel ; Plusieurs opérations comprises les méthodes principales de production de dérivés d'huiles végétales suivantes (*Kouassi, Abolle et al. 2015*) :

- ✓ Microémulsion
- ✓ Pyrolyse
- ✓ Dilution
- ✓ La transestérification

I.2.6. Processus de fabrication du biodiesel :

La transestérification des triglycérides n'est pas un processus nouveau. Elle date dès 1853, lorsque Patrick et Duffy ont mené cette réaction beaucoup d'années avant que le premier moteur Diesel soit fonctionnel.

Cette réaction a été l'objet de recherches intensives grâce aux utilisations diverses de ces produits comprenant la synthèse des polyesters ou le polyéthylène téréphtalate (PET) dans l'industrie des polymères, la synthèse des intermédiaires pour l'industrie pharmaceutique, le durcissement des résines dans l'industrie de peinture et dans la production du biodiesel en tant que alternatif du diesel. (*Hamad 2009*)

La production de biodiesel comprend deux phases importantes, la production de l'huile partir des grains (trituration) et la transformation de cette huile en biodiesel.

I.2.6.1. Production de l'huile :

Cette première phase est identique à celle requise pour produire de l'huile végétale destinée à la consommation humaine. Elle est réalisée par pressage, à froid ou à chaud, ou par extraction à l'aide d'un solvant.

a. Par pressage :

Le pressage à froid , utilisé principalement pour les noix ,permet d'extraire l'huile par pressages successifs à une température inférieure à 80 °C .le rendement de cette méthode est faible, le contenu en matière grasse du résidu de pressage (le tourteau) demeurant entre 6 et 12%.sous pressage à chaud, les graines sont préchauffée à 90 °C puis pressées par une vis sans fin ou la température atteindra jusqu'à 120 °C. Le rendement est ainsi amélioré, la teneur en matière grasse dans le tourteau étant de l'ordre de 4 à 6% (*ANNOU and CHIBANI 2016*).

b. Par extraction :

Le procédé d'extraction consiste à retirer l'huile du grain à l'aide d'un solvant. Les graines doivent être préalablement dépoussiérées et le plus souvent décortiquées ou dépelliculées. Les lipides sont ensuite extraits par solubilisation dans un solvant organique (comme l'hexane) chauffé à 50-60 °C puis, par percolation à contre-courant du solvant pendant 4 à 5 heures. Le mélange d'huile et de solvant ainsi obtenu est distillé par chauffage (115-120 °C) sous aspiration et injection de vapeur (*ANNOU and CHIBANI 2016*).

Nous avons choisi l'extraction par Soxhlet, une méthode classique pour l'extraction solide-liquide dont l'échantillon entre rapidement en contact avec une portion fraîche de solvant, ce qui aide à déplacer l'équilibre de transfert vers le solvant. Cette méthode ne nécessite pas de filtration après extraction.

I.2.6.2. Transformation de l'huile :

a. La transestérification :

La transestérification est une réaction catalytique homogène ou hétérogène des triglycérides et d'alcool. Le catalyseur est un acide ou une base au sens de Bronsted et/ou de Lewis. Si l'alcool est le méthanol on a une méthanolyse, si l'alcool est l'éthanol on a une éthanolyse. (*Chaib and Khenfer 2013*)

Dans notre cas, il s'agit de la réaction entre le triglycéride contenu dans une huile végétale avec un alcool pour former le glycérol et un mélange de mono esters utilisés comme biocarburant.

La réaction de transestérification est présentée généralement par l'équation suivante :

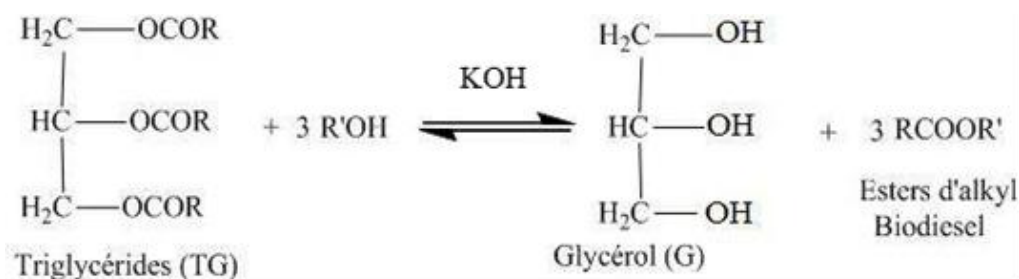


Figure. I.6: La réaction de la transestérification (*Hamad 2009*).

b. Mécanisme de la réaction :

La réaction de transestérification est chimiquement équilibrée. Les étapes (1) et (2) sont rapides car les fonctions esters primaires sont transestérifiées en premier, l'étape (3) est plus lente. En catalyse basique, le mécanisme est le suivant (**Figure I.7**):

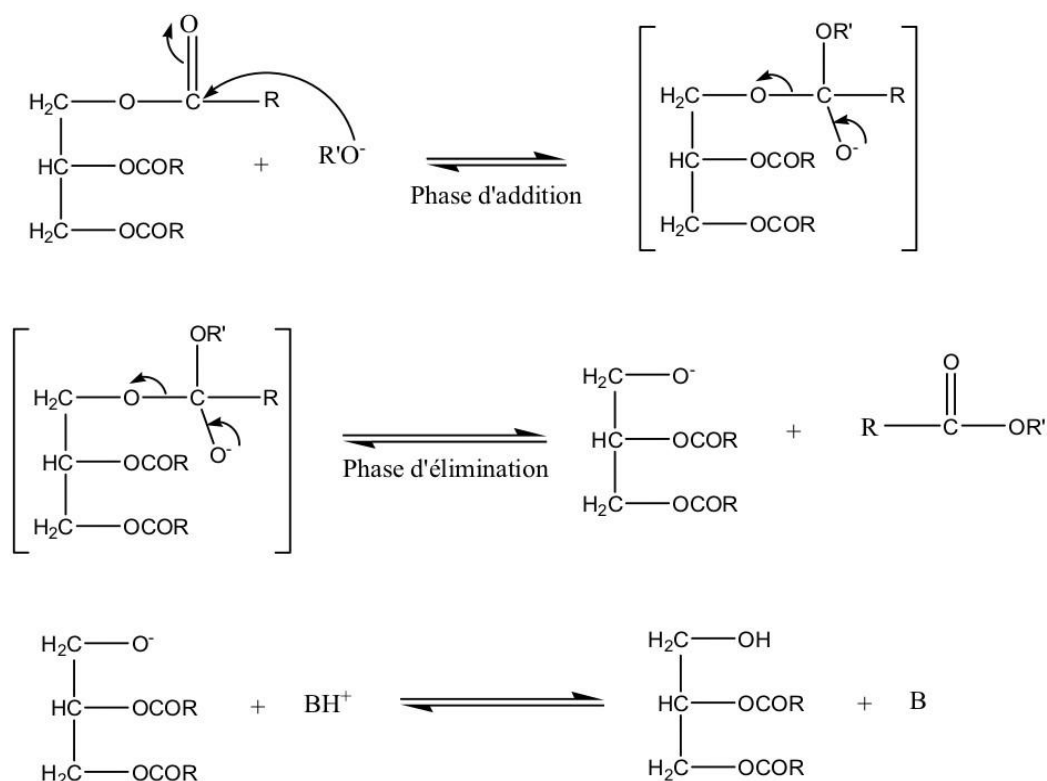
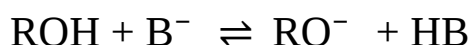


Figure. I.7 : Mécanisme de la réaction de transestérification d'huile végétale par l'alcool catalysée par une base (*Hamad 2009*).

Il consiste d'abord en une attaque nucléophile du carbonyle (du triglycéride) par l'anion alcoolate pour former un carbanion intermédiaire (phase d'addition). Puis, départ nucléofuge lors du rabattement du doublet de l'oxygène (phase d'élimination). L'alcoolate est régénéré dès l'apparition d'une fonction alcoolate du glycérol. Avec le NaOH, le KOH, le K₂CO₃ ou d'autres catalyseurs similaires, l'alcoxyde formé est souvent identifié comme l'espèce catalytique. La troisième réaction (mono donne l'ester) semble être l'étape déterminante de la réaction car les monoglycérides sont des intermédiaires plus stables que les diglycérides. (*Hamad 2009*)

I.2.6.3. But de la réaction de transestérification :

La décomposition thermique d'une huile, qui est un ester de glycérine, en l'absence d'oxygène conduit à la formation de glycérol et d'un mélange d'esters. L'objectif d'une telle étude est l'utilisation des esters obtenus comme carburant diesel.

L'étude conduit en même temps à (*Hamad 2009*):

- ✓ l'élimination totale de la glycérine
- ✓ La diminution du point d'ébullition d'huile
- ✓ L'utilisation de la glycérine dans l'industrie chimique.
- ✓ L'utilisation des sous-produits dans l'industrie du savon et des détergents.

I.2.6.4. Principales matières premières utilisées pour la transestérification :

Généralement, le méthanol et l'éthanol sont les deux alcools les plus utilisés pour la transestérification. Pourtant, l'ester le plus employé est l'ester méthylique car le prix de méthanol est moins coûteux que les autres alcools sauf dans quelques pays. Les esters de l'huile végétale et de graisse animale ayant une masse moléculaire basse sont étudiés pour la production potentielle de biodiesel (*ANNOU and CHIBANI 2016*).

I.2.6.5. Paramètres importants de la réaction de transestérification d'huile:

Les catalyseurs utilisés dans la réaction de transestérification sont généralement les bases (NaOH, KOH) ou les acides (H₂SO₄) En général, dans la transestérification avec les catalyseurs basiques, la vitesse de réaction est plus rapide qu'avec le catalyseur acide. Le rendement d'esters méthyliques obtenu par la transestérification avec bases catalyseurs est également supérieur au rendement d'esters méthyliques obtenus par la réaction avec les catalyseurs acides (*Hamad 2009*).

I.2.6.6. Les facteurs influençant sur la réaction de transestérification :

Le procédé de transestérification est influencé par les facteurs dépendant de la condition de la réaction utilisée.

Quelques principaux facteurs du procédé de transestérification (*ANNOU and CHIBANI 2016*):

- ✓ Le taux molaire d'alcool et l'huile.
- ✓ La teneur en eau et l'acide gras libre dans l'huile.
- ✓ Le type de catalyseurs, la concentration de catalyseur.
- ✓ La température.
- ✓ L'intensité de mélange.
- ✓ La durée de réaction.

Partie II

Partie expérimentale

II. Introduction

Le biodiesel est un biocarburant formé à partir des matières grasses comme : les huiles usées, les huiles végétales et les graisses animales. Dans cette partie nous allons présenter les étapes de formation du biodiesel via la transestérification à partir de l'huile de *Linum usitatissimum* L utilisant hydroxyde de potassium comme catalyseur homogène. Ensuite, nous entamerons les différentes méthodes expérimentales appliquées afin de caractériser les produits obtenus. L'étude expérimentale de l'espèce a été réalisée au niveau du laboratoire de département SM (sciences de la matière), Université Amar Telidji - Laghouat.

II.1. Matériels et méthodes

II.1.1. Matériels et produits chimiques utilisés

➤ **Appareillage:**

- Un appareil de soxhlet
- Réfrigérant
- Rotavapeur
- Balance de précision
- Etuve type de Memmert
- Plaque chauffante munie d'un système d'agitation
- Ampoule à décanter de 250 ml
- Un ballon de 500 ml
- Agitateur magnétique
- Burette graduée
- Cartouche

➤ **Produits chimiques et réactifs:**

Les produits chimiques utilisés sont regroupés dans le **Tableau II.1**.

TableauII.1: Liste des produits chimiques utilisés

N°	Désignation	Formule chimiques	Etat physique
01	chloroforme	CHCL ₃	Liquide
02	Hexane	C ₆ H ₁₄	Liquide
03	Méthanol	CH ₁₄	Liquide
04	Ethanol	C ₂ H ₅ OH	Liquide
05	Phenolphthaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	Liquide
06	Acide chlorhydrique (2N et 1N)	HCl	Liquide
07	Sulfate de sodium	Na ₂ SO ₃	Solide
08	Hydroxide de potassium	KOH	Solide

II.1.2. Plan d'expérimentation :

Le schéma général adopté pour la réalisation de cette étude est résumé par la figure ci- dessous :**(Figure II.1)**

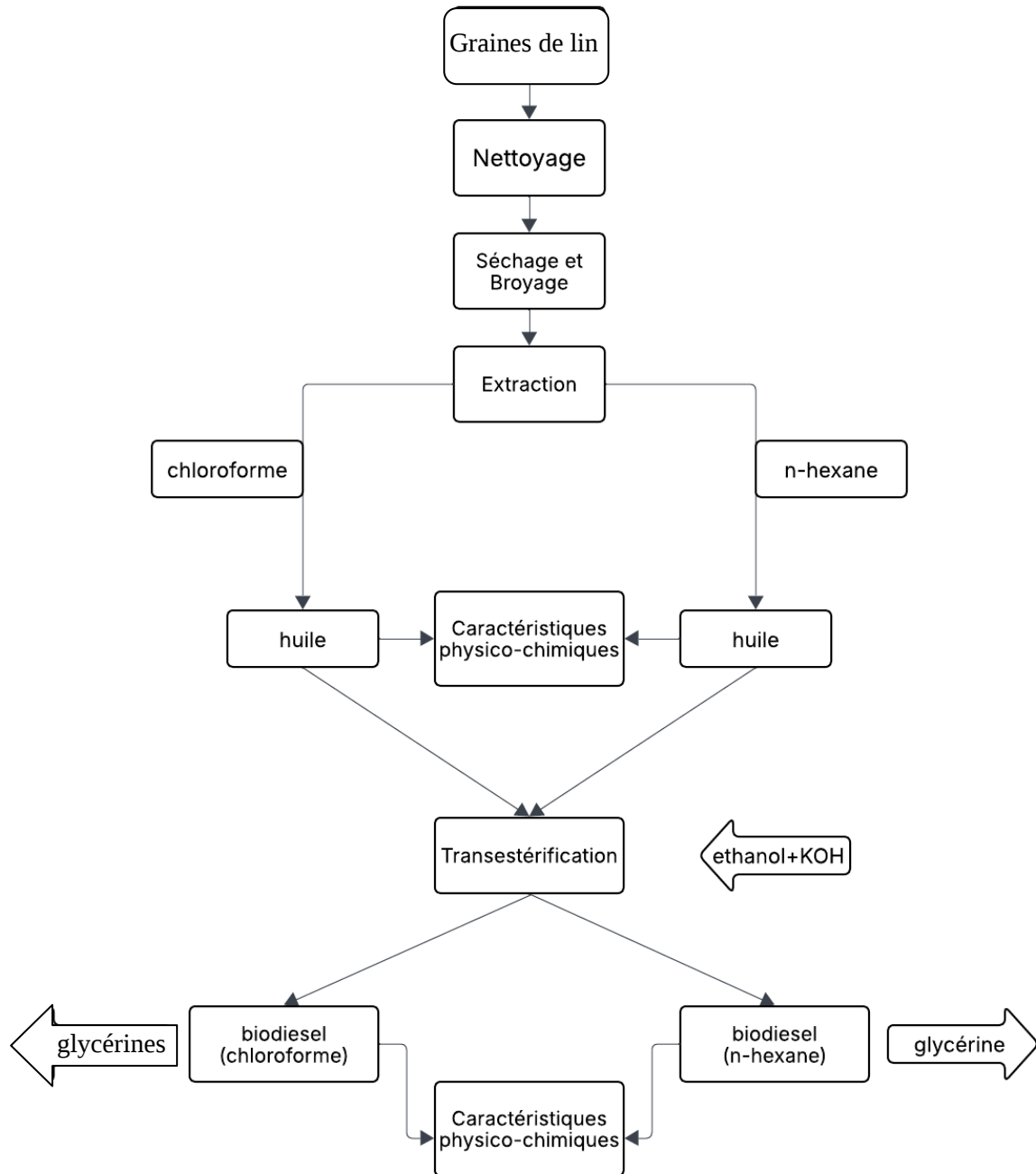


Figure II.1: Schéma général du protocole expérimental

II.1.3. Préparation d'échantillon :

Le matériel végétal utilisé dans notre étude porte sur les graines de lin (*Linum usitatissimum* L). Qui s'appellent localement « Zaria'at el ketan », achetées d'un magasin d'herboriste de la ville Laghouat .



Figure II.2:les graines de lin (photo personnelle, 2024).

Les graines de lin (*Linum usitatissimum* L) utilisées dans notre étude sont les graines commercialisées. Ces graines sont broyées à l'aide d'un broyeur électronique, puis tamiser jusqu'à l'obtention d'une poudre fine qui est conservée au réfrigérateur pour servir aux analyses chimiques.

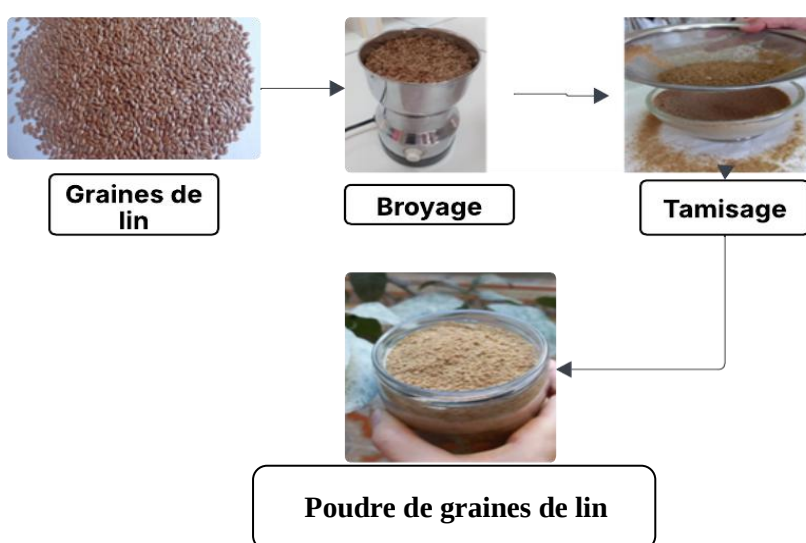


Figure II.3: Étapes de préparation de la poudre de graines de lin

II.1.4. Méthodes

II.1.4.1. Extraction des huiles de *Linum usitatissimum* L:

Afin d'extraire et de déterminer la teneur en matières grasses, nous avons choisi la méthode d'extraction solide liquide par Soxhlet. En utilisant l'hexane ou le chloroforme comme phase liquide. L'extracteur de Soxhlet permet le traitement de solides (matière végétale) avec des solvants en phase liquide vaporisés. Le corps de l'extracteur, contient une cartouche en cellulose remplie par la matière végétale en poudre. Cette cartouche est fixée sur un réservoir de solvant (ballon) et est surmonté d'un réfrigérant. Le solvant est vaporisé puis condensé tout en restant en contact avec le matériel végétal. La solution collectée dans le ballon s'enrichit de plus en plus en soluté à chaque cycle d'extraction et le matériel végétal est toujours en contact avec du solvant fraîchement distillé. L'extraction est terminée lorsque le solvant d'extraction devient de plus en plus clair c'est-à-dire sans une proportion significative de soluté (*Penchev 2010*).

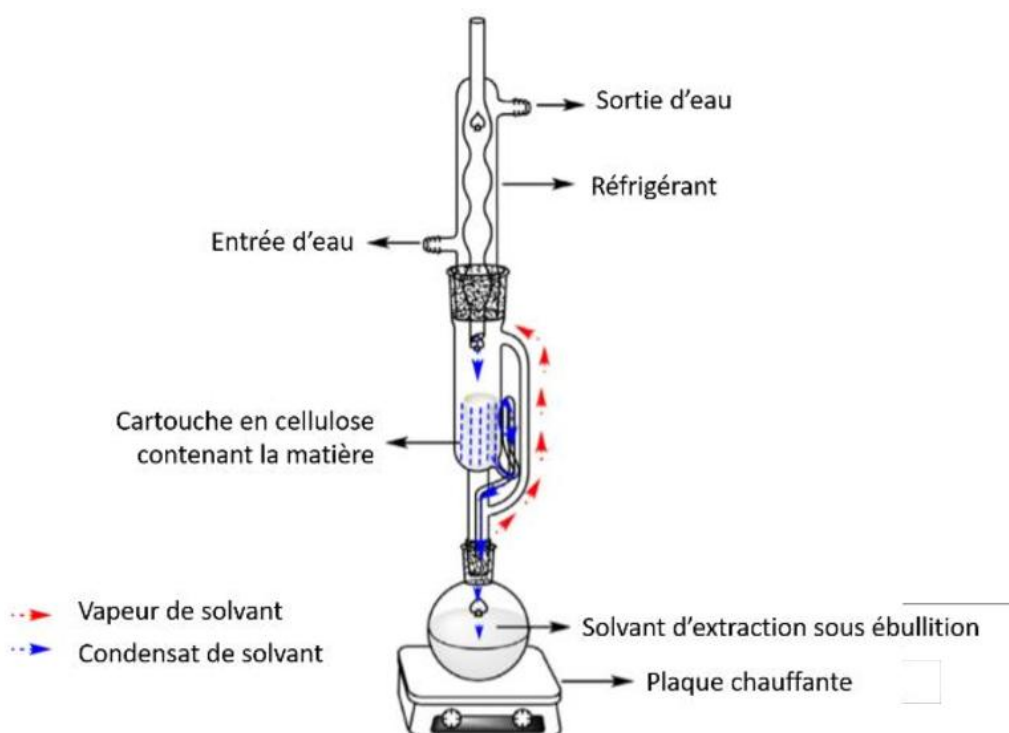


Figure II. 4: Montage de Soxhlet (*Gripon 2020*).

Après le processus d'extraction, une quantité de sulfate de sodium Na_2SO_4 a été ajoutée pour éliminer les traces de l'eau, puis on filtre et on évapore le solvant par rotavapeur en obtenant l'huile.



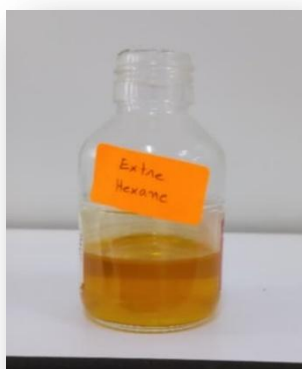
A



B

Figure II. 5: Etapes (A) d'extraction et (B) d'évaporation.

L'huile obtenue est présentée dans les deux figures suivantes:



A



B

Figure II.6: L'huile obtenue par n-hexane (A) et chloroforme (B)

L'extrait est pesé et nous avons calculé le rendement d'huile extraite par la relation suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{masse d'huile extraite (g)}}{\text{masse de graines utilisées (g)}} \times 100$$

II.1.4.2. synthèse de biodiesel :

La transestérification est la technologie classique la plus largement utilisée pour la production de biodiesel. Au cours de cette réaction, les huiles végétales réagissent avec les molécules d'éthanol pour former des esters monoéthyliques et du glycérol (*Guesmia and Essaidi 2013*). Dans notre étude, nous avons appliqué cette méthode à l'huile de graines de lin pour obtenir du biodiesel.

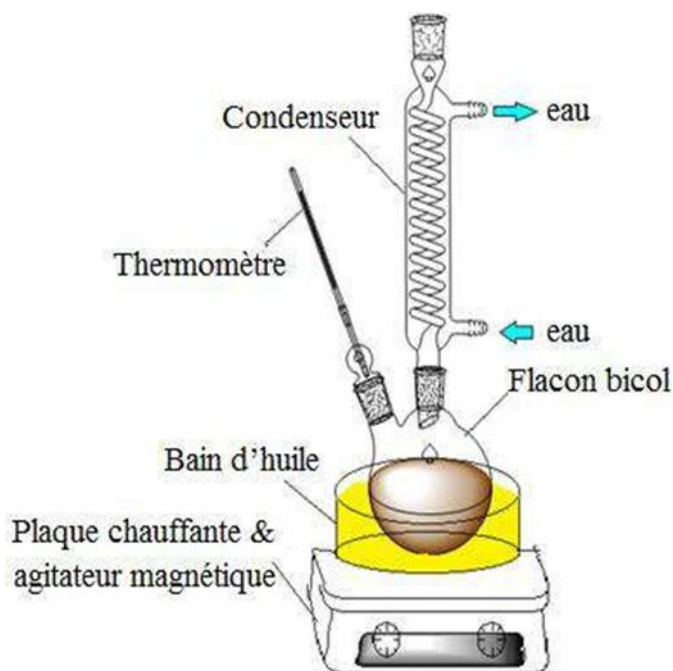


Figure II.7: Montage de synthèse de biodiesel (*Guesmia and Essaidi 2013*).

Le protocole de synthèse de biodiesel comporte les étapes suivantes (figure II.8) :

➤ **La réaction :**

1. Dissoudre 0,22 g d'hydroxyde de potassium avec 10 ml d'éthanol, en agitant et en chauffant.
2. Ajoutez la solution obtenue à 20 grammes d'huile de lin extraite dans un bécher et placez ce mélange sur un agitateur magnétique à température constante (70°C).
3. Insérez le thermomètre dans le col du flacon et laissez la réaction se produire pendant 2 heures.

➤ **La séparation des phases :**

4. Laisser la glycérine et le biodiesel se séparer en deux phases pour une journée dans une ampoule à décanter.
5. Après, verser la glycérine dans un flacon et laisser les esters dans l'ampoule

➤ **Le lavage:**

6. Ajouter 10 ml de l'eau afin d'éliminer de l'alcool et du catalyseur restants.
7. Récupérer le biodiesel et on lui ajoute 1 à 2% de sa masse de sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau.
8. Enfin filtrer et récupérer le biodiesel.



A



B



C

Figure. II.8 : (A) Synthèse, (B) Séparation et (C) Purification de biodiesel

Le biodiesel obtenu est présenté dans les deux figures suivantes:



A



B

Figure II.9: Le biodiesel obtenu par l'huile extraite par n-hexane (A) et chloroforme (B)

Le calcul du rendement R permet de déterminer l'efficacité d'une synthèse organique. C'est le rapport entre la masse de produit récupéré à la fin de l'expérience et la masse de produit théorique. Il est exprimé par la formule suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{masse de biodiesel obtenu (g)}}{\text{masse d'huile utilisée (g)}} \times 100$$

II.1.5. Caractérisations physico-chimique d'huile et biodiesel:

II.1.5.1. Propriétés physiques:

a. La densité relative:

La densité relative est une grandeur physique sans unité, définie comme le rapport entre la masse volumique d'une substance et celle de l'eau distillée à une température de référence (généralement 20 °C). Elle est utilisée pour caractériser les huiles végétales et peut refléter la nature chimique des composés extraits selon le solvant utilisé (*Harwood, Dijkstra et al. 2007*).

- **Mode opératoire**

A une température ambiante, un volume précis de corps gras a été pesé. La masse de ce dernier est divisée par la masse du même volume d'eau à la même température (*BENALIA 2016*).

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous :

$$d = \frac{m_{\text{huile}}}{m_{\text{eau}}}$$

b. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est déterminé dans un réfractomètre à une température proche que possible de la température de référence. La température est choisie de façon que le corps gras soit entièrement liquéfié, la détermination de cet indice est donnée par lecture directe sur le réfractomètre à température ambiante (*BENALIA 2016*).



Figure II.10: Le réfractomètre numérique.

L'indice de réfraction est calculé comme suit :

$$n_d^{22.1} = n_d^t + 0.00035 (t - 22.1)$$

Où:

n_d^t : Valeur de lecture à la température t à laquelle a été effectuée la détermination.

$n_d^{22.1}$: Indice de réfraction à la température 22.1°C.

t : Température à laquelle a été effectuée la lecture.

- **Mode opératoire**

- ✓ Nettoyer la lame du réfractomètre par le papier joseph.
- ✓ Etalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,3341.
- ✓ Nettoyer la lame du réfractomètre par le papier joseph.
- ✓ Déposer quelques gouttes d'huile de *Linum usitatissimum L* dans la lame du réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié.
- ✓ Effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température ambiante.

II.1.5.2. Propriétés chimiques :

a. Indice d'acide (IA)

C'est le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser des acides gras libres d'un gramme de corps gras (**BENALIA 2016**).

L'indice d'acide est donné par la formule suivante :

$$IA = \frac{V \cdot 56,1 \cdot N}{m}$$

Avec :

V : Volume, en millilitres (ml), de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution potasse (0,1 N).

m : Masse en gramme de la prise d'essai.

56,1 : Masse molaire de KOH.

- **Mode opératoire**

Une quantité de masse bien précise d'huile est solubilisée dans (25ml) de chloroforme. La solution organique est ensuite dosée par une solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium (0,1N) jusqu'au virage de l'indicateur coloré utilisé. La fin du dosage est marquée par l'apparition d'une couleur légèrement rose.

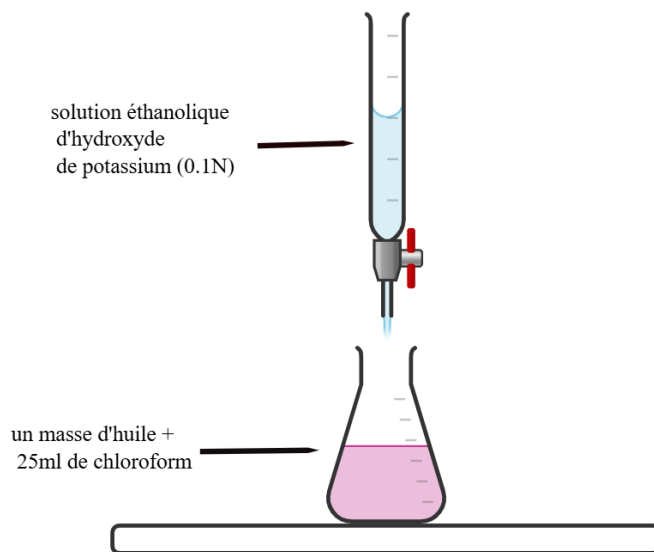
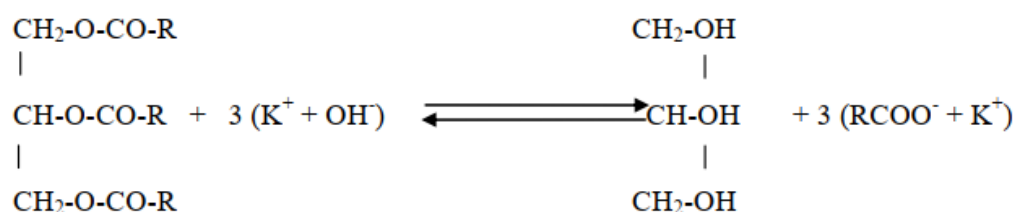


Figure II.11: Détermination de l'indice d'acide.

b. Indice de saponification (IS)

Cet indice détermine la masse de KOH en mg nécessaire pour saponifier les acides gras combinés dans un gramme de corps gras, l'IS est donne une idée de la longueur des chaînes hydrocarbonées des acides gras (**BENALIA 2016**).



L'indice de saponification (IS) est donnée par la relation suivante :

$$IS = \frac{(V' - V) \times N \times 56.1}{m}$$

V' : Volume de HCl (0,1 N) dans le test à blanc en ml.

V : Volume de HCl (0,1 N) en ml nécessaire pour neutraliser l'excès de potasse (0,1 N).

m : Masse d'huile prise en gramme.

N : Normalité de la solution de potasse.

56,1 : Masse molaire de KOH.

➤ **Mode opératoire :**

1. Peser à l'aide d'une balance 0.4 g des huiles dans un ballon de 250 ml, et noter la masse pesée avec précision.
2. Ajouter dans un ballon 20 ml de la solution éthanolique de KOH (0.1 M).
3. Chauffer le contenu de ballon à reflux au bain marie pendant 30 minutes à partir de l'ébullition.
4. Après refroidissement, titrer en retour par la solution aqueuse d'acide chlorhydrique (HCl 0,1M) en présence de phénolphthaléine, à l'équivalence, la solution vire au rose.
5. Noter avec précision le volume de HCl utilisé lors du titrage.
6. Dans les mêmes conditions opératoires on fait le titrage du blanc et doser jusqu'au virage à l'incolore de la phénolphthaléine.

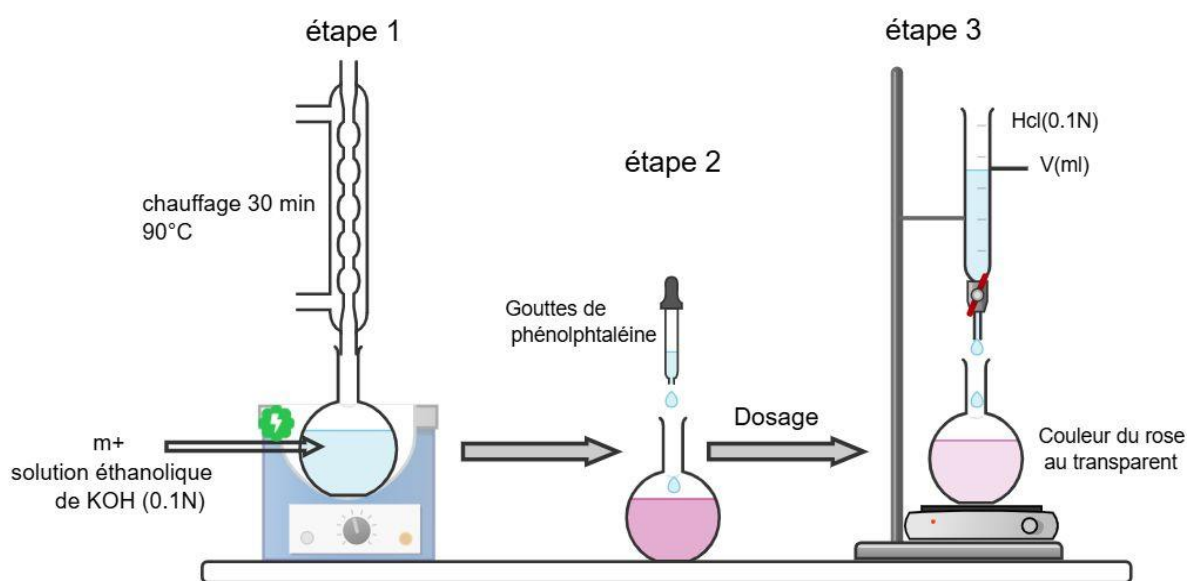


Figure II.12: Détermination de l'indice de saponification

II.1.6. Analyse spectroscopique par l'Infra rouge à Transformée de Fourier :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) est une technique de mesure qui utilise l'interaction de la lumière IR avec les vibrations moléculaires et permet l'acquisition de spectres infrarouges. Le spectre IR est calculé en utilisant la transformée de Fourier. Cette méthode fournit des informations sur les molécules d'eau et les groupements fonctionnels des différents matériaux organiques et inorganiques (*Shay and bioenergy 1993*).

II.1.6.1. Description de l'appareil utilisé pour faire les mesures IR :

Les spectres infrarouges ont été enregistrés à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier CARY 630 FT/IR dans le domaine $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ disponible au niveau de laboratoire pédagogique de département de sciences de la matière - Université Amar Thelidji Laghouat (**Figure II.13**).

La facilité d'utilisation et la flexibilité du CARY 630 FTIR se poursuivent avec le logiciel Agilent MicroLab. Le logiciel utilise des flux de travail guidés par l'image pour guider les experts et les non-experts à travers chaque étape de l'analyse FTIR. Le CARY 630 FTIR avec le logiciel Agilent MicroLab permet aux utilisateurs d'exécuter des échantillons en quelques minutes.



Figure II.13: Spectromètre CARY 630 FT/IR

II.1.6.2. Mode opératoire :

Un mélange de poudre bien broyé (Echantillon – KBr) (m/m) (1/3) a été réalisé à l'aide d'un mortier en Agate (Figure II.14-a), puis placé dans une pastilleuse (Figure II.14-b) et mené à une pression 12 bars pendant 2 min (Figure II.14-c). La pastille en suite placée dans un porte échantillon adapté au spectromètre. Mettre sur une pastille quelque microlitre d'huile

ou biodiesel et introduire la pastille dans le compartiment d'échantillonnage du spectromètre infrarouge.

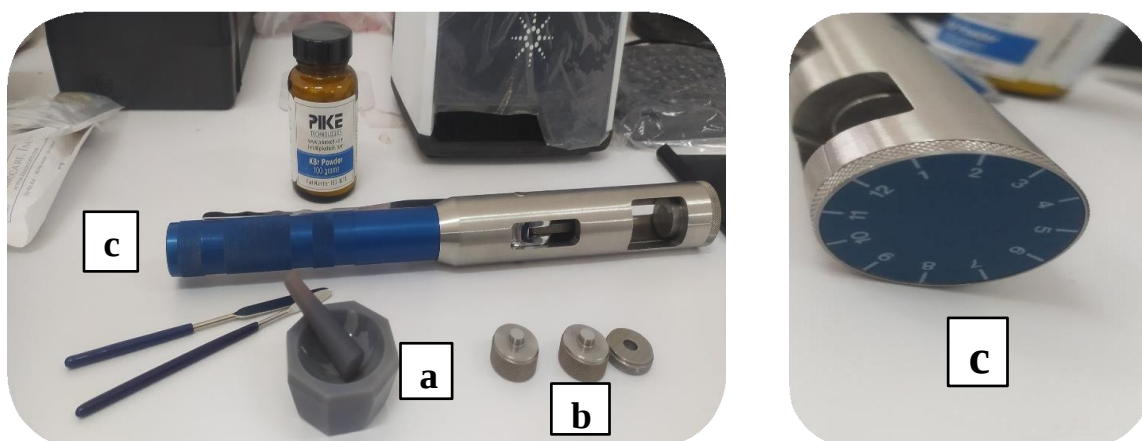


Figure II.14: Préparation des échantillons a- Mortier b- Pastilleuse c- Control de pression .

II.2. Résultats et discussion

II.2.1. Rendement en huile de l'extrait de *Linum usitatissimum* L:

Après avoir extrait les lipides à l'aide d'un appareil Soxhlet pendant six heures et évaporé les solvants organiques hexane ou chloroforme, nous avons obtenu les extraits lipidiques. Ces résultats sont présentés dans le **tableau II.2**.

Tableau II.2 Rendement de l'huile de *Linum usitatissimum* L extraite

Huile extraite par	n-Hexane	Chloroforme
Rendement	35,6034 %	47,2982 %

Dans cette étude, nous avons extrait l'huile de *Linum usitatissimum* L. à l'aide de deux solvants organiques de polarité différente : l'hexane et le chloroforme. Avec le premier solvant (hexane), le rendement lipidique a atteint 35,6034 %, et 47,2982 % avec le second (chloroforme).

Une comparaison entre ces deux solvants montre clairement que le chloroforme est plus efficace pour l'extraction de l'huile de lin, avec un rendement supérieur d'environ 11,7% par rapport à celui de l'hexane. Cette différence peut s'expliquer par la plus grande polarité du chloroforme, qui lui permet d'extraire non seulement les triglycérides mais aussi d'autres composés légèrement polaires contenus dans les graines.

En comparant le rendement de notre étude avec des travaux similaires, nous constatons que nos résultats sont cohérents avec ceux rapportés dans la littérature. Par exemple, **(Piva, Weschenfelder et al. 2018)** ont obtenu un rendement de 36,12 % en utilisant l'hexane dans une extraction Soxhlet, ce qui est très proche de notre valeur. **(Khattab, Zeitoun et al. 2013)** ont quant à eux obtenu un rendement supérieur (42,4 %) avec le même solvant. Ces résultats confirment que notre protocole est fiable et que les valeurs obtenues sont dans la plage attendue.

Le rendement de 47,30 % obtenu avec le chloroforme est remarquable, bien que ce solvant soit moins utilisé dans les applications industrielles à cause de sa toxicité **(O'brien 2008)**. Néanmoins, ces résultats montrent que le chloroforme est plus efficace pour extraire une plus grande proportion de matière grasse à partir des graines de *Linum usitatissimum* L.

Par conséquent, bien que le chloroforme offre un rendement supérieur, l'hexane reste un choix plus sûr et plus courant dans l'industrie. Le choix du solvant dépendra donc du compromis entre efficacité d'extraction et sécurité/toxicité du solvant.

II.2.2. Caractérisations physicochimiques de l'huile de *Linum usitatissimum* L

II.2.2.1. Densité relative

La densité de l'huile est mesurée à une température de 20°C. Les valeurs obtenues sont regroupées dans le **tableau II.3**.

Tableau II.3 La densité d'huile de *Linum usitatissimum* L .

L'extrait lipidique	Densité à 20 C°
Hexane	0,8817
Chloroforme	0,9860

La densité ou masse volumique dépend de la température et de la composition chimique de l'huile. Elle nous renseigne sur la nature de la composante en acides gras, notamment de la longueur de la chaîne, de la présence d'insaturation et de fonctionnalité sur la chaîne carbonée (**Bensalem 2015**).

Les résultats obtenus montrent que la densité de l'huile de *Linum usitatissimum* L varie entre 0,8817 et 0,9860 pour les extraits de l'hexane et chloroforme respectivement, Ce dernier est supérieur à celui trouvé dans l'extrait d'hexane. La densité plus élevée dans l'extrait au chloroforme peut s'expliquer par la présence accrue de composés polaires (phospholipides, pigments, etc.) qui ne sont pas extraits efficacement par l'hexane (**Matthäus and Brühl 2001**).

II.2.2.2. Indice de réfraction

Les résultats obtenus de l'indice de réfraction sont représentés dans le **Tableau II.4**.

Tableau II.4 : Indice de réfraction d'huile de *Linum usitatissimum* L.

L'extrait lipidique	Indice de réfraction (IR)	Normes AFNOR
Hexane	1,4784	1,4677-1,4705
Chloroforme	1,4727	

L'indice de réfraction varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente ainsi qu'avec la température. Cet indice est proportionnel au poids moléculaire des acides gras ainsi qu'avec leur degré d'insaturation.

A partir des résultats obtenus, on remarque que les valeurs de l'indice de réfraction de différents extraits sont presque similaires (1,4784 - 1,4727).

Ces valeurs sont comparées aux indices de réfraction typiques d'autres huiles végétales :

Tableau 05: L'indices de réfraction typiques d'autres huiles végétales (**BENALIA 2016**)

Huile végétale	Indice de réfraction
Huile d'olive	1,4618 – 1,4622
Huile de maïs	1,465 – 1,468
Huile de sésame	1,465 – 1,469
Huile de soja	1,466 – 1,470
Huile de tournesol	1,461 – 1,468

Les valeurs mesurées pour l'huile de *Linum usitatissimum.L* dans cette étude se situent à peu près dans les plages typiques rapportées dans la littérature. Par rapport aux autres huiles végétales, l'huile de lin a un indice de réfraction plus élevé, ce qui confirme sa richesse en acides gras polyinsaturés (**BENALIA 2016**).

II.2.2.3. Indice d'acide (IA) :

Nous avons déterminé quelques indices chimiques qui caractérisent les matières grasses. L'indice d'acide (IA) : est un critère de qualité de l'huile. Les résultats obtenus sont représentés dans le **Tableau.II.6**.

Tableau II.6 : Indice d'acide d'huile de *Linum usitatissimum.L*.

L'extrait lipidique	Indice d'acide (IA) mg de KOH/g d'huile	Normes AFNOR
Hexane	0,11816	≤0,80
Chloroforme	0,159775	

Les valeurs de l'indice d'acide d'huile de *Linum usitatissimum.L* pour les extraits de l'hexane et de chloroforme sont respectivement de 0,11816 et 0,159775 (mg de KOH/g d'huile).

Ces valeurs sont très faibles, ce qui indique une excellente qualité des huiles extraites. L'indice d'acide reflète la quantité d'acides gras libres présents dans l'huile ; une faible valeur témoigne d'un faible degré d'hydrolyse des triglycérides, donc d'une huile stable et peu oxydée (**Frega, Mozzon et al. 1999**)

Ces valeurs sont comparées aux l'indices d'acide typiques d'autres huiles végétales

Tableau II.7 : L'indices d'acide typiques d'autres huiles végétales
(**Frega, Mozzon et al. 1999**)

Type d'huile	Indice d'acide (mg KOH/g)
Huile de colza	0,11
Huile d'olive	0.41
Huile de tournesol	0.16
Huile de palme	11.6

En comparaison, l'huile de lin extraite par l'hexane et par le chloroforme est de haute qualité, et même meilleure que certaines huiles courantes telles que l'huile d'olive et de tournesol en termes de faible indice d'acidité (**Frega, Mozzon et al. 1999**).

II.2.2.4. Indice de Saponification

Les résultats de l'indice de saponification obtenus sont regroupés dans le **Tableau.II.8**.

Tableau II.8 : Indice de saponification d'huile de *Linum usitatissimum.L*.

L'extrait lipidique	Indice de saponification (IS) mg de KOH/g d'huile	Normes AFNOR
Hexane	194,78	184-196
Chloroforme	198,13	

La détermination de cet indice est importante, car il permet de caractériser le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes grasses auxquelles il est inversement proportionnel (**Bensalem 2015**).

Les huiles extraites à l'aide de deux solvants différents, à savoir l'hexane et le chloroforme, ont présenté des indices de saponification relativement élevés : 194,78 mg KOH/g pour l'huile extraite à l'hexane et 198,13 mg KOH/g pour celle extraite au chloroforme. Ces valeurs indiquent une richesse en triglycérides, notamment en acides gras à chaîne courte ou moyenne, favorables à la production de biodiesel.

Les valeurs des indices de saponification de différents extraits sont comparables à celles reportées pour l'huile d'olive et de tournesol qui possèdent des indices de saponification variant généralement entre 180 et 200 mg KOH/g (**Bockisch, Knoel et al. 1998, Knothe, Van Gerpen et al. 2005**). Par contre les indices de saponification de notre extraits sont inférieures que celui dans l'huile de coco (248 - 265 mg de KOH/g d'huile) (**BENALIA 2016**).

Les huiles ayant des valeurs d'indice de saponification élevées environ (300 mg de KOH/g d'huile) sont utilisées pour la fabrication des savons, qui n'est pas le cas de cette étude (**BENALIA 2016**).

II.2.3. Le rendement de la production de biodiesel :

La production de biodiesel à partir des huiles extraites de *Linum usitatissimum.L* a été réalisée par éthyl-transestérification. Le Tableau II.9 regroupe les différents rendements obtenus.

Tableau II.9 : Rendement en biodiesel.

Biodiesel obtenu par:	n-Hexane	Chloroforme
Rendement	79,8940%	45,8734%

Dans cette étude, nous avons obtenu un rendement de 79,8940 % pour le biodiesel préparé à partir de l'huile de lin extraite à l'hexane, contre 45,8734 % pour celui préparé à partir de l'huile extraite au chloroforme. Ces résultats montrent une différence significative de rendement en fonction du solvant utilisé pour l'extraction de l'huile.

En comparant nos résultats aux normes internationales, notamment les données rapportées par l'ASTM D6751 (l'American Society for Testing and Materials) et l'EN 14214 (Norme Européenne), les rendements considérés comme acceptables et économiquement

viables pour la production de biodiesel sont généralement supérieurs à 80 % (**Bockisch, Knovel et al. 1998, Knothe, Van Gerpen et al. 2005**). Ainsi, le rendement obtenu avec l'extraction à l'hexane (79,8940%) est proche de ces standards, tandis que celui obtenu avec le chloroforme (45,8734%) est nettement inférieur, rendant cette méthode d'extraction (par le chloroforme) moins avantageuse pour une production industrielle de biodiesel.

Tableau II.10 : Comparaison le rendement du biodiesel avec les normes internationales (**Bockisch, Knovel et al. 1998**)

Source de l'huile	Solvant utilisé	Rendement du biodiesel (%)	Rendement acceptable selon les normes (%)	Référence
Huile de lin (<i>Linum usitatissimum</i> L)	Hexane	79,8940	≥ 80	ASTM D6751 / EN 14214
	Chloroforme	45,8734	≥ 80	

Ces résultats confirment l'importance du choix du solvant d'extraction dans le rendement final du biodiesel et soulignent que l'hexane reste un solvant de référence dans les procédés d'extraction d'huiles végétales destinées à la production de biocarburants.

II.2.4. Propriétés Physicochimiques de Biodiesel synthétisé :

Le Tableau II.11 montre les propriétés physicochimiques des biodiesels produits à partir des huiles de lin, tels que la densité, l'indice de réfraction, l'indice d'acide et de saponification qui ont été déterminées selon des méthodes bien établies. Ces propriétés du biodiesel ont été comparées avec les normes EN 14214 et ASTM 6751.

Tableau II.11: Valeurs obtenues pour les propriétés physico chimique du biodiesel synthétisé

Le Propriétés	Le biodiesel obtenu (hexane)	Le biodiesel obtenu (chloroforme)
La densité relative	0,9223	0,9051
L'indice de réfraction	1,4623	1,4597
L'indice d'acide mg KOH/g	0,04473	0,066125
L'indice de saponification (mg KOH/g)	182,24	190,67

II.2.4.1. La densité relative :

La densité est une propriété physique de carburant pertinente car elle affecte directement les performances du moteur (**Mancini, Volpe et al. 2019**). La densité joue un rôle important dans l'atomisation du carburant dans le processus de combustion d'un moteur diesel (**Hoseini, Najafi et al. 2020, Mushtaq, Hanif et al. 2021**).

La densité nous permet de situer les biodiesels synthétisés dans les normes requises (EN 14214). En effet, les valeurs de ce paramètre dans notre étude varient entre 0,9051 et 0,9223, ce qui est plus proche à la norme EN 14214, qui donne une valeur limite entre 0,86 et 0,90. De plus, la densité du pétro-diesel est d'environ 0,85, ce qui est environ 15 à 20% plus élevé que la densité de l'essence (0,70 à 0,75) (**Speight 2011**).

En examinant les études précédentes, il est évident que les densités du biodiesel synthétisé sont plus similaires que celles de nombreuses autres ressources, telles que le moringa (0,88) (**Esmaili, Yeganeh et al. 2019**), le colza (0,87) (**Encinar, Pardal et al. 2018**), le palme (0,88) (**El-Araby, Amin et al. 2018**) et le jatropha (0,88) (**Santoso, Sukarianingsih et al. 2018**). Il est clair que les biodiesels synthétisés dans cette étude sont plus conformes, ce qui justifie la bonne conversion des huiles extraites, en éliminant le glycérol initialement présent.

II.2.4.2. L'indice de réfraction :

Les valeurs obtenues pour l'indice de réfraction indiquent que le biodiesel préparé à partir de l'huile de lin possède de bonnes propriétés physiques. Les indices de réfraction mesurés (1,4623 et 1,4597) se situent dans la plage acceptable au niveau international pour le biodiesel, généralement comprise entre 1,45 et 1,48, selon les normes (ASTM D6751) et (EN14214) (**Knothe, Sharp et al. 2006, Atabani, Silitonga et al. 2012**). Cela confirme que la qualité optique et la composition en esters éthyliques du biodiesel obtenu sont conformes aux standards internationaux.

II.2.4.3. L'indice d'acide :

Une autre propriété du biodiesel qui joue un rôle important dans la corrosion des pièces internes des moteurs diesel, est l'indice d'acide IA. La norme ASTM considère une loi stricte pour l'indice d'acide. Selon la norme ASTM D6751, IA d'un nouveau biodiesel ne doit pas dépasser 0,5 mg KOH/g.

Selon le résultat de la présente étude, les valeurs d'IA des biodiesels provenant des huiles de *Linum usitatissimum.L* varient entre 0,04473 et 0,066125 mg KOH/g. Donc, ces indices d'acides sont appropriés pour une nouvelle ressource de biodiesel. En réalité, cette valeur est normalement extrêmement faible pour le biodiesel catalysé par une base, car la majeure partie des acides gras libres a probablement été neutralisée par le catalyseur. Ces valeurs de IA trouvées sont évaluées bonnes par rapport aux celle de *Jatropha cucuras* (2,2 mg KOH/g) (*Malvade and Satpute 2013*), de *Moringa olifera* (0,26 mg KOH/g) (*Oyinade, Damilare et al. 2020*) et de *Ricinus communis* (0,63 mg KOH/g) (*Keera, El Sabagh et al. 2018, Osorio-González, Gómez-Falcon et al. 2020*).

Les acides gras libres AGL sont les acides qui ne sont pas présents sous forme de triglycérides (graisses) dans le biodiesel. Dans la réaction de saponification, les triglycérides s'hydrolysent pour donner des acides gras qui réagissent avec l'alcali pour former du savon, tandis que les AG réagissent directement avec la base lors des expériences visant à déterminer l'indice d'acide IA (*Thangarasu and Anand 2019*).

II.2.4.4. L'indice de saponification :

L'indice de saponification IS est une mesure de la teneur en liaisons esters. Il est déterminé par titrage à rebours de l'oxyde de potassium en présence de l'indicateur phénolphthaléine avec de l'acide chlorhydrique ou sulfurique.

Les indices de saponification du biodiesel, obtenus à partir des huiles extraites à l'hexane (182,24 mg KOH/g) et au chloroforme (190,67 mg KOH/g), sont jugés satisfaisants. Ces valeurs se situent dans les plages acceptables pour un biodiesel de bonne qualité et sont en accord avec les recommandations des normes internationales telles que l'EN 14214 (*Demirbas and management 2009*).

cette étude, les valeurs de l'indice de saponification (IS) des biodiesels synthétisés sont comparables avec celle de canola était de 193,55 mg KOH/g (*Issariyakul, Kulkarni et al. 2008*), de tournesol était de 175 mg KOH/g (*Perveen, Hanif et al. 2021*) et de moringa était de 190,9 mg KOH/g (*Domínguez, García et al. 2019*).

II.2.5. Analyses Spectroscopiques FTIR.

II.2.5.1 Caractérisation d'huile par FTIR

Les spectres FT-IR de l'huile de *Linum usitatissimum.L* extraite à l'hexane et le chloroforme (**Figure II.15 et II.16**) indiquent la présence d'une bande large attribuée aux vibrations d'élongation des liaisons libres O-H située à 3457 cm^{-1} indique la présence des chaînes aliphatiques longues typiques des acides gras saturés et insaturés.

On remarque aussi que les deux spectres ont montré des bandes d'absorbance à environ 2927 et 2855 cm^{-1} liées aux vibrations (élongation) des liaisons C-H de CH_2 et CH_3 respectivement. L'huile de *Linum usitatissimum.L* montre un pic très intense centré à 1036 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'élongation des liaisons C-O et C-C et confirme la présence de triglycérides

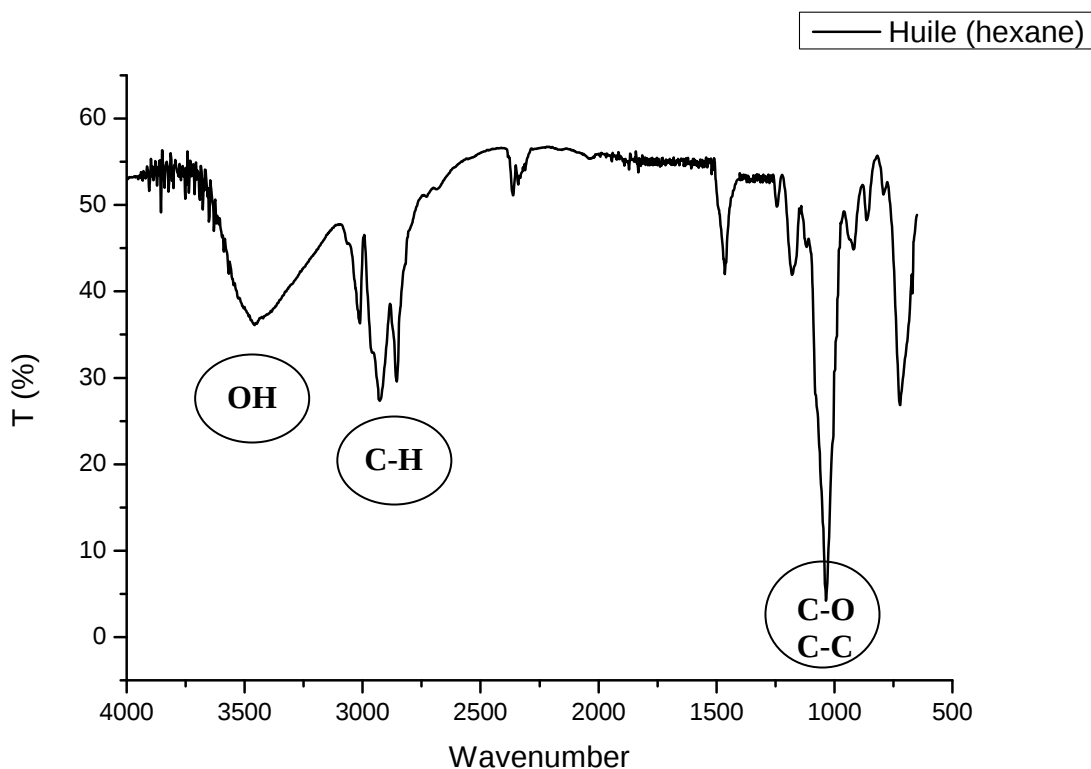


Figure II.15 : Spectre IR de l'huile de lin extraite à l'hexane

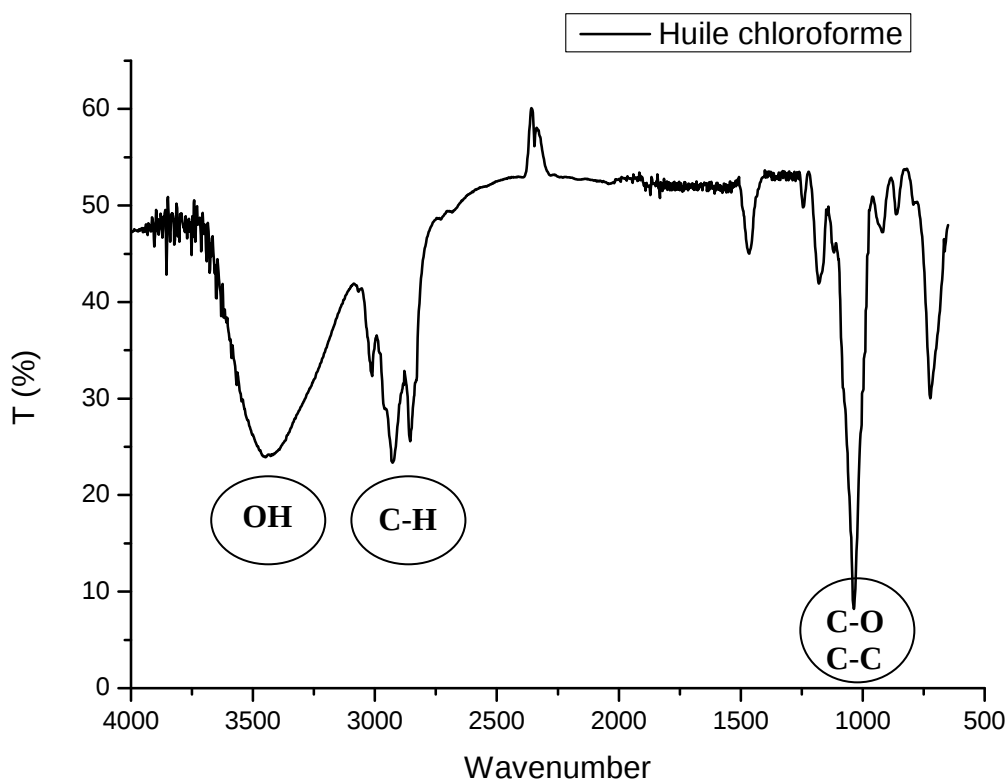


Figure II.16 : Spectre IR de l'huile de lin extraite à chloroforme

II.2.5.2. Caractérisations des biodiesels synthétisés par spectroscopie FTIR

La méthode FTIR a été employée pour caractériser le biodiesel dans la réaction de transestérification des huiles de *Linum usitatissimum.L.* Les échantillons ont été analysés par infrarouge dans la région s'étendant de 400 à 4000 cm^{-1} , couvrant les bandes d'absorption caractéristiques du biodiesel.

Les figures II.17 et II.18 a présentent les spectres FTIR des deux échantillons de biodiesel issus de l'huile de lin (huile extraite par l'hexane et par le chloroforme). Les deux spectres des biodiesels sont superposés et relèvent les mêmes bandes caractéristiques. Ces derniers reflètent parfaitement la structure des esters éthyliques de biodiesel obtenu à partir d'une opération de transestérification d'huile végétale.

Les spectres des biodiesels, comparés à celui du l'huile de *Linum usitatissimum.L.*, montrent la disparition de la bande attribuée aux vibrations des liaisons O-H située à 3457 cm^{-1} . Les bandes d'absorbance à environ 2927 et 2855 cm^{-1} sont élargies et sont attribuées aux vibrations d'élongation des liaisons C-H. On remarque aussi l'apparition d'une nouvelle bande très intense autour de 1746 cm^{-1} attribuable aux esters aliphatiques saturés C=O du

biodiesel. Un déplacement de la bande C-O à 1464 cm^{-1} et d'autre situé à 1239 cm^{-1} correspondant à l'élongation asymétrique des groupes fonctionnels C-O-C est observé après transestérification.

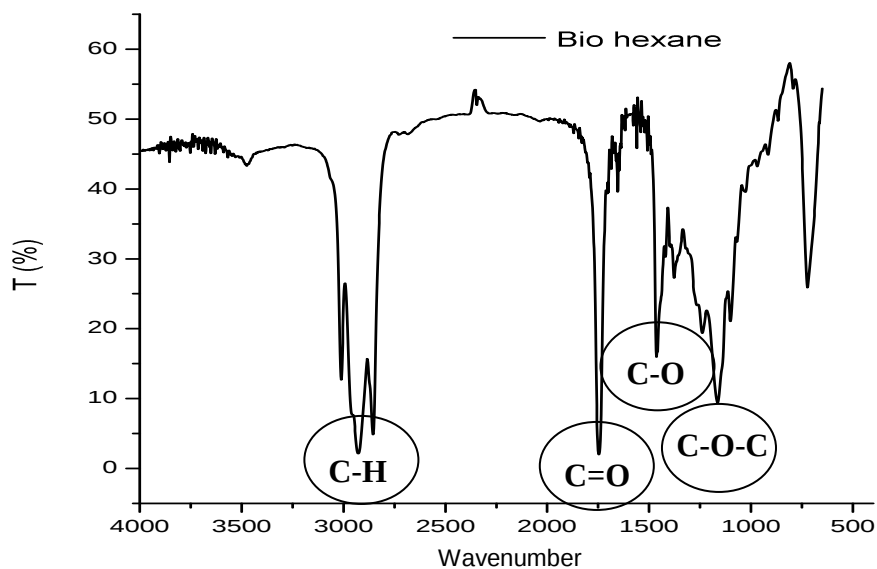


Figure II.17 Spectre IR du biodiesel (Bio-hexane)

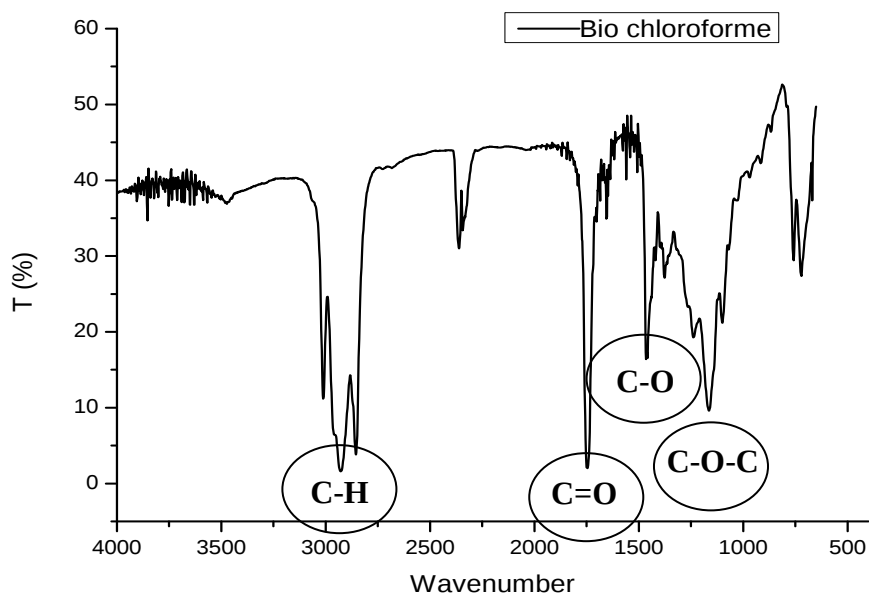


Figure II.18 : Spectre IR du biodiesel (Bio-chloroforme)

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans le cadre de ce mémoire intitulé « **Synthèse et caractérisation du biodiesel à partir d'huile de *Linum usitatissimum* L.** », nous avons exploré le potentiel de cette plante comme source renouvelable pour la production de biocarburant, dans une approche respectueuse de l'environnement.

L'extraction de l'huile des graines de lin a été réalisée par la méthode Soxhlet en utilisant deux solvants organiques différents : **l'hexane**, un solvant non polaire, et **le chloroforme**, un solvant de polarité faible. Les résultats ont montré que le chloroforme a permis un **rendement d'extraction d'huile plus élevé**, probablement en raison de sa capacité à extraire une plus grande variété de composés lipidiques.

Cependant, lors de la **réaction de transestérification** catalysée par KOH, c'est l'huile extraite à l'hexane qui a donné le **meilleur rendement en biodiesel**. Cela peut être attribué à la pureté supérieure de l'huile extraite par l'hexane, favorisant une meilleure conversion en esters éthyliques.

Les **analyses physico-chimiques** réalisées sur les huiles et les biodiesels obtenus (densité, indice de réfraction, indice d'acide et l'indice de saponification) ont révélé des propriétés **conformes aux normes internationales**, démontrant la qualité du biodiesel produit. De plus, l'analyse par **spectroscopie infrarouge (FTIR)** a permis de confirmer la présence des fonctions caractéristiques des esters dans les biodiesels, validant ainsi la réussite de la synthèse.

En conclusion, ce travail met en lumière **la viabilité de l'huile de *Linum usitatissimum* L. comme matière première durable pour la production de biodiesel**. Il souligne également l'influence cruciale du **choix du solvant d'extraction** sur le rendement et la qualité du biocarburant final. Ce projet s'inscrit pleinement dans une perspective de **chimie verte**, visant à valoriser des ressources naturelles abondantes tout en réduisant l'impact environnemental des carburants fossiles.

Finalement et comme recommandation de cette étude on propose l'étude des paramètres influençant de la réaction de transestérification (concentration du catalyseur, rapport molaire éthanol/huile, température de réaction.....), et nous espérons de faire des caractérisations complètes sur les biodiesels obtenus par la chromatographie en phase gazeuse (CPG) et la spectrométrie de masse (MS) .

Références

Bibliographiques

- Al-Farsi, M and Y. Lee** (2011). Usage of date (*Phoenix dactylifera* L.) seeds in human health and animal feed. *Nuts and seeds in health and disease prevention*, Elsevier: 447-452.
- ANNOU, H. and A. CHIBANI** (2016). Synthèse de biodiesel d'une algue verte.
- Atabani, A., S. Silitonga, I. A. Badruddin, T. Mahlia, H. Masjuki, . R. Mekhilef and s. e. reviews** (2012). "A comprehensive review on biodiesel as an alternative energy resource and its characteristics." **16**(4): 2070-2093.
- BENALIA, M.** (2016). Etude de la fraction lipidique de quelques graines de cucurbitacées, L'UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA.
- Bensalem, G., universite constantine** (2015). "L'huile de lentisque (*Pistacia lentiscus* L.) dans l'est algérien caractéristiques physico-chimiques et composition en acides gras."
- Beroual, K. and P. Y. Hamdi** (2014). "Impact de *linum usitatissimum* sur la régénération épithéliale et sur la pousse de poils."
- Bloedon, L. T. and P. Szapary** (2004). "Flaxseed and cardiovascular risk." **62**(1): 18-27.
- Bockisch, M., F. Knoel and O. J. C. Handbook, III** (1998). "AOCS Press."
- Chaib, F. and A. Khenfer, Université d'Ouargla** (2013). "Synthèse de biodiesel par la transestérification des huiles commercialisées." 10-24.
- Cruz, J., D. Hounhouigan and F. Fleurat-Lessard** (2016). La conservation des grains après récolte, Éditions Quae.
- Daun, J., V. Barthet, T. Chornick and S. Duguid** (2003). "Structure, composition, and variety development of flaxseed."
- Demirbas, A. E.** (2009). "Biofuels securing the planet's future energy needs." **50**(9): 2239-2249.
- Domínguez, Y. D García, E. Fernández-Santana, M. R. Macias, L. G. Pérez, R. Piloto-Rodríguez and T. J. A. Fischer** (2019). "Rheological behavior and properties of biodiesel and vegetable oil from *Moringa oleifera* Lam." **76**(587).
- Dybing, C. and C. Lay** (1981). Flax *Linumu sitatissimum*. dans: *CRC handbook of biosolar resources*. Eds McClure, T. A., Lipinsky, E.S., CRC Press, Inc., Boca Raton, USA, II. Resource materials, p. 71-85.
- El-Araby, R., A. Amin, A. El Morsi, N. El-Ibiari and P. El-Diwani** (2018). "Study on the characteristics of palm oil–biodiesel–diesel fuel blend." **27**(2): 187-194.
- Encinar, J. M., A. Pardal, N. Sánchez and S. J. E. Nogales** (2018). "Biodiesel by transesterification of rapeseed oil using ultrasound: a kinetic study of base-catalysed reactions." **11**(9): 2229.
- Esmaili, H., G. Yeganeh and L. Esmaeilzadeh** (2019). "Optimization of biodiesel production from *Moringa oleifera* seeds oil in the presence of nano-MgO using Taguchi method." **9**(3): 257-263.
- FANDOUGOUMA, O.** (2023). Production du Biodiesel à Partir des Noyaux de Quatre Variétés de Palmiers Dattiers (H'mira, Takerbouchet, Tegazza et Tinaceur) de la Région d'Adrar.
- Freeman, T.** (1995). "Structure of flaxseed." Dans: *Flaxseed in human nutrition*. Cunnane S. C., Thompson L. U. eds., AOCS Press, Champaign, USA, pp.
- Frega, N., M. Mozzon and S. Lercker** (1999). "Effects of free fatty acids on oxidative stability of vegetable oil." **76**: 325-329.

Gripon, L. (2020). Contribution au recyclage et à la valorisation des matières plastiques issues des déchets d'équipements électriques et électroniques contenant des retardateurs de flamme bromés, Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai.

Guesmia, I. and A. B. Essaidi (2013). Contrôle de la qualité de biodiesel synthétisé à partir d'huile d'arachide.

Hamad, B. (2009). Transestérification des huiles végétales par l'éthanol en conditions douces par catalyses hétérogènes acide et basique, Université Claude Bernard-Lyon I.

Harwood, J., J. Dijkstra and F. D. Gunstone (2007). The lipid handbook, CRC Press.

Hocking, P., J. Kirkegaard, J. Angus, A. Gibson and E. Koetz (1997). "Comparison of canola, Indian mustard and Linola in two contrasting environments. I. Effects of nitrogen fertilizer on dry-matter production, seed yield and seed quality." **49**(2-3): 107-125.

Hoseini, S., G. Najafi, A. F. Moazzez, S. Hazrati, M. T. Ebadi and T. Yusaf (2020). "Potential of Chrozophora tinctoria seed oil as a biodiesel resource." **10**(10): 3473.

Issariyakul, T., G. Kulkarni, L. Meher, A. K. Dalai and N. Bakhshi (2008). "Biodiesel production from mixtures of canola oil and used cooking oil." **140**(1-3): 77-85.

Karleskind, A, Paris (1992). "Détermination des caractéristiques physiques in manuel des corps gras." 1290-1303.

Keera, S., El Sabagh and A. Taman (2018). "Castor oil biodiesel production and optimization." **27**(4): 979-984.

Khattab, R. S. Zeitoun and Technology (2013). "Quality evaluation of flaxseed oil obtained by different extraction techniques." **53**(1): 338-345.

Knothe, G., A. Sharp, T. Ryan and fuels (2006). "Exhaust emissions of biodiesel, petrodiesel, neat methyl esters, and alkanes in a new technology engine." **20**(1): 403-408.

Knothe, G., H. Van Gerpen and J. Krahel (2005). The biodiesel handbook, AOCS press Champaign, IL.

Kouassi, E. Abolle, B. Yao, D. I. Boa and A. Studies (2015). "Essais de Transestérifications comparées par méthanolyse et éthanololyse de l'huile de palme: Mesure de la densité et de la viscosité en relation avec la structure moléculaire/[Transesterification tests compared by methanolysis and ethanolysis of palm oil: Measurement of density and viscosity in relation to the molecular structure]." **12**(4): 918.

Labalette, F., N. Landé, D. Wagner, M. Roux-Duparque and E. J. O. Sallet, Corps gras, Lipides (2011). "La filière lin oléagineux française: panorama et perspectives." **18**(3): 113-122.

Lafond, G., B. Irvine, A. Johnston, W. May, D. McAndrew, S. Shirtliffe and F. Stevenson (2008). "Impact of agronomic factors on seed yield formation and quality in flax." **88**(3): 485-500.

Lukow, O. and P. McVetty (2004). "Grain production and consumption| Cereal grains in North America."

Malvade, A. V. and S. T. Satpute (2013). "Production of palm fatty acid distillate biodiesel and effects of its blends on performance of single cylinder diesel engine." **64**: 1485-1494.

Mancini, M., L. Volpe, B. Gatti, Y. Malik, A. C. Moreno, D. Leskovar and V. J. F. Cravero (2019). "Characterization of cardoon accessions as feedstock for biodiesel production." **235**: 1287-1293.

- Matthäus, B. and L. Brühl** (2001). "Comparison of different methods for the determination of the oil content in oilseeds." **78**(1): 95-102.
- Mesbahi, D.** (2012). "La transestérification hétérogène de l'huile de tournesol sous alumine: Production du biodiesel EEHV".
- Mushtaq, A., M. Hanif, M. Zahid, U. Rashid, Z. Mushtaq, M. Zubair, B. R. Moser and F. Alharthi** (2021). "Production and Evaluation of Fractionated Tamarind Seed Oil Methyl Esters as a New Source of Biodiesel." **14**(21): 7148.
- Nada, K.** (2022). Extraction, caractérisation physico-chimique et l'étude de l'effet antibactérienne d'extrait d'une plante médicinale *Linum usitatissimum* L.(zeriaat ealketane) utilisée au traitement des troubles digestifs dans la wilaya de mila, university center of abdalhafid boussouf-MILA.
- O'brien, R. D.** (2008). Fats and oils: formulating and processing for applications, CRC press.
- Osorio-González, C., N. Gómez-Falcon, F. Sandoval-Salas, R. Saini, S. K. Brar and E. Ramírez** (2020). "Production of biodiesel from castor oil: A review." **13**(10): 2467.
- Oyinade, A. S. Damilare and R. Technology** (2020). "Production and characterization of biodiesel from Moringa olifera seed oil using alkaline catalyst." **5**(2): 1078-1092.
- Penchev, P. I.** (2010). Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions, Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT; Académie bulgare des
- Perveen, S., A. Hanif, R. Nadeem, U. Rashid, M. W. Azeem, M. Zubair, N. Nisar, F. A. Alharthi and B. Moser** (2021). "A novel route of mixed catalysis for production of fatty acid methyl esters from potential seed oil sources." **11**(7): 811.
- Piva, G., T. Weschenfelder, E. Franceschi, R. L. Cansian, N. Paroul, C. Steffens and Biotechnology** (2018). "Linseed (*Linum usitatissimum*) oil extraction using different solvents." **56**(3): 366-372.
- Renouard, S.** (2011). Régulation transcriptionnelle de la biosynthèse des lignanes du lin (*Linum usitatissimum* et *Linum flavum*) et amélioration de l'extraction des lignanes, Orléans.
- Santoso, A., D. Sukarianingsih and R. M. Sari** (2018). Optimization of Synthesis of Biodiesel from *Jatropha curcas* L. with Heterogeneous Catalyst of CaO and MgO by Transesterification Reaction Using Microwave. Journal of Physics: Conference Series, IOP Publishing.
- Savoire, R.** (2008). Etude multi-échelles de la separation solide-liquide dans la trituration du lin oléagineux, Compiègne.
- Shay, E. bioenergy** (1993). "Diesel fuel from vegetable oils: status and opportunities." **4**(4): 227-242.
- Speight, J.** (2011). Production, properties and environmental impact of hydrocarbon fuel conversion. Advances in clean hydrocarbon fuel processing, Elsevier: 54-82.
- Sultana, C. K, Lavoisier** **Technique et documentation, Paris, France** (1992). "Le lin oléagineux." **1**: p154-157.
- Thangarasu, V. and R. Anand** (2019). Physicochemical fuel properties and tribological behavior of aegle marmelos correa biodiesel. Advances in eco-fuels for a sustainable environment, Elsevier: 309-336.
- Ullah, F., A. Bano and S. Ali** (2013). "Optimization of protocol for biodiesel production of linseed (*Linum usitatissimum* L.) oil." **15**(1): 74-77.
- Warrand, J.** (2004). Etude structurale et propriétés en solution des polysaccharides constitutifs du mucilage de lin (*Linum usitatissimum* L.), Amiens.

ملخص:

في هذا العمل، قمنا بتحضير وقود حيوي (بيوديزل) انطلاقاً من زيت بذور الكتان من خلال مرحلتين أساسيتين:

أولاً: تم استخلاص الزيت باستخدام مذيبين عضويين مختلفين هما الهكسان والكلوروفورم، حيث كانت مردودية الاستخلاص 35.60٪ و 47.30٪ على التوالي.

بعد ذلك: تم تحويل الزيوت المستخلصة إلى بيوديزل بواسطة تفاعل الأسترة التبادلية باستخدام KOH كمحفز قاعدي والإيثانول بنسبة 1:6، حيث بلغت مردودية البيوديزل المستخلص من زيت الهكسان 79.84٪ ومن زيت الكلوروفورم 45.87٪.

تم توصيف البيوديزل باستخدام تقنية FTIR وتحليل خصائصه الفيزيائية والكيميائية.

أظهرت النتائج أن زيت بذور الكتان، خاصة المستخلص بالهكسان، يمكن أن يشكل مصدرًا فعالاً ومستدامًا لإنتاج بيوديزل بجودة مقبولة.

الكلمات المفتاحية: بيوديزل، زيت بذور الكتان، استخلاص، أسترة تبادلية، طاقة متجددة، FTIR.

Résumé :

Dans ce travail, nous avons préparé un biodiesel à partir de l'huile de graines de lin (*Linum usitatissimum* L.) en deux étapes principales:

Tout d'abord, l'huile a été extraite en utilisant deux solvants organiques, l'**hexane** et le **chloroforme**, avec des rendements respectifs de **35,60 %** et **47,30 %**.

Ensuite, les huiles extraites ont été converties en biodiesel par transestérification, en présence de **KOH** comme catalyseur basique et de **éthanol** dans un rapport molaire de **1:6**. Le rendement en biodiesel était de **79,84 %** pour l'huile extraite à l'hexane et de **45,87 %** pour celle extraite au chloroforme.

Le biodiesel obtenu a été caractérisé par **FTIR** ainsi que par l'analyse de ses propriétés physico-chimiques. Les résultats ont montré que l'huile de graines de lin, notamment celle extraite à l'hexane, représente une source prometteuse pour la production de biodiesel durable.

Mots-clés : Biodiesel, huile de graines de lin, extraction, transestérification, énergie renouvelable, FTIR.

Abstract :

In this study, biodiesel was produced from *Linum usitatissimum* L. (flaxseed oil) through two main steps:

First, the oil was extracted using two different organic solvents, **hexane** and **chloroform**, with extraction yields of **35.60%** and **47.30%**, respectively.

Then, the extracted oils were converted into biodiesel via transesterification using **KOH** as a base catalyst and **ethanol** in a **1:6 molar ratio**. The biodiesel yields were **79.84%** for oil extracted with hexane and **45.87%** for that extracted with chloroform.

The produced biodiesel was characterized using **FTIR** spectroscopy and evaluated for its physicochemical properties. The results demonstrated that flax seed oil, especially that extracted with hexane, is a promising and sustainable raw material for biodiesel production.

Keywords: Biodiesel, flax seed oil, extraction, transesterification, renewable energy, FTIR.