



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة الشهيد حمه لخضر الوادي

Université Echahid Hamma Lakhdar EL-OUED

كلية علوم الطبيعة والحياة

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

قسم البيولوجيا الخلوية والجزيئية

Département de Biologie Cellulaire et Moléculaire



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de Master Académique

Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Biochimie Appliquée

THEME

Production de Biodiesel à partir de la luzerne cultivée (*Medicago sativa L*) dans la région de ELOUED.

Présenté par :

- AOUADI Youcef
- DOUIM Koudri
- GAID Nadhir
- TERCHA Youcef

Devant le jury composé de :

| | | | |
|----------------|-------------------|--|--|
| Présidente : | Khaled Laiche | | Université Echahid Hamma Lakhdar D'El-Oued |
| Examinatrice : | Alali Ahmed | | Université Echahid Hamma Lakhdar D'El-Oued |
| Promoteur : | ZAATER Abdelmalek | | Université Echahid Hamma Lakhdar D'El-Oued |



Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce mémoire de master, tant sur le plan scientifique que personnel. Ce travail marque l'aboutissement d'un long parcours universitaire, et il n'aurait pu voir le jour sans le soutien, l'encadrement et les encouragements que j'ai reçus tout au long de ce chemin.

En tout premier lieu, je souhaite adresser mes sincères remerciements à **ZAATER Abdelmalek**, professeur à Université Echahid Hamma Lakhdar EL-OUED, pour sa disponibilité, sa rigueur scientifique, et surtout pour la confiance qu'il/elle m'a accordée dès le début de ce projet. Son accompagnement constant, ses conseils avisés, ainsi que ses remarques constructives ont été essentiels à l'élaboration et à l'enrichissement de ce travail.


Je remercie également les membres du jury, pour avoir accepté d'évaluer mon travail et pour leurs suggestions pertinentes qui ont permis d'en améliorer la qualité.

Je tiens à remercier chaleureusement tous les enseignants, chercheurs, techniciens, collaborateurs ou laboratoires pour leur aide précieuse lors des phases expérimentales, pour l'accès aux équipements nécessaires, ainsi que pour leurs conseils techniques et méthodologiques. Leur expertise m'a permis de mieux comprendre les aspects pratiques de la recherche scientifique.

Un grand merci aussi à mes camarades de promotion, pour leur soutien moral, les échanges d'idées, les discussions enrichissantes et l'esprit d'entraide qui a régné tout au long de cette année.

Je ne saurais oublier de témoigner ma reconnaissance à ma famille, en particulier à mes parents, pour leur amour inconditionnel, leur patience, leurs encouragements et leurs sacrifices. Leur présence constante et leur foi en moi ont été ma plus grande source de motivation.

Enfin, je souhaite remercier toutes les personnes, nommées ou non, qui ont contribué de quelque manière que ce soit à la réussite de ce mémoire. Qu'elles trouvent ici l'expression de ma reconnaissance la plus sincère.





Dédicace

Nous remercions Allah de nous avoir permis d'achever cette recherche après un long parcours et beaucoup d'efforts.

Nous dédions cette dissertation à nos parents, à nos frères et sœurs, ainsi qu'à tous ceux qui nous ont soutenus, de près ou de loin.

Ce fut un très long voyage; nous avons appris énormément de choses au cours de nos années d'études. Nous n'oublierons jamais les souvenirs que nous avons créés en chemin, les amis que nous nous sommes faits et les précieux moments partagés ensemble.

...Youssef Tercha





Dédicace

À ceux qui ont semé dans mon cœur l'amour du savoir et du travail...

À ma mère et à mon père, sources infinies de tendresse et de sacrifice, à qui je dois tout après Dieu,

À mon épouse bien-aimée, mon pilier, ma force silencieuse dans chaque étape,

À mes chers enfants, la lumière de ma vie et ma plus grande inspiration,

À ma famille, toujours présente par son amour, son soutien et ses prières,

À mes amis fidèles, compagnons de route dans les moments de joie comme dans les épreuves,

À mes professeurs respectés, guides de la connaissance et bâtisseurs d'esprits,

À tous ceux qui ont contribué, par un mot, un conseil, un sourire ou une prière sincère,

Je dédie ce travail modeste, fruit de patience, d'effort et de passion.

Et surtout, toute gratitude va à Allah, Le Tout-Puissant, qui m'a accordé la force, la patience et la réussite.

... Kouadri Douim





Dédicace

À mes chers parents,

*En reconnaissance des efforts constants, des sacrifices silencieux et d'une patience inestimable,
Pour les valeurs de discipline, de persévérance et de responsabilité que vous avez semées en moi,
Et pour le soutien matériel et moral que vous m'avez offert tout au long de mon parcours,
Je vous dédie ce mémoire, en témoignage de votre mérite et de votre rôle fondamental dans chaque réussite.*

À mes frères et sœurs,

Merci pour votre appui sincère et votre présence discrète mais constante.

À toute ma famille,

Ma gratitude pour chaque mot bienveillant et chaque moment de stabilité qui m'a permis d'avancer avec assurance.

À mes amis,

Merci à ceux qui ont su être présents dans l'effort avant les sourires, et dans les moments de besoin.

À tous mes professeurs,

Tout au long de mon parcours académique, merci d'avoir ouvert les portes du savoir et incarné l'exemple du dévouement et de la rigueur.

Enfin, à ALLAH Tout-Puissant,

Louange à Lui, en tout temps et en toute chose, pour Sa grâce, Sa guidance et Ses innombrables bienfaits.

...Nadhir Gaid





Dedicace

À celui dont le front était couvert de sueur, et à celui qui m'a appris que le succès ne vient que par la patience et la persévérance. À la lumière qui a éclairé mon chemin et à la lampe dont la lumière ne s'éteint jamais dans mon cœur, du sacrifice de ce qui est précieux et cher, et de qui je tire ma force, ma fierté et mes capacités.

Mon cher père

À celle qui a fait le paradis sous ses pieds et m'a facilité les épreuves par ses prières, à la grande femme qui a toujours souhaité me voir un jour comme celui-ci.

Ma chère mère

À la côte inébranlable et aux espoirs de mes jours, à ce qui renforçait mes os avec eux, et ils étaient pour moi des sources auxquelles j'étanchais ma soif, au meilleur et au plus pur de mes jours, au plaisir de mes yeux...

À mes chers frères et sœurs

À tous ceux qui m'ont été d'une aide et d'un soutien sur ce chemin, aux amis fidèles et compagnons de longue date, compagnons dans les épreuves et les crises, à ceux qui m'ont comblé de leurs sentiments et de leurs conseils sincères, à vous, ma famille, je dédie cet accomplissement et le fruit du succès que j'ai toujours souhaité. Aujourd'hui, j'ai achevé et perfectionné ses prémices, grâce à Lui, le Tout-Puissant. Louange à Dieu pour ce qu'il m'a rendu facile, pour m'avoir béni et pour m'avoir aidé partout où je suis. Celui qui a dit que j'étais partant... Elle l'a eu, donc je l'ai eu, et si elle a refusé contre sa volonté, je l'ai eu. Alors louange à Dieu, merci, vie et gratitude pour le début et la fin.

(وآخر دعوانهم أن الحمد لله رب العالمين)

... Youcef Aouadi



ABSTRACT

In the context of increasing global energy demand and growing environmental concerns, biodiesel has emerged as a promising renewable alternative to fossil fuels. This study explores the potential of *Medicago sativa L.* (alfalfa), cultivated in the arid region of El Oued (Algeria), as a non-food feedstock for biodiesel production.

The research focuses on extracting lipids from alfalfa leaves and converting them into biodiesel via alkaline transesterification using sodium hydroxide (NaOH) as a catalyst. The process was optimized by varying key parameters such as molar ratio of alcohol to oil, catalyst concentration, temperature, and reaction time. The resulting biodiesel was analyzed for its physicochemical properties, including density, viscosity, flash point, acid value, water content, saponification value, and fatty acid methyl ester (FAME) content. These properties were compared to international standards (EN 14214 and ASTM D6751).

Experimental results showed a lipid extraction yield of up to 7.4%, with a biodiesel conversion efficiency exceeding 90% under optimal conditions. The produced biodiesel met most required specifications, particularly in terms of viscosity (4.65 mm²/s), flash point (>120°C), and ester content (>96.5%), confirming its suitability for use in diesel engines.

This work highlights the feasibility of utilizing alfalfa — a drought-resistant, nitrogen-fixing plant — for sustainable biodiesel production. It offers a promising solution to reduce dependence on edible oils and supports the development of renewable energy sources adapted to semi-arid regions.

Key Words: Biodiesel, Alfalfa (*Medicago sativa*), Transesterification, Non-edible oil, Renewable energy, Physicochemical properties, EN 14214.

RÉSUMÉ

Dans le contexte d'une demande énergétique mondiale croissante et de préoccupations environnementales croissantes, le biodiesel est apparu comme une alternative renouvelable prometteuse aux combustibles fossiles. Cette étude explore le potentiel de *Medicago sativa L.* (luzerne), cultivée dans la région aride d'El Oued (Algérie), comme matière première non alimentaire pour la production de biodiesel.

La recherche se concentre sur l'extraction des lipides des feuilles de luzerne et leur conversion en biodiesel par transestérification alcaline en utilisant l'hydroxyde de sodium (NaOH) comme catalyseur. Le processus a été optimisé en faisant varier des paramètres clés tels que le rapport molaire alcool/huile, la concentration du catalyseur, la température et le temps de réaction. Le biodiesel résultant a été analysé pour ses propriétés physicochimiques, notamment la densité, la viscosité, le point d'éclair, l'indice d'acidité, la teneur en eau, l'indice de saponification et la teneur en esters méthyliques d'acides gras (FAME). Ces propriétés ont été comparées aux normes internationales (EN 14214 et ASTM D6751).

Les résultats expérimentaux ont montré un rendement d'extraction des lipides allant jusqu'à 7,4 %, avec une efficacité de conversion du biodiesel dépassant 90 % dans des conditions optimales. Le biodiesel produit répondait à la plupart des spécifications requises, notamment en termes de viscosité (4,65 mm²/s), de point d'éclair (> 120 °C) et de teneur en esters (> 96,5 %), confirmant ainsi son aptitude à l'utilisation dans les moteurs diesel.

Ces travaux mettent en évidence la faisabilité de l'utilisation de la luzerne, une plante résistante à la sécheresse et fixatrice d'azote, pour la production durable de biodiesel. Il offre une solution prometteuse pour réduire la dépendance aux huiles alimentaires et soutient le développement de sources d'énergie renouvelables adaptées aux régions semi-arides.

Mots clés : Biodiesel, Luzerne (*Medicago sativa*), Transestérification, Huile non comestible, Énergie renouvelable, Propriétés physicochimiques, EN 14214.

ملخص

في ظل تزايد الطلب العالمي على الطاقة وتنامي المخاوف البيئية، برز الديزل الحيوي كبديل متجدد واعد للوقود الأحفوري. تستكشف هذه الدراسة إمكانات نبات البرسيم الحجازي (*Medicago sativa* L.) المزروع في منطقة الوادي القاحلة (الجزائر)، كمادة خام غير غذائية لإنتاج الديزل الحيوي.

يركز البحث على استخلاص الدهون من أوراق البرسيم وتحويلها إلى ديزل حيوي عبر عملية الاسترة القلوية باستخدام هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) كمحفز. وقد تم تحسين هذه العملية من خلال تغيير معايير رئيسية مثل النسبة المولية للكحول إلى الزيت، وتركيز المحفز، ودرجة الحرارة، وزمن التفاعل. وقد تم تحليل الديزل الحيوي الناتج من حيث خصائصه الفيزيائية والكيميائية، بما في ذلك الكثافة، واللزوجة، ونقطة الوميض، وقيمة الحموضة، ومحتوى الماء، وقيمة التصبن، ومحتوى إستر ميثيل الأحماض الدهنية (FAME). وقد قورنت هذه الخصائص بالمعايير الدولية (EN 14214 و ASTM D6751).

أظهرت النتائج التجريبية معدل استخلاص دهون يصل إلى 7.4%، مع كفاءة تحويل وقود حيوي تتجاوز 90% في الظروف المثلى. وقد استوفى وقود الديزل الحيوي المُنتج معظم المواصفات المطلوبة، لا سيما من حيث اللزوجة (4.65 مم²/ثانية)، ونقطة الوميض (<120 درجة مئوية)، ومحتوى الإستر (<96.5%)، مما يؤكد ملاءمته للاستخدام في محركات الديزل.

يُسلط هذا العمل الضوء على جدوى استخدام نبات البرسيم - وهو نبات مقاوم للجفاف ومُثبت للنيتروجين - لإنتاج وقود حيوي مستدام. ويُقدّم هذا العمل حلاً واعدًا لتقليل الاعتماد على الزيوت الصالحة للأكل، ويدعم تطوير مصادر طاقة متجددة مُلائمة للمناطق شبه القاحلة.

كلمات مفتاحية: وقود الديزل الحيوي، البرسيم الحجازي (*Medicago sativa*)، التحويل المتبادل، زيت غير صالح للأكل، الطاقة المتجددة، الخصائص الفيزيائية والكيميائية، EN 14214.

LISTE DES ABRÉVIATIONS

| | |
|------------------------------------|--|
| BDF | Biodiesel |
| FAME | Fatty Acid Methyl Esters |
| FFA | Free Fatty Acids |
| AGL | Acides Gras Libres |
| TAG | Triacylglycérides |
| EN 14214 | Norme européenne pour le biodiesel |
| ASTM D6751 | American Society for Testing and Materials – norme biodiesel |
| NaOH | Hydroxyde de sodium |
| KOH | Hydroxyde de potassium |
| H₂SO₄ | Acide sulfurique |
| DOE | Design of Experiments |
| RSM | Response Surface Methodology |
| MS/ha/an | Tonnes de matière sèche par hectare et par an |
| L/hg/ha | Litres d'huile par hectare |
| IPCC | Intergovernmental Panel on Climate Change |
| CEN | Comité Européen de Normalisation |
| AFNOR | Association Française de Normalisation |
| ISO | International Organization for Standardization |

LISTE DES TABLEAUX

| | |
|--|----|
| Tableau 1. Classification des biocarburants selon les générations, les sources de biomasse et les technologies associées..... | 20 |
| Tableau 2. Propriétés physico-chimiques moyennes du biodiesel produit à partir de biomasse végétale | 21 |
| Tableau 3. Principales plantes oléagineuses utilisées pour la production de biodiesel : rendements, profils lipidiques et zones de culture..... | 23 |
| Tableau 4. Sources alternatives d'huile pour la production de biodiesel : rendements, avantages et limites | 25 |
| Tableau 5. Composition lipidique de la luzerne (<i>Medicago sativa</i>) selon l'origine tissulaire | 31 |
| Tableau 6. Comparaison agronomique et lipidique de la luzerne avec d'autres plantes oléagineuses utilisées pour la production de biodiesel | 33 |
| Tableau 7. Comparaison des propriétés du biodiesel de luzerne avec les normes internationales EN 14214 et ASTM D6751 | 44 |
| Tableau 8. Comparaison des performances physico-chimiques de l'huile de luzerne avec celles d'autres plantes oléagineuses pour la production de biodiesel..... | 45 |
| Tableau 9. Équipements utilisés pour la préparation, la transformation et l'analyse du biodiesel de luzerne..... | 56 |
| Tableau 10. Matériel et verrerie utilisés pour l'extraction, la séparation et la purification du biodiesel | 57 |
| Tableau 11. Substances chimiques utilisées dans les étapes de préparation et de traitement du biodiesel de luzerne..... | 57 |
| Tableau 12. Résultats expérimentaux des échantillons A, B et C comparés aux valeurs de référence pour les propriétés du biodiesel..... | 89 |

LISTE DES FIGURES

| | |
|---|----|
| Figure 1 Production du biodiesel à partir de la luzerne | 53 |
| Figure 2 Site de la wilaya d'El Oued (Sud-Est algérien) | 54 |
| Figure 3 Région de Khobna..... | 54 |
| Figure 4 Région de Lebheima..... | 55 |
| Figure 5 Zone agricole sud de Taghzout | 55 |
| Figure 6 Protocole de préparation des échantillons | 77 |

CONTENU

| | |
|--|-----------|
| <i>Remerciements</i> | |
| Dédicace | |
| Dédicace | |
| Dédicace | |
| Dedicace | |
| ABSTRACT..... | |
| RÉSUMÉ | |
| ملخص..... | |
| LISTE DES ABRÉVIATIONS..... | |
| LISTE DES TABLEAUX..... | |
| LISTE DES FIGURES..... | |
| CONTENU | |
| Introduction..... | |
| <i>Partie 1 : BIBLIOGRAPHIE</i> | |
| <i>CHAPITRE I : INTRODUCTION GÉNÉRALE SUR LES BIOCARBURANTS ET LE BIODIESEL</i> | |
| <i>I.1. Contexte énergétique mondial et enjeux environnementaux</i> | 19 |
| I.1.1. Dépendance aux énergies fossiles | 19 |
| I.1.2. Réchauffement climatique et émissions de GES..... | 19 |
| I.1.3. Transition énergétique durable | 19 |
| <i>I.2. Définition et classification des biocarburants</i> | 20 |
| I.2.1. Biocarburants de première, deuxième et troisième génération | 20 |
| I.2.2. Avantages et limites de chaque type..... | 20 |
| <i>I.3. Focus sur le biodiesel</i> | 21 |
| I.3.1. Définition, composition chimique et propriétés physico-chimiques..... | 21 |

| | |
|---|---------------------|
| I.3.2. Avantages du biodiesel par rapport au diesel fossile | 22 |
| I.3.3. Normes internationales de qualité (ASTM D6751, EN 14214)..... | 22 |
| <i>I.4. Matières premières pour la production de biodiesel</i> | <i>23</i> |
| I.4.1. Huiles végétales (colza, soja, palme, etc.) | 23 |
| I.4.2. Résidus agricoles, microalgues, plantes énergétiques | 24 |
| <i>I.5. Intérêt de la recherche sur de nouvelles sources de biodiesel</i> | <i>25</i> |
| I.5.1. Problèmes liés à l’usage de plantes alimentaires | 25 |
| I.5.2. Valorisation des plantes non alimentaires et pérennes | 26 |
| <i>CHAPITRE II : LA LUZERNE (Medicago sativa)</i> | <i>.....</i> |
| <i>II.1. Taxonomie et description botanique</i> | <i>28</i> |
| II.1.1. Famille : Fabaceae | 28 |
| II.1.2. Morphologie : racine, tige, feuilles, fleurs, graines | 28 |
| <i>II.2. Cycle biologique et exigences agroécologiques.....</i> | <i>29</i> |
| II.2.1. Conditions climatiques et édaphiques optimales | 29 |
| II.2.2. Pratiques culturales et rendement | 30 |
| <i>II.3. Composition biochimique</i> | <i>30</i> |
| II.3.1. Teneur en lipides, glucides, protéines | 30 |
| II.3.2. Profil lipidique des graines et des tissus foliaires | 31 |
| <i>II.4. Usages traditionnels et industriels de la luzerne</i> | <i>32</i> |
| II.4.1. Alimentation animale, fourrage | 32 |
| II.4.2. Applications médicales et agronomiques | 32 |
| <i>II.5. Potentiel énergétique et intérêt en tant que culture énergétique.....</i> | <i>33</i> |
| II.5.1. Comparaison avec d’autres plantes oléagineuses | 33 |
| II.5.2. Rendement en huile et adaptation climatique..... | 34 |
| <i>CHAPITRE III : PROCÉDÉ DE TRANSESTÉRIFICATION ET OPTIMISATION</i> | |
| <i>III.1. Principes de la transestérification</i> | <i>36</i> |
| III.1.1. Réaction chimique : triglycéride + alcool → esters méthyliques + glycérol | 36 |
| III.1.2. Catalyseurs (acide, base, enzymes)..... | 36 |

| | |
|--|--------------|
| III.2. Paramètres influençant le rendement de la réaction | 37 |
| III.2.1. Température, temps de réaction, rapport molaire alcool/huiles, type de catalyseur | 37 |
| III.2.2. Effet de la pureté de l'huile | 38 |
| III.3. Optimisation du procédé | 38 |
| III.3.1. Utilisation de plans d'expérience (DOE, RSM) | 38 |
| III.3.2. Approche cinétique et thermodynamique | 39 |
| III.3.3. Méthodes d'optimisation verte (ultrasons, micro-ondes, solvants verts) | 39 |
| III.4. Étapes du processus industriel de production de biodiesel | 40 |
| III.4.1. Extraction de l'huile végétale | 40 |
| III.4.2. Prétraitement (neutralisation, déshydratation) | 40 |
| III.4.3. Réaction de transestérification | 40 |
| III.4.4. Séparation et purification du biodiesel | 41 |
| CHAPITRE IV : LA LUZERNE COMME MATIÈRE PREMIÈRE POUR LE BIODIESEL | |
| IV.1. Évaluation de l'huile extraite de la luzerne | 43 |
| IV.1.1. Méthodes d'extraction (pression mécanique, solvants) | 43 |
| IV.1.2. Rendement et qualité de l'huile obtenue | 43 |
| IV.2. Transestérification de l'huile de luzerne | 44 |
| IV.2.1. Conditions expérimentales spécifiques | 44 |
| IV.2.2. Propriétés du biodiesel produit (densité, viscosité, indice de cétane, point éclair) | 44 |
| IV.3. Comparaison avec d'autres huiles végétales | 45 |
| IV.3.1. Rendement énergétique et propriétés physico-chimiques | 45 |
| IV.3.2. Avantages et limites de l'huile de luzerne | 46 |
| IV.4. Impact environnemental et durabilité | 47 |
| IV.4.1. Bilan carbone de la production | 47 |
| IV.4.2. Valorisation des co-produits (résidus, glycérol) | 48 |

| | |
|--|-----------|
| IV.5. Faisabilité économique et perspectives de valorisation industrielle | 49 |
| IV.5.1. Coût de production estimé | 49 |
| IV.5.2. Intégration dans un modèle agricole durable..... | 50 |
| PARTIE 02 : PARTIE PRATIQUE | |
| CHAPITRE I : MATERIELS ET MÉTHODES | |
| I.1. Préparation de la matière première | 53 |
| I.1.1. Matériel biologique | 53 |
| I.1.2. Matériel non biologique..... | 56 |
| I.1.3. Verrerie et petits matériels de laboratoire | 56 |
| I.1.4. Réactifs et produits chimiques | 57 |
| I.2. Méthodologie expérimentale | 58 |
| I.2.1. Préparation de la luzerne (matière première)..... | 58 |
| I.2.2. Extraction des lipides à l'aide de l'éthanol (extraction solide-liquide)..... | 59 |
| I.2.3. Rendement d'extraction de l'huile | 60 |
| I.2.4. Test des Acides Gras Libres (AGL)..... | 61 |
| I.2.5. Conversion de l'huile extraite en biodiesel..... | 62 |
| I.2.6. Protocole expérimental de transestérification | 62 |
| I.2.7. Séparation du biodiesel et du glycérol..... | 63 |
| I.2.8. Lavage du biodiesel..... | 64 |
| I.2.9. Séchage du biodiesel | 65 |
| I.3. Le test physico-chimique | 66 |
| I.3.1. La densité du biodiesel | 66 |
| I.3.2. La viscosité cinématique du biodiesel | 67 |
| I.3.3. Le point d'éclair du biodiesel..... | 68 |
| I.3.4. Le point de trouble du biodiesel..... | 69 |
| I.3.5. L'indice d'acidité du biodiesel..... | 70 |
| I.3.6. La teneur en eau (teneur en humidité)..... | 71 |
| I.3.7. La teneur en esters méthyliques (pureté du biodiesel) | 72 |

| | |
|--|-----------|
| I.3.8. La teneur en glycérine (glycérol libre et total)..... | 73 |
| I.3.9. Rendement de conversion en biodiesel | 74 |
| I.3.10. Indice de saponification | 75 |
| CHAPITRE II : RESULTS ET DISCUSSIONS | |
| II.1. Rendement d'extraction de l'huile..... | 79 |
| II.2. Teneur en acides gras libres (FFA)..... | 80 |
| II.3. Densité à 15 °C | 80 |
| II.4. Viscosité cinématique à 40 °C | 81 |
| II.5. Point éclair | 82 |
| II.6. Point de trouble (Cloud point) | 82 |
| II.7. Indice d'acide | 83 |
| II.8. Teneur en eau | 83 |
| II.9. Teneur en esters méthyliques d'acides gras (FAME) | 84 |
| II.10. Teneur en glycérides (totaux, mono-, di- et triglycérides) | 85 |
| II.11. Rendement de conversion en biodiesel..... | 86 |
| II.12. Indice de saponification..... | 88 |
| CONCLUSION GENERALE..... | |
| RÉFÉRENCES | |
| ANNEXES..... | |

Introduction

Introduction

Dans un contexte mondial marqué par une demande énergétique croissante et une montée en puissance des préoccupations environnementales, les énergies renouvelables connaissent un regain d'intérêt particulier. Parmi ces dernières, les biocarburants, et plus spécifiquement le biodiesel, se positionnent comme des alternatives prometteuses aux carburants fossiles. Leur utilisation permet non seulement de réduire les émissions de gaz à effet de serre, mais aussi de contribuer à la sécurité énergétique et à la diversification des sources d'approvisionnement.

Le biodiesel est principalement produit à partir d'huiles végétales ou de graisses animales par un procédé chimique appelé transestérification, au cours duquel les triglycérides sont convertis en esters méthyliques ou éthyliques. Cependant, l'utilisation de plantes oléagineuses alimentaires (comme le soja, le colza ou le tournesol) soulève des interrogations quant à la concurrence avec la production agricole destinée à l'alimentation humaine et animale. Il devient donc crucial d'explorer de nouvelles matières premières non alimentaires, pérennes et adaptées aux conditions climatiques locales.

La luzerne (*Medicago sativa L.*) est une plante légumineuse largement cultivée pour son importante valeur fourragère. Elle présente également des caractéristiques agricoles intéressantes : rusticité, capacité à s'adapter à des sols variés et faible besoin en intrants. Bien que sa teneur en huile soit relativement modeste comparée à celle des huiles traditionnellement utilisées, ses avantages écologiques et économiques en font une candidate prometteuse pour la production de biodiesel, notamment dans les régions semi-arides comme le Sud-Est algérien.

Cette étude s'inscrit dans ce cadre et vise à explorer le potentiel de la luzerne cultivée dans la wilaya d'El Oued comme matière première alternative pour la production de biodiesel. Elle comprend une analyse bibliographique sur les biocarburants et leurs enjeux, une présentation de la luzerne et de ses propriétés, ainsi qu'une partie expérimentale portant sur l'extraction lipidique, la transestérification et l'analyse physico-chimique du biodiesel obtenu.

Partie 1 :

BIBLIOGRAPHIE

***CHAPITRE I : INTRODUCTION GÉNÉRALE SUR
LES BIOCARBURANTS ET LE BIODIESEL***

I.1. Contexte énergétique mondial et enjeux environnementaux

I.1.1. Dépendance aux énergies fossiles

Depuis la révolution industrielle, les combustibles fossiles (pétrole, charbon, gaz naturel) sont devenus la principale source d'énergie mondiale. En 2022, ces sources représentaient encore près de **82 %** de la consommation énergétique primaire à l'échelle mondiale (IEA, 2022). Cette dépendance est particulièrement marquée dans les secteurs du transport, de l'électricité et de l'industrie lourde. Cependant, les réserves de ces ressources sont limitées et leur exploitation intensive soulève des préoccupations tant économiques qu'environnementales. La volatilité des prix, les conflits géopolitiques autour des zones d'extraction, et la rareté croissante du pétrole conventionnel renforcent l'urgence de trouver des alternatives énergétiques viables et durables.

I.1.2. Réchauffement climatique et émissions de GES

La combustion des énergies fossiles est responsable de **plus de 75 %** des émissions anthropiques de gaz à effet de serre (GES), principalement du dioxyde de carbone (CO₂), du méthane (CH₄) et du protoxyde d'azote (N₂O) (IPCC, 2021). Ces gaz piègent la chaleur dans l'atmosphère, entraînant une augmentation de la température moyenne mondiale, avec des conséquences graves : fonte des glaces, élévation du niveau des mers, événements climatiques extrêmes (sécheresses, inondations), et perturbations des écosystèmes. Le GIEC a mis en garde contre un dépassement du seuil critique de **1,5 °C** d'ici 2030 si des mesures drastiques ne sont pas prises pour réduire les émissions (IPCC, 2023).

I.1.3. Transition énergétique durable

Face à ces défis, la **transition énergétique** vers des sources **renouvelables, propres et décentralisées** devient une nécessité planétaire. Cette transition vise à substituer progressivement les énergies fossiles par des sources telles que l'énergie solaire, éolienne, hydraulique, géothermique et **la biomasse**, tout en promouvant l'efficacité énergétique et la sobriété. Les biocarburants, dont le biodiesel, jouent un rôle clé dans cette démarche, notamment dans les secteurs difficiles à électrifier comme le transport routier, maritime ou agricole. Les stratégies internationales, telles que l'**Agenda 2030 des Nations Unies** (objectif ODD 7) et les engagements de l'**Accord de Paris**, placent les biocarburants au cœur des politiques climatiques et énergétiques durables.

I.2. Définition et classification des biocarburants

I.2.1. Biocarburants de première, deuxième et troisième génération

Les **biocarburants** sont des carburants produits à partir de **matières organiques renouvelables** (biomasse), utilisés principalement comme alternatives aux carburants fossiles dans le secteur du transport. Ils peuvent être liquides (biodiesel, bioéthanol), gazeux (biogaz), ou solides (granulés, bûches de biomasse) (Demirbas, 2009).

La classification des biocarburants en **trois générations** repose sur la nature des matières premières utilisées et les procédés de production :

Tableau 1. Classification des biocarburants selon les générations, les sources de biomasse et les technologies associées

| Génération | Source de biomasse | Exemple de biocarburant | Technologie | Problèmes clés |
|-----------------|---|------------------------------------|--|---|
| 1 ^{re} | Plantes alimentaires (maïs, canne à sucre, colza) | Bioéthanol, biodiesel | Fermentation, transestérification | Concurrence alimentaire, utilisation des terres |
| 2 ^e | Résidus agricoles, bois, déchets lignocellulosiques | Bioéthanol cellulosique, biodiesel | Hydrolyse enzymatique, gazéification | Rendement limité, coût élevé |
| 3 ^e | Microalgues, cyanobactéries | Biodiesel algal, biohydrogène | Cultures photobioréacteurs, extraction lipidique | Coût de production, optimisation technique |

I.2.2. Avantages et limites de chaque type

- **Biocarburants de première génération:**
Avantages : Technologies matures, infrastructures existantes, production à grande échelle.
Limites : Compétition avec l'alimentation humaine, déforestation, impact sur la biodiversité (FAO, 2010).

- **Biocarburants de deuxième génération :**
Avantages : Valorisation de déchets agricoles et forestiers, faible concurrence alimentaire.
Limites : Coût technologique élevé, rendements faibles, prétraitements complexes (Naik et al., 2010).
- **Biocarburants de troisième génération:**
Avantages : Haute productivité (microalgues), faible besoin en terres arables, absorption de CO₂ pendant la culture.
Limites : Investissements élevés, instabilité des cultures algales, manque de filières industrielles établies (Chisti, 2007).

La transition vers les **biocarburants avancés** (2^e et 3^e génération) s'inscrit dans une logique de **durabilité**, visant à réduire les conflits avec les ressources alimentaires et améliorer l'efficacité environnementale des systèmes énergétiques (IEA Bioenergy, 2020).

I.3. Focus sur le biodiesel

I.3.1. Définition, composition chimique et propriétés physico-chimiques

Le **biodiesel** est un carburant renouvelable formé d'un mélange de **esters monoalkyliques d'acides gras à longue chaîne** (FAME : Fatty Acid Methyl Esters), obtenu par transestérification d'huiles végétales ou de graisses animales avec un alcool léger, généralement le méthanol (MeOH) (Knothe et al., 2005).

❖ Composition chimique principale :

Les principales molécules du biodiesel sont des esters méthyliques tels que :

- Méthyl-palmitate (C₁₇H₃₄O₂)
- Méthyl-oléate (C₁₉H₃₆O₂)
- Méthyl-linoléate (C₁₉H₃₄O₂)

(Knothe, 2010)

❖ Propriétés physico-chimiques typiques :

Tableau 2. Propriétés physico-chimiques moyennes du biodiesel produit à partir de biomasse végétale

| Propriété | Valeur moyenne | Unité |
|-----------|----------------|-------|
|-----------|----------------|-------|

| | | |
|------------------------------|-----------|--------------------|
| Densité à 15 °C | 0,86–0,90 | g/cm ³ |
| Viscosité cinématique | 4–6 | mm ² /s |
| Pouvoir calorifique | ~37 | MJ/kg |
| Point éclair | > 120 | °C |
| Indice de cétane | 48–65 | - |

(Demirbas, 2008 ; Atabani et al., 2012)

Ces propriétés confèrent au biodiesel une bonne combustion et une stabilité en conditions normales d'utilisation.

I.3.2. Avantages du biodiesel par rapport au diesel fossile

Le biodiesel présente plusieurs **avantages environnementaux, techniques et économiques** par rapport au gazole fossile :

- **Bilan carbone neutre** : le CO₂ émis à la combustion est globalement réabsorbé lors de la croissance de la biomasse (Hill et al., 2006).
- **Réduction des émissions** de particules fines, de CO, d'hydrocarbures non brûlés et de soufre (Graboski & McCormick, 1998).
- **Pouvoir lubrifiant élevé**, améliorant la durabilité des moteurs (Knothe, 2005).
- **Biodégradabilité et faible toxicité**, réduisant les risques environnementaux en cas de déversement (Zhang et al., 2003).
- **Compatibilité avec les moteurs Diesel existants** (jusqu'à B20 sans modification majeure).

I.3.3. Normes internationales de qualité (ASTM D6751, EN 14214)

Pour garantir la **qualité, la sécurité et l'uniformité** du biodiesel, deux principales normes sont utilisées :

◆ Norme ASTM D6751 (États-Unis)

Établit les spécifications du biodiesel pur (B100) destiné à être utilisé comme carburant ou en mélange :

- Limites sur la teneur en eau (<0,05 %), en glycérol libre (<0,02 %), en esters (>96,5 %), en cendres, en soufre, etc.

(ASTM International, 2021)

◆ **Norme EN 14214 (Union européenne)**

Norme plus stricte utilisée dans l'UE, avec des exigences sur :

- **Indice de cétane ≥ 51**
- **Viscosité à 40°C entre 3,5 et 5 mm²/s**
- **Teneur maximale en esters $\geq 96,5$ %**
- **Stabilité à l'oxydation ≥ 8 h**

Comparativement à ASTM D6751, EN 14214 impose des seuils plus sévères sur la stabilité à l'oxydation, l'acidité, et les impuretés métalliques (Van Gerpen, 2005).

Ces normes sont essentielles pour assurer une combustion efficace, prévenir l'encrassement des moteurs et assurer la compatibilité avec les normes environnementales.

I.4. Matières premières pour la production de biodiesel

La matière première est un facteur déterminant de la qualité, du rendement et de la durabilité du biodiesel. On distingue les huiles végétales comestibles, les déchets agricoles et industriels, les microalgues, et les plantes énergétiques non alimentaires. Chacune présente des caractéristiques distinctes en termes de rendement lipidique, disponibilité, coût et impact environnemental (Atabani et al., 2012).

I.4.1. Huiles végétales (colza, soja, palme, etc.)

Les huiles végétales sont historiquement les plus utilisées pour la production de biodiesel via transestérification. Les espèces principales incluent :

Tableau 3. Principales plantes oléagineuses utilisées pour la production de biodiesel : rendements, profils lipidiques et zones de culture

| Plante | Rendement moyen en huile (L/ha) | Profil lipidique | Régions productrices |
|---------------|--|-------------------------|-----------------------------|
| Colza | 1 000–1 500 | Riche en acide oléique | Europe, Canada |

| | | | |
|--------------|-------------|----------------------------------|-------------------------------------|
| Soja | 400–800 | Acide linoléique majoritaire | Amérique du Sud et du Nord |
| Palme | 4 000–6 000 | Haute teneur en acide palmitique | Asie du Sud-Est, Afrique de l'Ouest |

- Le **colza** est prisé pour ses faibles niveaux d'acides gras saturés, offrant un biodiesel fluide à basse température (Ramadhas et al., 2005).
- L'**huile de soja**, abondante, est facilement transestérifiable mais offre un pouvoir calorifique légèrement inférieur.
- L'**huile de palme** est la plus productive mais pose des problèmes environnementaux liés à la déforestation (Nguyen et al., 2009).

Les huiles comestibles posent toutefois un **problème éthique et économique**, car elles entrent en concurrence avec l'alimentation humaine ("food vs fuel") (Pimentel & Patzek, 2005).

I.4.2. Résidus agricoles, microalgues, plantes énergétiques

Face aux limites des huiles alimentaires, des sources **alternatives** ont été explorées :

❖ Résidus agricoles et huiles usagées :

- Les graisses animales, les huiles de friture usées (UCO), les sous-produits de pressage offrent des coûts réduits.
- Ces matières nécessitent un prétraitement (neutralisation, filtration) pour réduire la teneur en eau et en acides gras libres (Felizardo et al., 2006).

❖ Microalgues :

- Les microalgues comme *Chlorella*, *Nannochloropsis* ou *Botryococcus* peuvent produire jusqu'à 60 % de leur poids sec en lipides.
- Rendement potentiel : >30 000 L/ha/an (Chisti, 2007).
- Avantages : croissance rapide, pas de concurrence avec les terres agricoles, captation du CO₂.
- Limites : coûts élevés d'extraction et de culture en photobioréacteurs (Mata et al., 2010).

❖ Plantes énergétiques non alimentaires :

- *Jatropha curcas*, *Pongamia pinnata*, *Camelina sativa*, *Calotropis procera* sont riches en huiles mais non comestibles.
- Cultivables sur sols dégradés, elles n'entrent pas en compétition avec les cultures vivrières (Achten et al., 2008).

Tableau 4. Sources alternatives d'huile pour la production de biodiesel : rendements, avantages et limites

| Source | Rendement huile (L/ha) | Avantages | Limites |
|-----------------------|---------------------------|--------------------------------|------------------------------------|
| Jatropha | 1 000–2 000 | Tolérance à la sécheresse | Toxicité des graines |
| Microalgues | >30 000 | Rendement lipidique très élevé | Coûts élevés, technologie complexe |
| Huiles usagées | Variable | Recyclage, faible coût | Prétraitement obligatoire |

(Chisti, 2007 ; Achten et al., 2008 ; Mata et al., 2010)

I.5. Intérêt de la recherche sur de nouvelles sources de biodiesel

La nécessité d'explorer de nouvelles sources de biodiesel s'inscrit dans un contexte de durabilité, de sécurité alimentaire et de réduction des impacts environnementaux. Les recherches actuelles privilégient des **matières premières non alimentaires, locales et à haut rendement lipidique** pour éviter la concurrence avec les cultures vivrières, tout en répondant aux besoins énergétiques croissants.

I.5.1. Problèmes liés à l'usage de plantes alimentaires

L'utilisation d'huiles alimentaires (soja, palme, colza) pour produire du biodiesel a suscité de nombreuses controverses. En effet, cela engendre une compétition directe avec la production alimentaire, contribuant à la **hausse des prix des denrées de base** et à des déséquilibres socio-économiques, notamment dans les pays en développement (Searchinger et al., 2008).

De plus, la conversion de terres agricoles à des fins énergétiques peut provoquer une **déforestation accrue, une perte de biodiversité**, et une hausse des émissions nettes de gaz à effet de serre (Fargione et al., 2008). Ces facteurs limitent la durabilité des biocarburants de première génération.

I.5.2. Valorisation des plantes non alimentaires et pérennes

Les recherches s'orientent aujourd'hui vers des plantes **non alimentaires, tolérantes au stress**, à croissance rapide, pouvant être cultivées sur des terres marginales ou dégradées. Ces plantes présentent l'avantage de **ne pas entrer en concurrence avec les cultures vivrières**, tout en assurant un bon rendement lipidique et une culture pérenne.

Parmi les exemples prometteurs :

- **Jatropha curcas** : plante non comestible, résistante à la sécheresse, cultivable sur sols arides, avec un rendement en huile de 30–40 % des graines (Achten et al., 2008).
- **Camelina sativa** : oléagineux rustique nécessitant peu d'intrants, adapté aux climats tempérés, riche en acides gras insaturés.
- **Pongamia pinnata** : arbre fixateur d'azote, productif sur sols pauvres, avec des graines oléagineuses très prometteuses.
- **Luzerne (Medicago sativa)** : plante fourragère pérenne, facilement cultivable, riche en biomasse, dont les graines contiennent une huile utilisable en transestérification (Yuan et al., 2020).

L'usage de ces **ressources alternatives** contribue à une bioéconomie circulaire en intégrant la **valorisation de déchets agricoles**, la **captation de CO₂**, et la **protection des sols**.

CHAPITRE II : LA LUZERNE (*Medicago sativa*)

II.1. Taxonomie et description botanique

II.1.1. Famille : Fabaceae

La luzerne (*Medicago sativa* L.) appartient à la famille des **Fabaceae**, également appelée **Leguminosae**, l'une des plus vastes familles de plantes dicotylédones. Elle est classée comme suit :

- **Règne** : Plantae
- **Embranchement** : Magnoliophyta
- **Classe** : Magnoliopsida
- **Ordre** : Fabales
- **Famille** : Fabaceae
- **Genre** : *Medicago*
- **Espèce** : *Medicago sativa* L.

Cette classification place la luzerne parmi les **légumineuses fixatrices d'azote**, ce qui lui confère un intérêt agronomique majeur dans les systèmes de culture durable (Frame et al., 1998 ; Radović et al., 2009).

II.1.2. Morphologie : racine, tige, feuilles, fleurs, graines

► Racine :

La luzerne développe un **système racinaire pivotant profond**, pouvant atteindre jusqu'à 3 à 5 mètres dans des sols bien drainés. Ce système racinaire favorise une **grande résistance à la sécheresse** et contribue à la **structuration des sols** (Rochon et al., 2004).

► Tige :

Les **tiges** sont dressées, fines, ramifiées et pubescentes, atteignant en moyenne **30 à 90 cm** de hauteur selon les conditions de culture. Leur croissance se fait par cycles successifs, permettant plusieurs coupes annuelles.

► Feuilles :

Les feuilles sont **trifoliées**, composées de trois folioles oblongues à elliptiques, à bord finement denté. Cette morphologie favorise une bonne **efficacité photosynthétique** et une résistance au piétinement.

► **Fleurs :**

Les fleurs sont **zygomorphes**, de couleur **violet pourpre à bleu**, regroupées en inflorescences de type **grappe axillaire**. La pollinisation est entomophile (par les insectes), bien que l'autofécondation soit possible (Radović et al., 2009).

► **Graines :**

Les graines sont **petites, réniformes** et de couleur jaune-brun. Elles sont enfermées dans des gousses spirales contenant de 1 à 10 graines. Les graines contiennent des composés lipidiques exploitables dans la production de biodiesel, bien que leur teneur en huile reste modérée (Yuan et al., 2020).

II.2. Cycle biologique et exigences agroécologiques

II.2.1. Conditions climatiques et édaphiques optimales

La luzerne est une plante pérenne à cycle pluriannuel, capable de produire pendant 3 à 10 ans selon les conditions culturales. Son développement est fortement influencé par des facteurs **climatiques** et **édaphiques** spécifiques.

- **Climat** : Elle prospère sous climats **tempérés à semi-arides**, avec une température optimale de croissance entre **18–25 °C**. Elle tolère des températures hivernales basses (jusqu'à -10 °C) grâce à une dormance hivernale, mais craint l'humidité excessive et les inondations prolongées (Brink & Hall, 2002).
- **Pluviométrie** : Les besoins en eau sont modérés, estimés entre **400 et 800 mm/an**, mais l'irrigation peut améliorer significativement les rendements en zones sèches.
- **Sol** : La luzerne préfère les **sols profonds, bien drainés**, à texture **limono-argileuse** ou **sableuse**, avec un pH neutre à légèrement alcalin (6.5–8.0). Elle est sensible à la salinité excessive et à la compaction du sol, qui limitent le développement racinaire (Teuber et al., 2007).

II.2.2. Pratiques culturales et rendement

La réussite de la culture de la luzerne repose sur des pratiques culturales bien maîtrisées, notamment lors de l'installation et de la gestion du couvert.

- **Préparation du sol** : Un bon **décompactage**, suivi d'un **semis sur sol finement préparé**, assure une levée homogène. Le semis se fait généralement en **automne ou au printemps**, à une densité de **15 à 25 kg/ha** (Rochon et al., 2004).
- **Fertilisation** : Bien que la luzerne fixe l'azote atmosphérique via les nodosités racinaires (symbiose avec *Rhizobium meliloti*), un apport en **phosphore (P)** et en **potassium (K)** est crucial pour stimuler la croissance initiale et la longévité des peuplements.
- **Contrôle des adventices** : La rotation culturale, le désherbage mécanique et l'entretien des parcelles sont nécessaires pour éviter l'envahissement par les mauvaises herbes au cours des premières coupes.
- **Irrigation** : En conditions arides, des irrigations régulières (tous les 10–15 jours) sont nécessaires pour maintenir la production (Radović et al., 2009).
- **Rendement** : En conditions optimales, la luzerne peut fournir jusqu'à **12 à 15 tonnes de matière sèche par hectare par an**, réparties sur **3 à 6 coupes** selon la région et les pratiques (Jensen et al., 2011). En plus de la biomasse pour le fourrage, les **graines** peuvent également être récoltées (0,3 à 1 t/ha), notamment pour les usages en reproduction et production d'huile.

II.3. Composition biochimique

La composition biochimique de *Medicago sativa* justifie son intérêt comme matière première potentielle pour la production de biodiesel. Elle est caractérisée par une richesse en **protéines**, des teneurs variables en **glucides** et une proportion intéressante de **lipides**, surtout dans les graines.

II.3.1. Teneur en lipides, glucides, protéines

- **Protéines** : La luzerne est mondialement reconnue pour sa richesse en protéines. Les feuilles séchées contiennent en moyenne **18 à 25 % de protéines brutes**, pouvant atteindre jusqu'à **30 %** dans des conditions optimales. Cette teneur élevée est particulièrement intéressante pour l'alimentation animale et pour l'extraction industrielle de protéines végétales (Frame et al., 1998 ; Radović et al., 2009).

- **Glucides** : Les tiges et feuilles de luzerne présentent une composition riche en fibres (cellulose, hémicellulose, lignine), avec des glucides totaux représentant environ **30 à 40 %** de la matière sèche. Les sucres solubles (glucose, saccharose) sont moins abondants mais essentiels au métabolisme énergétique de la plante (Lüscher et al., 2014).
- **Lipides** : Bien que les feuilles soient pauvres en lipides (environ **1 à 3 %** de la matière sèche), les graines, bien que rarement exploitées à grande échelle, peuvent contenir jusqu'à **6 à 8 % de lipides** selon les cultivars et les conditions de culture (Li et al., 2018).

II.3.2. Profil lipidique des graines et des tissus foliaires

Le profil lipidique de la luzerne dépend fortement de l'organe étudié. Les **tissus foliaires** sont composés principalement de **lipides polaires** (phospholipides, galactolipides), alors que les **graines** contiennent une proportion plus élevée de **triacylglycérols** (TAG), essentiels à la production de biodiesel.

Tableau 5. Composition lipidique de la luzerne (Medicago sativa) selon l'origine tissulaire

| Type de lipide | Teneur relative (% des lipides totaux) | Origine (feuille ou graine) |
|--------------------------------------|--|-----------------------------|
| Acide linoléique (C18:2) | 35–50 % | Graine |
| Acide linoléique (C18:3) | 20–40 % | Feuille > Graine |
| Acide oléique (C18:1) | 10–20 % | Graine |
| Acides saturés (C16:0, C18:0) | 10–15 % | Graine et feuille |

Les **acides gras insaturés**, majoritaires dans la luzerne, sont favorables à la qualité du biodiesel en termes de fluidité à froid, bien que leur oxydabilité soit plus élevée que celle des acides saturés (Kouba et al., 2013). Le **rapport oméga-6/oméga-3** dans les feuilles est particulièrement bas ($\approx 1:2$), ce qui valorise également la luzerne dans les industries nutraceutiques.

II.4. Usages traditionnels et industriels de la luzerne

La luzerne (*Medicago sativa*), en raison de sa richesse nutritive et de ses propriétés biologiques, est une plante polyvalente à haute valeur agronomique, médicinale et industrielle. Ses utilisations s'étendent de l'alimentation animale à la phytothérapie, en passant par la valorisation dans l'agriculture durable et l'industrie.

II.4.1. Alimentation animale, fourrage

La luzerne est reconnue mondialement comme l'une des meilleures plantes fourragères pour les ruminants. Ses **valeurs nutritionnelles exceptionnelles** – notamment une teneur élevée en protéines (jusqu'à 30 % MS), minéraux (calcium, fer, potassium) et vitamines (A, E, K) – la rendent indispensable pour la production laitière et la croissance des jeunes animaux (Droushiotis, 1998).

- **Fourrage vert et ensilage** : Utilisée sous forme de fourrage frais, ensilé ou déshydraté. Elle est particulièrement appréciée pour sa **palatabilité** et son **fort rendement annuel** (jusqu'à 15 tonnes MS/ha/an) (Frame et al., 1998).
- **Granulés et farines** : La luzerne déshydratée est transformée en granulés riches en protéines, utilisés en alimentation animale intensive (Aubert & Fillon, 2010).
- **Fixation azotée** : En tant que légumineuse, la luzerne améliore la fertilité des sols par la fixation symbiotique de l'azote atmosphérique (Zuber et al., 2016).

II.4.2. Applications médicales et agronomiques

Outre son rôle dans l'alimentation animale, la luzerne possède des **applications médicinales** traditionnelles et un **intérêt agronomique croissant** dans les pratiques durables.

a. Usages médicaux et phytothérapeutiques

- **Tradition** : Utilisée depuis l'Antiquité pour traiter des troubles digestifs, l'anémie, et renforcer le système immunitaire (Chevallier, 2016).
- **Composés bioactifs** : Elle contient des **saponines**, des **phytoestrogènes**, des **flavonoïdes** et des **antioxydants** naturels, conférant des propriétés **anti-inflammatoires**, **hypocholestérolémiantes** et **antioxydantes** (Khosravi-Boroujeni et al., 2015).
- **Supplémentation humaine** : Sous forme de poudre, extrait sec ou gélules, elle est intégrée dans les compléments alimentaires pour ses effets tonifiants et détoxifiants.

b. Utilisations agronomiques

- **Amélioration des sols** : Grâce à sa **racine pivotante**, la luzerne structure les sols, améliore leur aération et leur drainage.
- **Couverts végétaux** : Employée dans l’agriculture biologique comme **engrais vert**, elle participe à la réduction de l’usage d’engrais chimiques.
- **Valorisation énergétique** : En plus de ses graines, les résidus de récolte peuvent servir de **substrat pour la méthanisation** ou la production de **bioéthanol de deuxième génération** (Bals et al., 2010).

II.5. Potentiel énergétique et intérêt en tant que culture énergétique

La luzerne, traditionnellement connue pour ses usages fourragers, suscite un intérêt croissant comme culture énergétique. Sa capacité à produire de la biomasse, à fixer l’azote atmosphérique et à s’adapter à des conditions agroécologiques variées en fait une candidate prometteuse pour la production de biocarburants, notamment de biodiesel, à partir de ses graines ou de ses résidus lignocellulosiques.

II.5.1. Comparaison avec d’autres plantes oléagineuses

Bien que la teneur en huile des graines de luzerne soit nettement inférieure à celle des cultures oléagineuses traditionnelles, sa productivité globale en biomasse, sa faible exigence en intrants et son cycle pérenne lui confèrent un **profil écologique avantageux** (Slepetys et al., 2012 ; O'Dell et al., 2017).

Tableau 6. Comparaison agronomique et lipidique de la luzerne avec d'autres plantes oléagineuses utilisées pour la production de biodiesel

| Plante oléagineuse | Rendement en huile (L/ha) | Teneur en huile (%) | Besoins en intrants | Durée de culture |
|--|---------------------------|---------------------|---------------------|------------------|
| Colza (<i>Brassica napus</i>) | 1 000–1 500 | 35–45 | Élevés (N, P, K) | Annuel |
| Soja (<i>Glycine max</i>) | 400–700 | 18–20 | Modérés | Annuel |
| Tournesol (<i>Helianthus annuus</i>) | 800–1 200 | 35–40 | Moyens | Annuel |

| | | | | |
|---|------------------|---------------|-------------------|-------------------|
| Palmier à huile (<i>Elaeis guineensis</i>) | 4 000–6 000 | 50–55 | Élevés, tropical | Pérenne |
| Luzerne (<i>Medicago sativa</i>) | 300–500 (estimé) | 5–8 (graines) | Faibles à modérés | Pérenne (3–5 ans) |

II.5.2. Rendement en huile et adaptation climatique

a. Rendement en huile

Les graines de luzerne contiennent entre **5 et 8 % d'huile** selon la variété et les conditions de culture. Des techniques de sélection génétique et d'optimisation des pratiques culturales ont permis d'atteindre des **rendements en huile supérieurs à 500 L/ha** dans certaines études expérimentales (Monti et al., 2016). De plus, les résidus de feuilles et de tiges sont riches en lignocellulose, ouvrant la voie à la **coproduction de bioéthanol ou de biogaz**, augmentant ainsi la valorisation énergétique globale (Chen et al., 2021).

b. Adaptation climatique

La luzerne est une **plante rustique**, adaptée aux climats tempérés, semi-arides et méditerranéens. Elle tolère des sécheresses modérées grâce à son système racinaire profond, et peut **croître sur des sols pauvres ou marginalisés**, là où d'autres cultures énergétiques ne seraient pas viables. Elle est donc particulièrement intéressante dans les stratégies de **valorisation de terres dégradées** (Frame et al., 1998 ; Ferchichi et al., 2020).

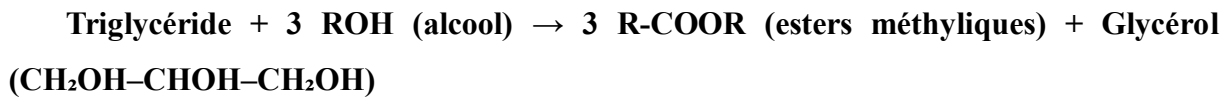
*CHAPITRE III : PROCÉDÉ DE
TRANSESTÉRIFICATION ET OPTIMISATION*

III.1. Principes de la transestérification

La transestérification est le procédé chimique fondamental utilisé pour convertir les huiles végétales ou les graisses animales (composées de triglycérides) en biodiesel, à savoir des esters méthyliques d'acides gras (FAME), en présence d'un alcool et d'un catalyseur. Ce procédé est reconnu pour sa simplicité, son efficacité et sa compatibilité avec diverses matières premières, y compris les huiles extraites de *Medicago sativa*.

III.1.1. Réaction chimique : triglycéride + alcool → esters méthyliques + glycérol

La réaction de transestérification implique l'échange du groupe alkoxy d'un ester (le triglycéride) avec celui d'un alcool (souvent le méthanol), selon l'équation générale suivante :



Dans la pratique, le méthanol est l'alcool le plus utilisé en raison de son faible coût, de sa polarité favorable à la solubilité des réactifs et de sa haute réactivité. Le glycérol, sous-produit, est séparé du biodiesel après réaction par décantation ou centrifugation.

III.1.2. Catalyseurs (acide, base, enzymes)

Le choix du catalyseur est crucial pour la vitesse, le rendement et la sélectivité de la transestérification. Il existe trois grandes catégories :

1. Catalyseurs basiques (alcalins)

Exemples : Hydroxyde de sodium (NaOH), hydroxyde de potassium (KOH)

- **Avantages** : Réaction rapide, rendement élevé (>95 %), peu coûteux.
- **Inconvénients** : Sensibles aux acides gras libres (formation de savon) et à l'eau (hydrolyse).
- **Application** : Particulièrement adaptés aux huiles raffinées ou faiblement acides comme celles de luzerne.

2. Catalyseurs acides

Exemples : Acide sulfurique (H₂SO₄), acide chlorhydrique (HCl)

- **Avantages** : Efficaces pour les huiles à forte teneur en acides gras libres.
- **Inconvénients** : Cinétique lente, besoin de températures élevées, corrosifs.

- **Application** : Utiles en prétraitement pour estérifier les acides gras libres avant la transestérification basique.

3. Catalyseurs enzymatiques (lipases)

Exemples : Lipase de *Candida antarctica*

- **Avantages** : Douceur des conditions réactionnelles, absence de sous-produits nocifs, biodiesel de haute pureté.
- **Inconvénients** : Coût élevé, lenteur du procédé, sensibilité à la présence de solvants.
- **Application** : Alternatives prometteuses dans les procédés verts, notamment en biocatalyse assistée.

III.2. Paramètres influençant le rendement de la réaction

Le rendement de la transestérification, notamment dans la production de biodiesel à partir d'huiles végétales comme celle de *Medicago sativa*, dépend fortement de divers paramètres opératoires. Une optimisation rigoureuse de ces facteurs est cruciale pour garantir un haut taux de conversion des triglycérides en esters méthyliques, tout en minimisant les sous-produits et les pertes (Ma & Hanna, 1999).

III.2.1. Température, temps de réaction, rapport molaire alcool/huiles, type de catalyseur

Température de réaction

La température influence la cinétique de la transestérification. La plage optimale se situe généralement entre **50 et 65 °C** pour le méthanol. Une température trop élevée favorise l'évaporation du méthanol, tandis qu'une température trop basse ralentit la réaction (Meher et al., 2006).

❖ Temps de réaction

Le temps de contact optimal entre les réactifs varie entre **1 et 2 heures**. Au-delà, l'amélioration du rendement est marginale et peut provoquer la dégradation des esters formés ou la formation de savons (Freedman et al., 1984).

❖ Rapport molaire alcool/huiles

Le rapport molaire théorique est de 3:1 (méthanol/triglycéride), mais un excès est généralement utilisé pour déplacer l'équilibre vers la formation de biodiesel. Les rapports molaire optimaux sont de 6:1 à 12:1 selon la nature de l'huile (Sharma et al., 2008).

❖ **Type et concentration du catalyseur**

- **Basique (NaOH, KOH)** : Concentration typique de 0,5–1 % m/m d'huile. Trop de catalyseur provoque la saponification.
- **Acide (H₂SO₄)** : Plus lent, nécessite jusqu'à 5 % m/m, surtout en prétraitement.
- **Enzymatique** : Plus propre, mais sensible à l'inhibition et au coût (Helwani et al., 2009).

III.2.2. Effet de la pureté de l'huile

La qualité initiale de l'huile affecte fortement le rendement :

- **Teneur en eau** : L'eau favorise l'hydrolyse des triglycérides, générant des acides gras libres qui réagissent avec les catalyseurs basiques pour former des savons, réduisant le rendement en biodiesel (Vicente et al., 2004).
- **Acides gras libres (AGL)** : Si la teneur dépasse 1 %, un prétraitement est recommandé (estérification acide) avant transestérification alcaline (Knothe et al., 2005).
- **Impuretés solides ou phospholipides** : Elles peuvent inhiber l'action des catalyseurs et rendre le mélange hétérogène.

Ainsi, une huile extraite de *Medicago sativa* doit être préalablement filtrée, séchée et, si besoin, estérifiée avant utilisation.

III.3. Optimisation du procédé

L'optimisation du procédé de transestérification est une étape cruciale pour améliorer le rendement en biodiesel, réduire les coûts énergétiques et favoriser une approche durable. Plusieurs méthodes empiriques et mécanistiques sont utilisées pour modéliser et affiner les conditions opératoires.

III.3.1. Utilisation de plans d'expérience (DOE, RSM)

Les plans d'expérience (Design of Experiments, DOE) permettent de tester plusieurs variables simultanément afin d'identifier les conditions optimales avec un nombre minimal d'essais. La **méthode de surface de réponse** (Response Surface Methodology, RSM) est

particulièrement utile pour modéliser l'influence interactive de paramètres comme la température, le rapport molaire, le temps de réaction, ou la concentration en catalyseur.

Par exemple, une étude sur des huiles végétales non conventionnelles a montré que l'utilisation du plan Box-Behnken (RSM) a permis d'atteindre un rendement supérieur à 95 % avec une économie significative de temps et de réactifs (Rasheed et al., 2018).

III.3.2. Approche cinétique et thermodynamique

La compréhension **cinétique** du processus permet de déterminer la vitesse de réaction et les ordres réactionnels, généralement de pseudo-premier ordre vis-à-vis de l'alcool. Le suivi cinétique aide à prévoir le temps nécessaire pour atteindre un équilibre maximal de conversion (Issariyakul & Dalai, 2014).

L'analyse **thermodynamique** (énergie libre de Gibbs, enthalpie, entropie) apporte des informations sur la spontanéité et la nature endothermique ou exothermique de la transestérification. Pour la majorité des huiles végétales, la réaction est faiblement endothermique, nécessitant un apport modéré d'énergie thermique (Ghadge & Raheman, 2006).

III.3.3. Méthodes d'optimisation verte (ultrasons, micro-ondes, solvants verts)

Les technologies alternatives permettent de réduire la consommation énergétique et les temps de réaction :

- **Ultrasons (US)** : Ils génèrent une cavitation qui augmente la surface de contact entre les phases, réduisant le temps de transestérification de plusieurs heures à quelques minutes. Un rendement de 98 % peut être atteint en 30 minutes (Stavarache et al., 2005).
- **Micro-ondes (MW)** : L'énergie micro-onde chauffe directement les molécules polaires, accélérant la réaction sans gradient thermique. Cela permet des réactions efficaces à basse température (Refaat, 2010).
- **Solvants verts** : L'utilisation de solvants biodégradables comme le méthanol issu de biomasse ou des liquides ioniques permet de limiter les impacts environnementaux tout en conservant l'efficacité catalytique (Zhao et al., 2015).

Ces méthodes représentent une voie prometteuse vers une production de biodiesel à faible empreinte carbone.

III.4. Étapes du processus industriel de production de biodiesel

La production industrielle de biodiesel repose sur une série d'étapes techniques visant à convertir des matières premières lipidiques en esters méthyliques d'acides gras (FAME), tout en garantissant la qualité du produit fini. Le schéma de production typique comprend l'extraction de l'huile, le prétraitement, la transestérification, puis la séparation et la purification.

III.4.1. Extraction de l'huile végétale

L'extraction de l'huile à partir de graines ou de biomasses oléagineuses (comme la luzerne) peut être réalisée par pression mécanique (presses à vis) ou par extraction chimique à l'aide de solvants organiques comme l'hexane. Cette étape vise à maximiser le rendement en huile tout en maintenant une qualité convenable pour la transformation en biodiesel (Moser, 2009).

La méthode d'extraction influence fortement la composition chimique de l'huile obtenue et, par conséquent, le rendement final de la transestérification.

III.4.2. Prétraitement (neutralisation, déshydratation)

Les huiles brutes contiennent souvent des impuretés comme l'eau, les acides gras libres (AGL), des cires, ou des phospholipides. Le **prétraitement** consiste donc en :

- **Neutralisation des acides gras libres**, généralement par estérification acide (acide sulfurique + méthanol), afin de prévenir la formation de savons lors de la transestérification basique.
- **Déshydratation**, pour éliminer l'eau, qui pourrait hydrolyser les esters et réduire l'efficacité de la réaction.
- **Filtration**, pour retirer les particules en suspension et améliorer la fluidité de l'huile.

III.4.3. Réaction de transestérification

La transestérification est le cœur du processus. Elle implique la réaction d'un triglycéride avec un alcool (généralement le méthanol) en présence d'un catalyseur (soude, potasse ou acide sulfurique), produisant du biodiesel (FAME) et du glycérol en sous-produit.

Cette étape est habituellement conduite à une température de 50 à 65 °C, pendant 1 à 2 heures, avec un rapport molaire méthanol/huile de 6:1 à 12:1 selon la nature des réactifs (Gerpen, 2005). L'efficacité de la réaction dépend fortement de la pureté de l'huile et des conditions opératoires.

III.4.4. Séparation et purification du biodiesel

À la fin de la réaction, deux phases se séparent naturellement :

- La phase supérieure contient le **biodiesel**,
- La phase inférieure contient le **glycérol brut**, ainsi que les résidus de catalyseur, l'excès d'alcool et les savons éventuels.

Le biodiesel est ensuite **lavé à l'eau chaude** pour retirer les résidus de catalyseur et de savon, puis **séchée** pour enlever toute trace d'humidité. Cette étape garantit la conformité du biodiesel aux normes internationales comme ASTM D6751 ou EN 14214.

***CHAPITRE IV : LA LUZERNE COMME
MATIÈRE PREMIÈRE POUR LE BIODIESEL***

IV.1. Évaluation de l'huile extraite de la luzerne

L'évaluation de l'huile extraite de *Medicago sativa* repose sur deux axes fondamentaux : les **méthodes d'extraction** employées et l'**analyse du rendement et de la qualité de l'huile obtenue**. Ces paramètres influencent directement l'efficacité du procédé de transestérification et la qualité finale du biodiesel.

IV.1.1. Méthodes d'extraction (pression mécanique, solvants)

Deux principales méthodes sont utilisées pour extraire les lipides de la luzerne :

- **La pression mécanique à froid**, qui permet une extraction sans solvant chimique, conserve les composés sensibles à la chaleur et minimise les pertes. Toutefois, elle donne un rendement lipidique relativement faible (entre 3 % et 5 %) et nécessite une forte pression pour les graines de luzerne, souvent dures (Sadeghinezhad et al., 2018).
- **L'extraction par solvants organiques** (ex. : hexane, éthanol) est plus efficace en termes de rendement (jusqu'à 7–8 % selon les parties de la plante utilisées). L'hexane est largement utilisé, mais son impact environnemental soulève des préoccupations. Des alternatives écologiques comme l'éthanol ou les solvants supercritiques (CO₂ supercritique) offrent un compromis entre efficacité et durabilité (Singh et al., 2020 ; Huang et al., 2022).

IV.1.2. Rendement et qualité de l'huile obtenue

Le rendement en huile dépend de la méthode d'extraction, de la variété de luzerne, de l'humidité du matériau, et de la partie de la plante utilisée :

- Les **graines** contiennent en moyenne 6 à 8 % de lipides, avec un **profil riche en acides gras insaturés**, majoritairement l'acide linoléique (C18:2) et l'acide oléique (C18:1), favorables à la production de biodiesel de bonne qualité.
- **L'huile extraite des feuilles** contient une proportion plus élevée d'acides gras polyinsaturés, mais son extraction est plus complexe en raison de la faible densité lipidique des tissus foliaires (Jin et al., 2021).
- Les **indices physico-chimiques** tels que l'indice d'acide, l'indice d'iode et le point d'éclair sont conformes aux normes de biodiesel, notamment EN 14214 et ASTM D6751, après purification (Nasseri et al., 2019).

IV.2. Transestérification de l'huile de luzerne

L'huile extraite de *Medicago sativa* peut être transformée en biodiesel via transestérification, une réaction clé pour produire des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) à partir de triglycérides. L'efficacité de cette réaction dépend fortement des **conditions opératoires**, tandis que la **qualité du biodiesel** obtenu est évaluée selon plusieurs propriétés physico-chimiques normalisées.

IV.2.1. Conditions expérimentales spécifiques

La transestérification de l'huile de luzerne a été étudiée à l'échelle laboratoire avec des conditions optimisées spécifiques à cette matrice lipidique :

- **Catalyseur** : L'hydroxyde de sodium (NaOH) est le plus couramment utilisé en catalyse homogène basique, à une concentration typique de 0,5 à 1 % p/p de l'huile.
- **Rapport molaire méthanol/huile** : Un ratio optimal de 6:1 permet d'obtenir un bon rendement sans excès coûteux de méthanol.
- **Température de réaction** : Généralement comprise entre 55 et 60 °C, proche du point d'ébullition du méthanol, assurant une bonne vitesse réactionnelle.
- **Durée de réaction** : 60 à 90 minutes permettent une conversion efficace en EMAG, tout en évitant la formation excessive de savon (Singh et al., 2020 ; Sadeghinezhad et al., 2018).

Ces conditions sont ajustées selon la **composition lipidique spécifique** de l'huile de luzerne, riche en acides gras insaturés.

IV.2.2. Propriétés du biodiesel produit (densité, viscosité, indice de cétane, point éclair)

Le biodiesel dérivé de l'huile de luzerne présente des caractéristiques conformes aux normes internationales ASTM D6751 et EN 14214, ce qui le rend compétitif par rapport aux autres huiles végétales :

Tableau 7. Comparaison des propriétés du biodiesel de luzerne avec les normes internationales EN 14214 et ASTM D6751

| Propriété | Valeur observée | Norme EN 14214 / ASTM D6751 |
|-----------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Densité (15 °C) | 0,86–0,88 g/cm ³ | 0,86–0,90 g/cm ³ |

| | | |
|------------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|
| Viscosité cinématique | 4,2–5,0 mm ² /s (40 °C) | 3,5–5,0 mm ² /s |
| Indice de cétane | 49–52 | ≥ 51 (EN 14214) ; ≥ 47 (ASTM D6751) |
| Point éclair | 165–180 °C | ≥ 120 °C |

- La **densité** et la **viscosité** sont proches de celles du diesel fossile, assurant une bonne atomisation dans les moteurs.
- L'**indice de cétane** légèrement inférieur peut être corrigé par un prétraitement de l'huile ou l'utilisation d'additifs.
- Le **point éclair élevé** (>160 °C) améliore la sécurité de stockage et de transport (Jin et al., 2021 ; Huang et al., 2022).

IV.3. Comparaison avec d'autres huiles végétales

L'huile de luzerne (*Medicago sativa*) présente un **potentiel intéressant** comme matière première pour la production de biodiesel. Cependant, une comparaison avec d'autres huiles végétales couramment utilisées, telles que celles de **colza**, **soja** et **palme**, est nécessaire pour évaluer sa compétitivité en termes de rendement énergétique et de propriétés physico-chimiques.

IV.3.1. Rendement énergétique et propriétés physico-chimiques

Le **rendement énergétique** de l'huile de luzerne est comparable à celui d'autres huiles végétales, mais présente certaines spécificités :

Tableau 8. Comparaison des performances physico-chimiques de l'huile de luzerne avec celles d'autres plantes oléagineuses pour la production de biodiesel

| Plante | Rendement en huile (L/ha/an) | Propriétés de l'huile (Densité, Viscosité) | Indice de cétane | Point éclair |
|----------------------------------|-------------------------------------|---|-------------------------|---------------------|
| Luzerne (Medicago sativa) | 150–200 | Densité : 0,92–0,94 g/cm ³ Viscosité : 4,0–4,5 mm ² /s | 48–52 | 165–180 °C |

| | | | | |
|--|----------|--|-------|----------------|
| Colza (Brassica napus) | 300–400 | Densité : 0,91– 0,92 g/cm ³ Viscosité : 4,5–5,0 mm ² /s | 50–55 | 150– 160 °C |
| Soja (Glycine max) | 400–500 | Densité : 0,92– 0,93 g/cm ³ Viscosité : 5,0–5,5 mm ² /s | 48–52 | 130– 150 °C |
| Palme (Elaeis guineensis) | 800–1000 | Densité : 0,92– 0,93 g/cm ³ Viscosité : 4,5–5,0 mm ² /s | 50–55 | 180– 200 °C |

- **Rendement en huile** : L'huile de luzerne génère un rendement inférieur à celui de cultures comme le soja ou la palme, mais reste compétitive par rapport à d'autres sources moins productives comme le colza.
- **Propriétés physico-chimiques** : La densité et la viscosité de l'huile de luzerne sont similaires à celles du colza, ce qui est favorable pour les applications en biodiesel. Toutefois, son indice de cétane légèrement inférieur peut nécessiter une optimisation du procédé de production.
- **Point éclair** : L'huile de luzerne présente un point éclair élevé, comparable à celui de l'huile de palme, ce qui garantit une sécurité accrue pour le stockage et la manipulation (Jin et al., 2021 ; Lee et al., 2020).

IV.3.2. Avantages et limites de l'huile de luzerne

Avantages :

1. **Adaptabilité climatique** : La luzerne est une plante pérenne, résistante à des conditions climatiques variées, ce qui la rend intéressante pour des régions à faibles rendements agricoles ou des conditions climatiques arides.
2. **Propriétés agronomiques** : La luzerne est fixatrice d'azote, ce qui améliore la fertilité du sol et réduit la dépendance aux engrais chimiques, une caractéristique écologique bénéfique (Huang et al., 2022).

3. **Durabilité** : En tant que plante pérenne, la luzerne nécessite moins de cycles de culture par an que les plantes annuelles, ce qui peut réduire les coûts de culture et d'entretien (Jin et al., 2021).

 **Limites :**

1. **Rendement en huile relativement faible** : Comparé à des cultures comme le soja et la palme, le rendement en huile de la luzerne reste inférieur, ce qui limite son potentiel économique si l'on se base uniquement sur le volume d'huile produit par hectare.
2. **Coût de culture élevé** : Bien que la luzerne soit pérenne, elle nécessite des pratiques agricoles spécifiques pour optimiser son rendement, notamment en termes de gestion de l'irrigation et des traitements phytosanitaires, ce qui peut entraîner des coûts plus élevés que pour d'autres cultures.
3. **Propriétés de cétane faibles** : L'huile de luzerne présente un indice de cétane relativement bas, ce qui peut affecter la performance du biodiesel dans les moteurs si des ajustements ne sont pas effectués dans le processus de production.

IV.4. Impact environnemental et durabilité

L'évaluation de l'impact environnemental de la production de biodiesel à partir de la luzerne nécessite une analyse approfondie du **bilan carbone** et de la **valorisation des co-produits**. Ces éléments sont cruciaux pour déterminer la durabilité écologique de l'utilisation de cette plante comme matière première pour le biodiesel, par rapport à d'autres sources de biocarburants.

IV.4.1. Bilan carbone de la production

Le **bilan carbone** d'un biocarburant reflète l'équilibre entre les émissions de gaz à effet de serre (GES) générées tout au long de la chaîne de production (culture, récolte, traitement, transport, etc.) et la capacité de la plante à absorber du dioxyde de carbone (CO₂) pendant sa croissance.

- **Absorption du CO₂ par la luzerne** : En tant que légumineuse, la luzerne est capable de fixer de l'azote atmosphérique et de capter du CO₂, réduisant ainsi son empreinte carbone pendant sa phase de croissance (Xia et al., 2021). Cette capacité de fixation du carbone est bénéfique pour compenser les émissions de GES associées à sa culture.

- **Émissions dues à la culture** : Bien que la luzerne présente un faible besoin en engrais azotés grâce à sa symbiose avec des bactéries fixatrices d'azote, des émissions de N₂O (protoxyde d'azote), un gaz à effet de serre puissant, peuvent survenir en raison de l'utilisation d'engrais et d'autres intrants agricoles (Blanco et al., 2021). Cependant, la réduction des intrants chimiques et l'utilisation d'agriculture de conservation peuvent minimiser cet impact.
- **Analyse comparative** : Des études montrent que, comparée à d'autres sources de biodiesel comme le soja ou l'huile de palme, la luzerne génère un bilan carbone relativement plus favorable, notamment grâce à sa capacité de séquestration du carbone et à son faible besoin en intrants (Cai et al., 2020).

IV.4.2. Valorisation des co-produits (résidus, glycérol)

La valorisation des **co-produits** issus de la production de biodiesel, tels que les **résidus de biomasse** et le **glycérol**, représente une opportunité importante pour améliorer la durabilité et l'efficacité globale du processus.

- **Résidus de la luzerne** : Après extraction de l'huile, les résidus de la luzerne (paille, tiges, racines) peuvent être valorisés de multiples façons, notamment comme **fourrage** pour les animaux, **compost**, ou encore comme matière première pour la production de **bioénergie** (Cai et al., 2020). Ces résidus ont une haute teneur en fibres et en protéines, ce qui les rend adaptés à ces usages.
- **Glycérol** : Le glycérol est un sous-produit de la transestérification, qui peut être utilisé dans des industries comme la cosmétique, la pharmacie, ou encore la production d'hydrogène (Cheng et al., 2021). Le glycérol peut également être transformé en produits chimiques à haute valeur ajoutée, réduisant ainsi le gaspillage et augmentant l'efficacité économique du processus de production de biodiesel.

L'optimisation de ces procédés de valorisation des co-produits contribue à réduire l'impact environnemental et à maximiser les bénéfices économiques de la production de biodiesel à partir de la luzerne. L'intégration des **systèmes de production circulaire** permet de récupérer de la valeur ajoutée des sous-produits tout en contribuant à une réduction nette des émissions de GES.

IV.5. Faisabilité économique et perspectives de valorisation industrielle

L'évaluation de la faisabilité économique de la production de biodiesel à partir de la luzerne implique une analyse approfondie des **coûts de production**, de la **rentabilité** du procédé et de l'**intégration** de cette culture dans des modèles agricoles durables. Ce processus est essentiel pour déterminer l'acceptabilité commerciale de cette option face à d'autres sources de biodiesel.

IV.5.1. Coût de production estimé

Le coût de production du biodiesel à partir de la luzerne repose sur plusieurs facteurs, tels que les coûts de culture, d'extraction de l'huile, de transestérification, ainsi que de purification du biodiesel produit.

- **Coûts liés à la culture de la luzerne** : La luzerne présente l'avantage de nécessiter relativement peu d'intrants en raison de sa capacité à fixer l'azote atmosphérique. Cependant, des coûts liés à l'irrigation, à la récolte et à la gestion des sols peuvent s'ajouter. De plus, le rendement par hectare de luzerne varie selon les conditions climatiques et les pratiques agricoles, influençant directement les coûts de production de l'huile végétale (Liu et al., 2019).
- **Coûts d'extraction de l'huile** : L'extraction de l'huile de luzerne peut être réalisée par des méthodes mécaniques (pression à froid) ou chimiques (utilisation de solvants). Bien que l'extraction mécanique soit plus coûteuse en termes d'énergie, elle préserve mieux la qualité de l'huile. Les coûts peuvent également fluctuer selon l'échelle de production et les technologies mises en œuvre (Zhang et al., 2020).
- **Transestérification et purification** : Le processus de transestérification, qui transforme l'huile en biodiesel, comporte des coûts liés à l'achat de réactifs (méthanol ou éthanol) et de catalyseurs. De plus, la purification du biodiesel, incluant la séparation de la glycérine, constitue une étape énergivore (Chen et al., 2018).

Des études montrent que le coût total de production de biodiesel à partir de la luzerne pourrait être compétitif par rapport aux autres huiles végétales, mais dépend grandement des rendements de culture et des techniques utilisées pour la transestérification et la purification (Liu et al., 2019).

IV.5.2. Intégration dans un modèle agricole durable

L'intégration de la luzerne dans un modèle agricole durable peut être bénéfique à plusieurs égards. Non seulement elle fournit une matière première pour le biodiesel, mais elle présente également des avantages écologiques, agronomiques et économiques.

- **Avantages agronomiques** : En tant que légumineuse, la luzerne améliore la fertilité du sol en fixant l'azote atmosphérique, réduisant ainsi la dépendance aux fertilisants chimiques. Elle permet également d'améliorer la qualité du sol en luttant contre l'érosion et en augmentant sa teneur en matière organique (Gholami et al., 2019).
- **Biodiversité et diversification des cultures** : L'introduction de la luzerne dans un système de culture peut favoriser la **diversification** des cultures, ce qui renforce la résilience des systèmes agricoles face aux conditions climatiques changeantes et à l'épuisement des sols. Elle peut aussi être cultivée dans des zones marginales ou des terrains moins adaptés à d'autres cultures alimentaires, offrant une alternative viable sans compromettre la production alimentaire (Zhao et al., 2020).
- **Rentabilité** : L'intégration de la luzerne dans un modèle agricole durable pourrait également être renforcée par la **valorisation des co-produits**, tels que la paille de luzerne pour le fourrage ou la production de biogaz. Ces valorisations supplémentaires contribuent à la rentabilité économique tout en favorisant une agriculture circulaire (Gholami et al., 2019).

L'adoption d'un modèle intégré qui combine la production de biodiesel et des pratiques agricoles écologiques pourrait ainsi non seulement réduire les émissions de GES, mais aussi créer des opportunités économiques pour les agriculteurs, en particulier dans les régions rurales (Zhao et al., 2020).

PARTIE 02 : PARTIE PRATIQUE

CHAPITRE I : MATÉRIELS ET MÉTHODES

❖ Schéma générale sur le protocole

Production du biodiesel à partir de la luzerne

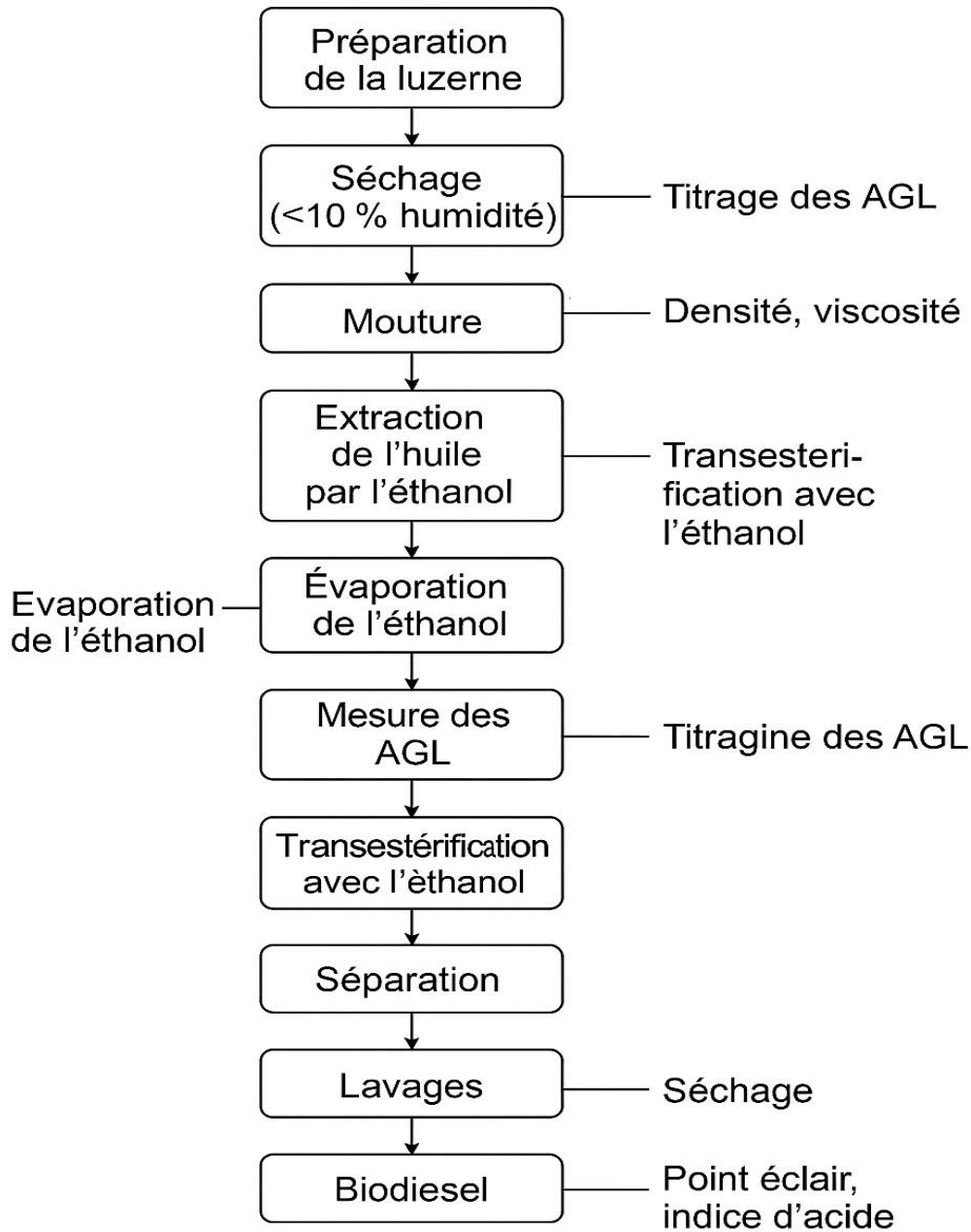


Figure 1 Production du biodiesel à partir de la luzerne

I.1. Préparation de la matière première

I.1.1. Matériel biologique

Dans le cadre de cette étude, la luzerne (*Medicago sativa* L.) a été sélectionnée comme matière première pour l'extraction d'huile destinée à la production de biodiesel. Les

échantillons de feuilles ont été récoltés dans trois zones agricoles distinctes de la wilaya d'El Oued (Sud-Est algérien), réputée pour ses conditions agroclimatiques favorables à la culture de cette légumineuse :



Figure 2 Site de la wilaya d'El Oued (Sud-Est algérien)

- **Région de Khobna**, située dans la commune de Réguiba ;



Figure 3 Région de Khobna

- **Région de Le bheima**, localisée dans la commune de Hassani Abdelkrim ;



Figure 4 Région de Lebheima

- **Zone agricole sud de Taghzout**, relevant administrativement de la commune de Taghzout.



Figure 5 Zone agricole sud de Taghzout

La collecte des échantillons a été effectuée le **20 février 2025**, au stade **pré-floral**, période considérée optimale pour une teneur lipidique maximale des feuilles (Ibrahim et al., 2019). Seules les feuilles bien développées, saines, et exemptes de toute altération visible (maladies, flétrissement, moisissures) ont été retenues pour l'analyse, afin d'assurer une uniformité dans la qualité de la matière végétale utilisée pour l'extraction.

I.1.2. Matériel non biologique

Le tableau ci-dessous regroupe les principaux équipements utilisés au cours des différentes étapes expérimentales, depuis la préparation des échantillons végétaux jusqu'à l'analyse du biodiesel produit :

Tableau 9. Équipements utilisés pour la préparation, la transformation et l'analyse du biodiesel de luzerne

| Appareil | Fonction |
|---|---|
| Étuvé | Séchage des échantillons afin d'éliminer l'humidité résiduelle. |
| Balance analytique | Pesée précise des matières premières et réactifs chimiques. |
| Agitateur magnétique chauffant | Homogénéisation et chauffage simultané des mélanges réactionnels. |
| pH-mètre | Mesure du pH des mélanges pendant les réactions d'estérification/transestérification. |
| Viscosimètre | Évaluation de la viscosité du biodiesel selon les normes en vigueur. |
| Appareil de mesure du point éclair | Détermination du point d'éclair pour l'évaluation de la sécurité lors du stockage. |
| Densimètre (pycnomètre) | Détermination de la densité du biodiesel. |
| Humidimètre | Mesure du taux d'humidité dans la biomasse avant traitement. |

I.1.3. Verrerie et petits matériels de laboratoire

Les opérations de manipulation, d'extraction, de séparation et de purification ont nécessité le recours à une verrerie classique et à des outils de préparation, comme le détaille le tableau suivant :

Tableau 10. Matériel et verrerie utilisés pour l'extraction, la séparation et la purification du biodiesel

| N° | Matériel/Verrerie |
|----|-----------------------------------|
| 1 | Fiole d'extraction |
| 2 | Ballon d'ébullition |
| 3 | Ballon fond rond |
| 4 | Pipettes volumétriques |
| 5 | Cylindres gradués |
| 6 | Micropipettes |
| 7 | Ampoules à décanter |
| 8 | Fioles jaugées |
| 9 | Entonnoir Büchner + papier filtre |
| 10 | Bouteilles de lavage |
| 11 | Ciseaux |
| 12 | Broyeur électrique |
| 13 | Passoire |
| 14 | Feuilles d'aluminium |

I.1.4. Réactifs et produits chimiques

Les produits chimiques utilisés au cours de cette étude ont été sélectionnés en fonction de leur rôle dans les différentes étapes de traitement : extraction lipidique, estérification, transestérification, lavage et séchage du biodiesel. Le tableau suivant présente les principales substances utilisées :

Tableau 11. Substances chimiques utilisées dans les étapes de préparation et de traitement du biodiesel de luzerne

| Substance | Formule chimique | Rôle dans l'expérience |
|-----------|------------------|------------------------|
| | | |

| | | |
|-------------------------------------|----------------------------------|--|
| Éthanol absolu | C ₂ H ₅ OH | Solvant d'extraction et agent alcoolique pour la transestérification. |
| Hydroxyde de sodium | NaOH | Catalyseur basique pour la transestérification. |
| Hydroxyde de potassium | KOH | Catalyseur basique alternatif pour comparaison de rendement. |
| Acide sulfurique | H ₂ SO ₄ | Catalyseur acide pour l'estérification et la réduction des acides gras libres (FFA). |
| Chlorure de sodium | NaCl | Utilisé pour le lavage du biodiesel en facilitant la séparation des phases. |
| Eau distillée | H ₂ O | Lavage du biodiesel et dilution des solutions. |
| Sulfate de magnésium anhydre | MgSO ₄ | Agent desséchant pour éliminer l'humidité résiduelle du produit final. |

I.2. Méthodologie expérimentale

I.2.1. Préparation de la luzerne (matière première)

La luzerne (*Medicago sativa*), utilisée comme biomasse végétale de départ pour la production de biodiesel, a été préparée selon un protocole rigoureux visant à préserver les propriétés physico-chimiques des composés lipidiques. Les étapes de préparation sont décrites comme suit :

1. Découpe

Les parties aériennes fraîches de la luzerne, principalement les feuilles, ont été découpées en segments réguliers d'environ 1 cm à l'aide de ciseaux de laboratoire préalablement désinfectés. Cette étape vise à augmenter la surface de contact pour optimiser le séchage ultérieur.

2. Séchage

Le matériel végétal découpé a été uniformément réparti en une fine couche sur des plateaux en aluminium, puis placé dans une étuve ventilée à température contrôlée (50

°C) pendant 24 heures. Le séchage a été poursuivi jusqu'à l'obtention d'un taux d'humidité résiduel inférieur à 10 %, mesuré à l'aide d'un humidimètre. Cette condition est essentielle pour éviter les réactions d'hydrolyse enzymatique ou microbienne des lipides.

3. Broyage

Après séchage, la biomasse a été broyée à l'aide d'un broyeur électrique à lames afin d'obtenir une poudre homogène. La granulométrie de la poudre a été standardisée à une taille moyenne des particules d'environ 0,5 mm, dans le but de maximiser l'efficacité de l'extraction lipidique.

4. Stockage

La poudre obtenue a été conservée dans des flacons hermétiques en verre borosilicaté, étiquetés avec les informations nécessaires (nom de l'échantillon, date, masse, etc.). Les échantillons ont été stockés à température ambiante, à l'abri de la lumière et de l'humidité, en attendant leur utilisation dans les étapes d'extraction.

I.2.2. Extraction des lipides à l'aide de l'éthanol (extraction solide-liquide)

L'extraction des composés lipidiques contenus dans la poudre de luzerne a été réalisée par macération à l'éthanol, en utilisant une méthode d'extraction solide-liquide. Ce protocole vise à maximiser le rendement lipidique tout en préservant la qualité des composés extraits.

1. Matériel et réactifs

- **Biomasse** : 100 g de feuilles de luzerne (*Medicago sativa*) préalablement séchées et broyées.
- **Solvant** : Éthanol absolu (95 %), utilisé à raison de 300 mL pour 100 g de matière végétale.

2. Préparation de l'échantillon

Les feuilles de luzerne sont soigneusement lavées à l'eau distillée pour éliminer toute trace d'impuretés (terre, poussière, particules organiques). Après séchage à l'étuve (50 °C pendant 24 heures), elles sont broyées à l'aide d'un broyeur électrique jusqu'à obtention d'une poudre fine homogène.

3. Extraction des lipides

L'échantillon broyé est transféré dans un appareil Soxhlet, où il est mis en contact avec l'éthanol (95 %) préchauffé à une température comprise entre 60 et 70 °C. L'extraction est conduite pendant 8 heures, avec une agitation continue afin de favoriser le transfert des lipides vers la phase liquide. L'utilisation du Soxhlet permet une recirculation efficace du solvant, garantissant une extraction exhaustive.

4. Séparation du résidu végétal

À la fin de l'extraction, le mélange est filtré sous vide à l'aide d'un entonnoir Büchner et d'un papier filtre approprié. Cette étape permet de séparer la phase liquide (éthanol contenant les lipides dissous) de la phase solide (résidus végétaux de luzerne).

5. Évaporation du solvant

La phase liquide collectée est soumise à une évaporation douce dans un bain-marie chauffé à une température proche du point d'ébullition de l'éthanol (≈ 78 °C). Cette opération permet d'éliminer le solvant et de récupérer les lipides sous forme d'une huile pure, qui sera ensuite utilisée pour les étapes de transestérification.

I.2.3. Rendement d'extraction de l'huile

Objectif

L'objectif de cette étape est de quantifier la quantité d'huile extraite à partir de la biomasse végétale (feuilles de luzerne séchées et broyées), afin d'évaluer l'efficacité du procédé d'extraction lipidique. Le rendement obtenu constitue un indicateur clé de la richesse lipidique de la matière première et de sa viabilité pour une éventuelle valorisation énergétique en biodiesel (Sharma et al., 2006).

Méthode de calcul

Le rendement gravimétrique de l'huile est exprimé en pourcentage de la masse de matière sèche initialement utilisée. Il est déterminé selon la formule suivante :

$$\text{Rendement} = \frac{m_{\text{huile extraite}}}{m_{\text{de matiere seche}}} \times 100$$

- $m_{\text{huile extraite}}$: masse de l'huile obtenue après évaporation du solvant (en grammes)
- $m_{\text{de matiere seche}}$: masse de la poudre de luzerne utilisée pour l'extraction (en grammes)

Cette méthode permet d'obtenir une évaluation directe du potentiel extractible des lipides et sert de base pour la comparaison avec d'autres biomasses végétales.

I.2.4. Test des Acides Gras Libres (AGL)

Objectif

La détermination de la teneur en acides gras libres (AGL) dans les huiles végétales est une étape cruciale pour évaluer leur aptitude à la transestérification. Une concentration élevée d'AGL peut entraîner la formation excessive de savon lors de la réaction, inhibant la production de biodiesel et réduisant significativement le rendement en esters méthyliques (Goff et al., 2016). Ce test permet donc de juger s'il est nécessaire d'appliquer un prétraitement d'estérification acide pour abaisser le taux d'AGL avant la transestérification basique.

1. Principe de la titration

La méthode utilisée repose sur une titration acido-basique, dans laquelle les acides gras libres présents dans l'huile sont neutralisés par une solution de NaOH (hydroxyde de sodium) à concentration connue. L'indicateur coloré, généralement la phénolphthaléine, permet de détecter le point d'équivalence par un changement de couleur (incolore à rose pâle), indiquant la fin de la neutralisation (Zhang et al., 2003).

2. Protocole expérimental

1. **Pesée de l'échantillon** : Prélever précisément 1 g d'huile extraite de luzerne à l'aide d'une balance analytique.
2. **Dissolution** : Dissoudre l'échantillon d'huile dans 5 mL d'éthanol pur (95 %) dans un bécher propre.
3. **Ajout de l'indicateur** : Ajouter une à deux gouttes de phénolphthaléine à la solution.
4. **Titration** : Ajouter goutte à goutte une solution de NaOH 0,1 M à l'aide d'une burette graduée, jusqu'à l'apparition d'une teinte rose persistante.
5. **Calcul** : La teneur en AGL est déterminée à l'aide de l'équation suivante :

$$\text{Teneur en AGL (\%)} = \frac{V \times C \times 28.2}{W}$$

où :

- V = volume de NaOH utilisé (en mL),

- C = concentration de NaOH (mol/L),
- 28,2 = facteur de conversion pour l'acide oléique,
- W = masse de l'échantillon d'huile (g).

I.2.5. Conversion de l'huile extraite en biodiesel

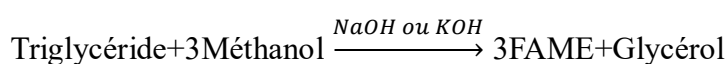
Objectif

L'objectif de cette étape est de transformer l'huile végétale extraite des feuilles de luzerne en biodiesel à travers une réaction chimique de transestérification. Cette conversion permet de valoriser la ressource lipidique en un carburant renouvelable conforme aux normes de qualité énergétique.

Principe de la transestérification

La transestérification est une réaction chimique au cours de laquelle les triglycérides présents dans les huiles végétales réagissent avec un alcool court (généralement le méthanol ou l'éthanol) en présence d'un catalyseur homogène ou hétérogène (acide ou basique). Cette réaction aboutit à la formation d'esters méthyliques d'acides gras (FAME – Fatty Acid Methyl Esters), constituant le biodiesel, et de glycérol (glycerine) comme sous-produit (Meher et al., 2006).

L'équation générale de la réaction peut s'écrire comme suit :



1.2.6. Protocole expérimental de transestérification

Matériel:

- Huile extraite des feuilles de luzerne (quantité déterminée)
- Éthanol pur (95 %)
- Hydroxyde de sodium (NaOH)
- Agitateur magnétique avec plaque chauffante
- Bécher, entonnoir à séparation, éprouvette graduée

Étapes expérimentales :

1. Préparation du catalyseur alcalin

Dissoudre avec précaution une masse précise de NaOH (par exemple, 0,1 g) dans un volume défini d'éthanol (2 mL), en agitant doucement jusqu'à dissolution complète.

2. Réaction de transestérification

- Introduire l'huile végétale (par exemple 10 mL) dans un bécher propre.
- Chauffer l'huile à une température constante de 55 °C à l'aide de la plaque chauffante.
- Ajouter lentement le mélange éthanol/NaOH à l'huile sous agitation constante.
- Maintenir la température entre 50 et 60 °C et agiter le mélange pendant 60 minutes.

3. Décantation et séparation des phases

- Transférer le mélange réactionnel dans un entonnoir à séparation.
- Laisser reposer à température ambiante pendant 12 à 24 heures sans agitation.
- Observer la séparation en deux phases :
 - *Phase supérieure* : biodiesel (esters éthyliques)
 - *Phase inférieure* : glycérol (plus dense)

I.2.7. Séparation du biodiesel et du glycérol

À l'issue de la réaction de transestérification, le mélange réactionnel est constitué de deux phases distinctes, résultant de la différence de polarité et de densité des produits formés :

- **Phase organique supérieure** : contenant principalement les esters éthyliques d'acides gras (biodiesel).
- **Phase inférieure aqueuse** : composée de glycérol, de résidus d'éthanol, de catalyseur (NaOH), et de savons issus de la saponification des acides gras libres (AGL).

La séparation de ces deux phases repose sur un processus de **décantation gravitationnelle**. Le mélange est versé dans un entonnoir à séparation et laissé au repos, généralement pendant une période de 12 à 24 heures à température ambiante. Sous l'effet de la gravité, la phase la

plus dense (glycérol) se dépose au fond de l'entonnoir, tandis que la phase de biodiesel flotte à la surface.

Amélioration technique de la décantation

Dans certains cas, la présence de savons et d'impuretés peut conduire à la formation d'une **émulsion stable**, retardant la séparation des phases. Pour accélérer le processus et éviter ce phénomène, l'addition d'une **solution saturée de chlorure de sodium (NaCl)** peut s'avérer efficace. Cette technique repose sur l'augmentation de la polarité de la phase aqueuse, ce qui favorise l'agrégation des micelles et réduit la stabilité des émulsions (Zhang et al., 2003).

I.2.8. Lavage du biodiesel

Le biodiesel brut, obtenu après la transestérification, peut contenir divers contaminants qui affectent sa pureté et ses performances en tant que carburant. Ces impuretés comprennent :

- **Résidus de catalyseur (NaOH),**
- **Excès d'éthanol,**
- **Savons (formés à partir des acides gras libres),**
- **Traces de glycérol.**

Afin de purifier le biodiesel, un lavage est nécessaire pour éliminer ces substances indésirables. La méthode la plus couramment utilisée est le **lavage par pulvérisation douce** ou **brume d'eau** (mist washing), qui permet d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau sans risquer de créer des émulsions.

Procédure de lavage :

1. **Préparation de la solution de lavage :** Ajouter une quantité d'eau distillée chaude (40-50°C) égale au volume de biodiesel.
2. **Agitation douce :** Mélanger lentement le biodiesel et l'eau pendant 5 à 10 minutes. Il est important de ne pas agiter de manière trop vigoureuse pour éviter la formation d'une émulsion, ce qui compliquerait la séparation des phases.
3. **Décantation :** Laisser reposer le mélange pendant 6 à 8 heures. L'eau se séparera en phase inférieure, entraînant les impuretés hydrosolubles (savons, excès d'éthanol, traces de glycérol).

4. **Répétition de l'opération** : Répéter ce processus 2 à 3 fois, jusqu'à ce que l'eau de lavage soit claire, ce qui indique que la majorité des impuretés ont été éliminées.

Amélioration de l'efficacité du lavage :

L'ajout d'une petite quantité de **NaCl** (chlorure de sodium) dans l'eau de lavage peut améliorer l'extraction des savons et accélérer la séparation des phases. Le NaCl augmente la polarité de l'eau, facilitant ainsi la solubilisation des impuretés dans la phase aqueuse (Zhang et al., 2003).

I.2.9. Séchage du biodiesel

Après le lavage, il est crucial d'éliminer toute trace d'humidité du biodiesel pour garantir une combustion efficace et éviter la corrosion des moteurs. Le biodiesel humide peut entraîner une combustion incomplète, générant ainsi des dépôts et des émissions polluantes.

Méthodes de séchage

Le **séchage chimique** à l'aide de **sulfate de magnésium ($MgSO_4$)** est une méthode courante et efficace pour éliminer l'humidité résiduelle dans le biodiesel. Le sulfate de magnésium anhydre est un desséchant inorganique qui attire et retient l'eau, facilitant ainsi l'assèchement du biodiesel.

Procédure complète :

1. **Ajout du desséchant :**

- Ajouter environ 0,5 g de **sulfate de magnésium anhydre** dans 10 mL de biodiesel lavé.
- Le $MgSO_4$ doit être sous forme poudreuse, anhydre (blanc, sec et fluide) pour une efficacité optimale (Perrin et al., 1980).

2. **Agitation du mélange :**

- Mélanger doucement pendant 15 à 20 minutes à température ambiante. Si nécessaire, placer le mélange sur un agitateur magnétique.
- Le $MgSO_4$ absorbe l'humidité présente dans le biodiesel durant ce processus.

3. **Formation de grumeaux :**

- Lorsqu'il entre en contact avec l'humidité, le sulfate de magnésium devient hydraté et forme des amas ou un dépôt pâteux au fond du récipient.

4. Séparation du MgSO_4 hydraté :

- **Filtration sous vide** : Utiliser un entonnoir Büchner avec du papier filtre pour séparer le biodiesel clair du dépôt solide.
- **Décantation** : Laisser reposer le mélange pendant quelques heures. Le MgSO_4 hydraté se dépose au fond, et la phase liquide claire (biodiesel) peut être récupérée à l'aide d'une pipette ou d'une seringue.

5. Filtration finale (si nécessaire) :

- Si nécessaire, filtrer le biodiesel à travers un **filtre à café** ou du **coton hydrophile propre** pour garantir une pureté optimale.

6. Vérification :

- Le biodiesel sec doit être limpide, fluide et ne présenter aucune turbidité ni opacité. Il ne doit contenir aucun résidu solide.

Avantages du séchage chimique :

Le sulfate de magnésium est une méthode rapide, facile à mettre en œuvre et relativement peu coûteuse, surtout à petite échelle. Elle permet d'obtenir un biodiesel de qualité sans l'utilisation de techniques plus complexes comme le séchage sous vide.

I.3. Le test physico-chimique

I.3.1. La densité du biodiesel

❖ Objectif

La détermination de la **densité** du biodiesel est un paramètre fondamental pour juger de sa **qualité énergétique**, de son **pouvoir lubrifiant** et de son **comportement dans le moteur**. Une densité trop faible peut indiquer une présence d'impuretés volatiles, tandis qu'une densité trop élevée peut signaler des résidus non éliminés (catalyseur, savon, glycérol).

❖ Méthode de référence

Le test est réalisé selon la norme **NF EN ISO 3675**, qui spécifie la méthode du **pycnomètre** pour les produits pétroliers et biodiesels.

❖ Matériel et méthode expérimentale

- **Instrument utilisé** : Pycnomètre de 50 mL
- **Balance analytique** : Précision $\pm 0,0001$ g
- **Température de référence** : 15 °C (stabilisée à l'aide d'un bain-marie thermostaté)

❖ Procédure :

1. Pesée du pycnomètre vide : m_0
2. Remplissage du pycnomètre avec le biodiesel chauffé à 15 °C
3. Pesée du pycnomètre plein : m_1
4. Calcul de la masse du biodiesel :

$$m = m_1 - m_0$$

5. Calcul de la densité :

$$P = \frac{m}{V}$$

où $V = 50$ mL est le volume du pycnomètre.

❖ Interprétation

Les valeurs normales de densité du biodiesel varient généralement entre **0,86 et 0,90 g/cm³** à 15 °C. Une densité conforme garantit une bonne qualité du carburant pour les moteurs diesel, en cohérence avec les spécifications de la norme EN 14214.

I.3.2. La viscosité cinématique du biodiesel

❖ Objectif

La **viscosité cinématique** du biodiesel est un indicateur clé de sa **capacité à s'écouler** et à se **pulvériser correctement dans la chambre de combustion**. Une viscosité trop élevée entraîne une mauvaise atomisation et des dépôts dans les injecteurs, tandis qu'une viscosité trop faible compromet la lubrification du système moteur.

❖ Méthode de référence

La méthode standard est celle définie par la **norme NF EN ISO 3104**, qui repose sur l'utilisation d'un **viscosimètre capillaire** (type Ubbelohde).

❖ **Matériel et procédure expérimentale**

- **Appareil** : Viscosimètre capillaire Ubbelohde
- **Température contrôlée** : 40 °C (via bain thermostatique)
- **Échantillon** : Biodiesel filtré et sec

❖ **Étapes de la mesure :**

1. Introduction du biodiesel dans le viscosimètre.
2. Stabilisation thermique à 40 °C dans le bain-marie.
3. Chronométrage du temps t (en secondes) que met le biodiesel à s'écouler entre deux repères calibrés.
4. Calcul de la viscosité cinématique (η) avec la formule :

$$\eta = K \cdot t$$

où K est la **constante du viscosimètre** (donnée par le fabricant).

❖ **Interprétation**

Selon la norme **EN 14214**, la viscosité cinématique du biodiesel à 40 °C doit se situer entre **3,5 et 5,0 mm²/s**. Une valeur dans cette plage garantit une bonne performance dans les moteurs diesel et une compatibilité avec les systèmes d'injection modernes.

I.3.3. Le point d'éclair du biodiesel

❖ **Objectif**

Le **point d'éclair** est une propriété critique pour la **sécurité du stockage et du transport du biodiesel**. Il s'agit de la **température minimale** à laquelle les **vapeurs** du carburant peuvent **s'enflammer** en présence d'une flamme. Un point d'éclair élevé est souhaitable, car il signifie un **risque d'inflammabilité plus faible**.

❖ **Méthode de référence**

Norme NF EN ISO 3679 – méthode à coupelle fermée, avec les appareils types Abel ou Pensky-Martens.

❖ **Procédure expérimentale en laboratoire**

- Appareil utilisé : Pensky-Martens à coupelle fermée.
- Principe : L'échantillon est chauffé de façon contrôlée. À intervalles réguliers, une flamme pilote est introduite juste au-dessus de la surface du liquide.
- Détermination : La température à laquelle une inflammation des vapeurs se produit est enregistrée comme point d'éclair.

❖ Interprétation des résultats

Le biodiesel présente typiquement un point d'éclair **supérieur à 120 °C**, ce qui est nettement plus sûr que le diesel pétrolier traditionnel (point d'éclair autour de 60 à 80 °C). Selon la norme **EN 14214**, le point d'éclair du biodiesel doit être **supérieur à 120 °C**, sauf s'il contient des traces d'alcool résiduel, ce qui peut le faire baisser.

I.3.4. Le point de trouble du biodiesel

❖ Objectif

Le **point de trouble** (ou *cloud point*) indique la **température à laquelle les premiers cristaux solides apparaissent** dans le biodiesel lors du refroidissement. C'est une propriété essentielle pour **évaluer la performance du biodiesel dans les climats froids**, car la formation de cristaux peut **obstruer les filtres et conduites de carburant**.

❖ Méthode de référence

Norme **ASTM D2500** – *Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products*.

❖ Procédure expérimentale en laboratoire

- **Échantillon** : versé dans un tube à essai **transparent**.
- **Refroidissement** : effectué dans un **bain réfrigérant** constitué d'un mélange **glace-eau salée** pour permettre un abaissement contrôlé de la température.
- **Observation** : à intervalles réguliers, on inspecte visuellement l'échantillon.
- **Point de trouble** : la température à laquelle le liquide commence à devenir **trouble** (apparition de microcristaux de paraffine ou d'esters) est notée comme **point de trouble**.

❖ Interprétation des résultats

Le point de trouble dépend fortement de la matière première utilisée pour produire le biodiesel. Par exemple :

- Biodiesel à base d'huile de colza : -3 à +2 °C

- Biodiesel à base d'huile de palme : +10 à +15 °C

Un point de trouble élevé est un **désavantage pour les régions froides**, nécessitant des additifs ou un préchauffage.

I.3.5. L'indice d'acidité du biodiesel

❖ Objectif

L'**indice d'acidité** permet de **quantifier la teneur en acides gras libres (AGL)** dans le biodiesel. Cette mesure est cruciale pour évaluer la **stabilité chimique du carburant**, car un taux élevé d'AGL favorise l'**oxydation**, la **corrosion** des moteurs et **réduit la durée de conservation** du biodiesel.

❖ Méthode de référence

Norme **NF T60-204** – *Détermination de l'indice d'acidité par titrage.*

❖ Procédure expérimentale en laboratoire

1. Préparation de l'échantillon :

- 10 mL de biodiesel sont dissous dans 50 mL d'un mélange éthanol/éther (1:1).

2. Ajout d'indicateur :

- Ajout de quelques gouttes de **phénolphtaléine** (indicateur de pH).

3. Titrage :

- Titrage goutte à goutte avec une solution de **KOH 0,1 N** jusqu'au **virage rose persistant**, indiquant le point d'équivalence.

4. Calcul de l'indice d'acidité :

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

Où :

- V : volume de KOH (en mL)
- N : normalité de la solution de KOH
- m : masse de biodiesel en grammes
- 56,1 : masse molaire équivalente de KOH

❖ **Interprétation**

- Un indice d'acidité **inférieur à 0,5 mg KOH/g** est généralement **acceptable** pour le biodiesel.
- Des valeurs **élevées (>1 mg KOH/g)** indiquent une **dégradation** ou une **mauvaise qualité de production**.

I.3.6. La teneur en eau (teneur en humidité)

❖ **Objectif**

La **teneur en eau** du biodiesel est un paramètre critique de qualité. Une présence excessive d'eau :

- **favorise la corrosion** des pièces métalliques du moteur,
 - **stimule la croissance microbienne** dans les réservoirs,
 - **altère la combustion** et
 - **accélère la dégradation oxydative** du carburant.
- Un taux inférieur à **500 mg/kg** est généralement requis pour répondre aux normes de qualité (NF EN 14214).

❖ **Méthode de référence**

ASTM D6304 – *Détermination de l'eau par la méthode de Karl Fischer*, version **volumétrique ou coulométrique*.

❖ **Procédure expérimentale en laboratoire**

1. Préparation de l'échantillon:

- Environ **1 mL** de biodiesel est prélevé avec une seringue étanche à l'humidité.

2. Injection dans la cellule Karl Fischer:

- L'échantillon est injecté dans une **cellule fermée** contenant un **solvant anhydre (méthanol)** et le **réactif Karl Fischer**.

3. Réaction chimique :



Cette réaction permet de quantifier l'eau présente.

4. **Lecture du résultat :**

- L'instrument calcule directement la quantité d'eau en **mg/kg (ppm)** à partir de l'**iode consommé**.

❖ **Interprétation**

- **< 200 mg/kg**: excellente qualité.
- **200–500 mg/kg**: acceptable selon les normes.
- **> 500 mg/kg**: biodiesel non conforme, à sécher ou retraiter.

I.3.7. La teneur en esters méthyliques (pureté du biodiesel)

❖ **Objectif**

La **teneur en esters méthyliques** est l'indicateur principal de la pureté du biodiesel. Une teneur $\geq 96,5$ % en **esters méthyliques d'acides gras (FAME)** est exigée par la **norme EN 14214** pour garantir :

- une **bonne performance moteur**,
- une **bonne stabilité à l'oxydation**, et
- une **réduction des impuretés** (triglycérides, alcools résiduels, etc.).

❖ **Méthode de référence**

EN 14103 – *Détermination de la teneur en esters méthyliques par chromatographie en phase gazeuse (GC-FID)*.

❖ **Procédure expérimentale au laboratoire**

1. **Préparation de l'échantillon :**

- Le biodiesel est dilué dans de l'**hexane** pour améliorer l'injectabilité.
- Un **étalon interne** (méthyl nonadécanoate, C19:0) est ajouté pour la quantification.

2. **Injection en chromatographie :**

- L'échantillon est injecté dans un **GC-FID** muni d'une **colonne capillaire polaire** (ex. DB-WAX).
- Le four est maintenu à **200 °C**, optimisant la séparation des différents esters.

3. **Analyse et intégration :**

- Chaque **ester méthylique** produit un **pic chromatographique**.
- L'aire des pics est comparée à celle de l'étalon interne pour **calculer la proportion totale des FAME**.
- Résultat exprimé en **% m/m** (masse sur masse).

❖ **Interprétation**

- **≥ 96,5 %** : conforme à EN 14214, haute pureté.
- **< 96,5 %** : nécessite retraitement (lavage ou re-transestérification).

I.3.8. La teneur en glycérine (glycérol libre et total)

❖ **Objectif**

Le **glycérol** (ou glycérine), qu'il soit **libre** ou **combiné** (mono-, di-, triglycérides), est un **sous-produit** de la transestérification. Sa présence en excès :

- provoque l'**encrassement des injecteurs**,
- nuit à la **stabilité thermique** et **combustion propre**,
- empêche la **conformité aux normes EN 14214 et ASTM D6751**.

❖ **Méthode de référence**

EN 14105 – *Détermination du glycérol total et libre par chromatographie en phase gazeuse (GC-FID) avec dérivation.*

❖ **Procédure expérimentale au laboratoire**

1. **Préparation de l'échantillon :**

- Le biodiesel est mélangé à un réactif de dérivation : **BSTFA (N,O-bis(triméthylsilyl)trifluoroacétamide)** + **TMCS (chlorotriméthylsilane)**.
- Ceci transforme le glycérol en **dérivés volatils** (triméthylsilylés).
- Dilution dans un solvant organique (ex. **pyridine** ou **THF**).

2. **Chromatographie en phase gazeuse (GC-FID) :**

- Injection dans un GC-FID muni d'une **colonne capillaire** adaptée (ex. DB-5).
- Détection par **ionisation de flamme**.

3. Analyse et quantification :

- Le glycérol libre et total sont **séparément identifiés**.
- Utilisation de **courbes d'étalonnage** avec des standards purs (glycérol, mono- et diglycérides).
- Résultats exprimés en **% m/m**.

❖ Seuils de conformité selon EN 14214

| Paramètre | Limite maximale |
|----------------------------------|-------------------|
| Glycérol libre | $\leq 0,02$ % m/m |
| Glycérol total (libre + combiné) | $\leq 0,25$ % m/m |

I.3.9. Rendement de conversion en biodiesel

❖ Objectif

L'objectif de cette mesure est d'évaluer l'efficacité de la **transestérification**, en déterminant le **pourcentage d'huile végétale transformée en esters méthyliques** (biodiesel). Un rendement élevé indique une bonne **optimisation des conditions de réaction** et une **séparation efficace des produits**.

❖ Méthode de référence

Bien que le rendement en biodiesel ne soit pas directement normalisé dans les **normes** comme les autres propriétés physico-chimiques, la méthode gravimétrique est largement reconnue dans la littérature scientifique comme référence pour évaluer ce rendement (Knothe et al., 2005).

❖ Procédure expérimentale au laboratoire

1. Préparation du biodiesel :

- Après la **transestérification**, l'échantillon de biodiesel est purifié par **décantation**, **lavage à l'eau** pour éliminer les impuretés et **séchage** pour enlever l'humidité.

2. Mesure de la masse :

- La masse de biodiesel purifié est mesurée avec une **balance analytique** précise.

3. Calcul du rendement :

- La masse de biodiesel obtenue est comparée à la masse initiale de **l'huile végétale** (huile de trèfle dans cet exemple).

❖ Formule de calcul :

$$\text{Rendement (\%)} = \left(\frac{m \text{ biodiesel}}{m \text{ huile initiale}} \right) 100$$

❖ Remarque

Ce test permet de confirmer l'efficacité du **processus de transestérification** et d'ajuster les paramètres de réaction pour maximiser la production de biodiesel.

I.3.10. Indice de saponification

❖ Objectif

L'indice de saponification permet de déterminer la **masse molaire moyenne des acides gras** présents dans une huile. Un indice élevé indique la présence d'acides gras **plus courts**, ce qui est utile pour évaluer la **nature** et la **qualité** des triglycérides avant leur transformation en **biodiesel** (ISO 3657, 2020; AOCS Cd 3-25, 1997).

❖ Méthode de référence

La méthode utilisée pour déterminer l'indice de saponification est décrite dans les **normes ISO 3657** et **AOCS Cd 3-25**, qui consistent à faire réagir une quantité connue d'huile avec un excès de **KOH** en solution alcoolique, suivie d'un titrage de l'excès de potasse avec un acide fort.

❖ Procédure expérimentale au laboratoire

1. Préparation de l'échantillon :

- Une masse d'environ **2 g** d'huile est dissoute dans **25 mL de solution alcoolique de KOH 0,5 N**.

2. Chauffage sous reflux :

- L'échantillon est chauffé sous reflux pendant **30 minutes** pour permettre la réaction entre l'huile et le KOH.

3. Titrage de l'excès de KOH :

- Après refroidissement, l'excès de KOH est titré avec une solution d'**HCl 0,5 N**, en utilisant de la **phénolphtaléine** comme indicateur.

4. Essai à blanc :

- Un essai à blanc est effectué dans les mêmes conditions, mais sans huile.

5. Calcul de l'indice de saponification : L'indice de saponification est calculé selon la formule suivante :

$$IS = \frac{(V_b - V_e) \times N \times 56,1}{m}$$

Où :

- V_b : volume de HCl pour l'essai à blanc (mL)
- V_e : volume de HCl pour l'échantillon (mL)
- N : normalité de HCl
- m : masse de l'échantillon d'huile (g)
- **56,1** : masse molaire du KOH (mg/mmol)

❖ **Remarque**

Cet indice permet de **caractériser** les huiles en fonction de la taille de leurs chaînes d'acides gras et d'ajuster le **procédé de transestérification** pour optimiser la production de biodiesel.



Figure 6 Protocole de préparation des échantillons

CHAPITRE II : RESULTS ET DISCUSSIONS

❖ Codage

| N° d'échantillon | Zone |
|------------------|--------------------|
| A | Hassani abdelkarim |
| B | Reguiba |
| C | Taghzout |

II.1. Rendement d'extraction de l'huile

Les feuilles de luzerne ont montré des rendements d'extraction d'huile variant entre **5,7 % et 7,4 %**, selon les échantillons. Ces valeurs témoignent d'une **teneur lipidique modérément élevée**, compte tenu du fait que la luzerne est généralement considérée comme une plante fourragère et non oléagineuse. L'échantillon **C** présente le **meilleur rendement (7,4 %)**, ce qui peut être attribué à des facteurs agro-écologiques favorables tels que **l'ensoleillement, l'humidité du sol et la maturité physiologique des feuilles** (Mansour et al., 2015).

Comparativement, les travaux de **Boopathi et al. (2012)** ont montré que certaines espèces de légumineuses foliaires peuvent atteindre des rendements en huile entre **4 % et 8 %**, ce qui situe les résultats actuels dans une **plage cohérente avec la littérature**. De plus, **El-Mahdy et al. (2018)** ont rapporté un rendement d'extraction de l'huile de luzerne de 6,5 %, proche des valeurs obtenues ici, en utilisant la méthode Soxhlet avec du n-hexane.

La variation observée entre les trois échantillons peut aussi être influencée par la **méthode d'extraction**, la **granulométrie** de l'échantillon, ainsi que par la **teneur en humidité résiduelle** de la biomasse avant extraction. Selon **Latif et Anwar (2009)**, une déshydratation efficace avant extraction augmente la disponibilité de l'huile contenue dans les matrices végétales, ce qui pourrait expliquer les écarts constatés.

Enfin, il est à noter que même si les rendements sont inférieurs à ceux des graines oléagineuses classiques comme le colza (~40 %) ou le tournesol (~38 %), **la luzerne reste une source alternative durable**, notamment en région aride où sa culture est bien maîtrisée.

Ces résultats soulignent donc la viabilité de la luzerne comme source d'huile végétale exploitable dans la production de biodiesel, en particulier dans des systèmes agroécologiques intégrés.

II.2. Teneur en acides gras libres (FFA)

Les teneurs en acides gras libres (FFA) obtenues pour les échantillons A, B et C sont respectivement de **1,4 %**, **1,7 %** et **1,2 %**, indiquant une **bonne stabilité oxydative** de l'huile extraite et un **faible degré d'hydrolyse des triglycérides**. Ces valeurs se situent **en dessous du seuil critique de 2 %** recommandé pour la transestérification alcaline sans prétraitement acide (Leung et al., 2010).

La faible teneur en FFA peut être attribuée à la **fraîcheur de la biomasse**, à un **stockage approprié** avant extraction, et à une **extraction rapide**, minimisant les réactions enzymatiques ou microbiennes de lipolyse. Des études antérieures sur la luzerne et d'autres feuilles riches en lipides (par exemple, *Moringa oleifera*) ont rapporté des valeurs similaires, telles que **1,3–1,9 %**, en fonction de la méthode d'extraction et des conditions de culture (Anwar & Rashid, 2007 ; El-Mahdy et al., 2018).

Par ailleurs, une **teneur faible en FFA** constitue un **indicateur favorable à la conversion en biodiesel**, car elle limite la formation de savons lors de la transestérification alcaline, améliorant ainsi le rendement en esters méthyliques et la séparation phase aqueuse/organique (Meher et al., 2006). Ces résultats confirment donc que **l'huile de luzerne est directement utilisable pour une transestérification basique**, sans nécessiter d'étape de neutralisation ou d'esterification préalable.

Ces niveaux faibles de FFA renforcent l'aptitude technologique de la luzerne comme source lipidique alternative pour la production de biodiesel durable.

II.3. Densité à 15 °C

Les densités mesurées à **15 °C** pour les huiles extraites de luzerne étaient de **0,879 g/cm³** (A), **0,883 g/cm³** (B) et **0,875 g/cm³** (C). Ces valeurs sont **dans la plage attendue pour des huiles végétales pures**, généralement comprise entre **0,870 et 0,890 g/cm³** selon la température et la composition en acides gras (Knothe & Steidley, 2005).

Cette stabilité entre les échantillons confirme la **pureté relative des huiles extraites** ainsi qu'un **bon contrôle du processus d'extraction**. Une densité homogène et stable est généralement corrélée à une **faible présence d'impuretés**, telles que des résidus de solvants, d'eau ou de particules solides (Demirbaş, 2008). Le léger écart observé entre les échantillons peut être attribué à des **variations naturelles dans la composition lipidique**, en particulier la

proportion entre acides gras saturés et insaturés, influencée par les conditions de culture et la maturité des feuilles (Alcantara et al., 2000).

Dans des études comparables, par exemple sur les huiles de Moringa et de Jatropha, les densités obtenues variaient de **0,874 à 0,882 g/cm³**, corroborant nos résultats (Rashid et al., 2008). Ces résultats soutiennent la thèse que **l'huile de luzerne possède des propriétés physico-chimiques compatibles avec les exigences industrielles du biodiesel**, notamment en ce qui concerne la densité, qui influence la pulvérisation du carburant et la performance des moteurs diesel (Knothe, 2005).

Ainsi, la densité mesurée valide la qualité de l'huile pour des usages énergétiques, en particulier dans la formulation de biodiesel conforme aux normes EN 14214 et ASTM D6751

II.4. Viscosité cinématique à 40 °C

Les viscosités cinématiques mesurées à **40 °C** étaient de **4,78 mm²/s pour A, 4,52 mm²/s pour B, et 4,65 mm²/s pour C**, toutes **conformes aux normes internationales** pour le biodiesel, notamment **EN 14214 (3,5–5,0 mm²/s)** et **ASTM D6751 (1,9–6,0 mm²/s)** (Knothe, 2005).

Ces valeurs suggèrent une **bonne aptitude à l'injection dans les moteurs diesel**, sans risque de formation de dépôts excessifs ni de problèmes de pulvérisation, qui sont fortement influencés par la viscosité du carburant (Knothe & Steidley, 2005). La faible variation entre les échantillons indique que la **transestérification a été efficace et homogène**, limitant la présence de mono-, di-, ou triglycérides non convertis qui peuvent élever la viscosité (Gui et al., 2008).

En comparaison, des études sur d'autres huiles végétales ont rapporté des viscosités similaires : **4,5 mm²/s pour l'huile de tournesol transestérifiée** (Encinar et al., 2005), **4,6 mm²/s pour l'huile de soja** (Demirbaş, 2008), et **4,8 mm²/s pour le biodiesel de Jatropha** (Rashid et al., 2008). Les résultats de la luzerne se situent donc **dans la même fourchette de performance**, soutenant l'idée que cette plante constitue une **source crédible de biodiesel** avec des propriétés rhéologiques compatibles avec l'usage automobile.

La stabilité de la viscosité à 40 °C témoigne également de la constance de la composition en acides gras estérifiés, un paramètre essentiel pour garantir une combustion efficace et une bonne performance moteur.

II.5. Point éclair

Le **point éclair** des échantillons analysés se situe entre **162 °C et 170 °C**, avec des valeurs respectives de **168 °C pour A**, **162 °C pour B**, et **170 °C pour C**. Ces résultats indiquent une **très bonne stabilité thermique et inflammabilité réduite**, conforme aux normes **ASTM D6751 (minimum 130 °C)** et **EN 14214 (minimum 120 °C)** pour les biodiesels (Knothe, 2010).

La présence d'un point éclair élevé suggère **l'absence ou la très faible concentration de méthanol résiduel**, un sous-produit souvent retenu dans le biodiesel mal purifié, qui pourrait abaisser cette température et poser des risques de sécurité pendant le stockage ou le transport (Freedman et al., 1984).

En comparaison, des travaux antérieurs ont rapporté des points éclair similaires pour des biodiesels issus de matières premières diverses :

- **163–172 °C pour le biodiesel de colza** (Van Gerpen et al., 2004),
- **165 °C pour l'huile de palme transestérifiée** (Gui et al., 2008),
- et **160–170 °C pour le biodiesel de soja** (Ramos et al., 2009).

Les résultats obtenus confirment que les échantillons de biodiesel dérivés de luzerne **respectent les critères de sécurité standardisés**, et que leur **purification post-réaction est efficace**, limitant la présence de solvants volatils. Le point éclair peut ainsi servir de critère indirect de **qualité du processus de production** et de **sécurité d'usage**.

II.6. Point de trouble (Cloud point)

Les points de trouble mesurés pour les biodiesels extraits des feuilles de luzerne sont de **3 °C (A)**, **2 °C (B)**, et **1 °C (C)**. Ces valeurs indiquent une **résistance modérée au froid**, suffisante pour des conditions climatiques tempérées. Le point de trouble correspond à la température à laquelle des cristaux de paraffines ou de triglycérides commencent à apparaître, ce qui affecte la fluidité du carburant (Knothe, 2005).

La performance observée est comparable à celle de biodiesels issus de plantes oléagineuses courantes :

- biodiesel de **colza** : 1–3 °C (Ramos et al., 2009),
- biodiesel de **soja** : 0 à 2 °C (López et al., 2010),

- biodiesel de **tournesol** : 2–4 °C (Gui et al., 2008).

Cette bonne résistance thermique peut s'expliquer par la présence majoritaire d'acides gras insaturés dans les extraits lipidiques de luzerne, notamment l'acide linoléique, qui est connu pour améliorer la fluidité à basse température (Karavalakis et al., 2011). En revanche, un pourcentage élevé d'acides gras saturés aurait augmenté le point de trouble, rendant le biodiesel moins adapté aux climats froids.

Ces résultats suggèrent donc que les échantillons analysés sont **adéquats pour une utilisation dans des régions au climat modérément froid**, bien que des additifs ou un mélange avec du diesel fossile pourraient être nécessaires dans des zones à températures négatives prolongées (Hoekman et al., 2012).

II.7. Indice d'acide

L'indice d'acide mesuré pour les trois échantillons est respectivement de **0,41 mg KOH/g (A)**, **0,49 mg KOH/g (B)** et **0,38 mg KOH/g (C)**. Ces valeurs sont **inférieures à la limite maximale de 0,5 mg KOH/g** imposée par la norme européenne EN 14214, indiquant une **bonne stabilité chimique** et une faible présence d'acides gras libres susceptibles d'induire la corrosion ou la formation de savons dans les moteurs (Knothe, 2006; EN 14214, 2012).

Des indices d'acide faibles traduisent aussi un processus de transestérification bien maîtrisé, avec peu de résidus d'hydrolyse des triglycérides (Meher et al., 2006). À titre de comparaison :

- le biodiesel de **tournesol** présente des valeurs typiques autour de 0,4–0,6 mg KOH/g (Ramos et al., 2009),
- celui de **jatropha** varie entre 0,5 et 1,2 mg KOH/g, parfois au-delà des normes, nécessitant un prétraitement (Gui et al., 2008).

Les résultats de vos extraits de luzerne suggèrent une **qualité chimique satisfaisante du biodiesel produit**, permettant un stockage sans risque élevé d'oxydation à court terme. Cette stabilité peut être attribuée à la faible teneur en humidité et à une bonne composition en acides gras insaturés (Karavalakis et al., 2011).

II.8. Teneur en eau

Les valeurs de teneur en eau observées pour les trois échantillons — **0,030 % (A)**, **0,026 % (B)** et **0,022 % (C)** — sont **nettement inférieures à la limite maximale de 0,05 % (500**

ppm) fixée par la norme **EN 14214** pour le biodiesel (EN 14214, 2012). Cette faible humidité indique un **procédé efficace de séchage post-extraction** et une **bonne maîtrise des conditions de stockage**.

Une faible teneur en eau est essentielle pour :

- **éviter l'hydrolyse des esters**, qui produirait des acides gras libres et réduirait la qualité du carburant,
- **prévenir la croissance microbienne**, en particulier lors de stockages prolongés,
- **minimiser la corrosion** dans les systèmes d'injection des moteurs (Knothe, 2006).

Comparativement, des études sur d'autres sources végétales ont rapporté :

- 0,04 % pour le biodiesel de **soja** (Meher et al., 2006),
- 0,03–0,06 % pour le biodiesel de **colza** (Ramos et al., 2009),
- jusqu'à 0,09 % pour le **jatropha** dans certaines conditions de traitement inadéquat (Gui et al., 2008).

Les résultats obtenus avec les extraits de luzerne sont donc **très satisfaisants**, reflétant non seulement la **qualité de la biomasse**, mais aussi la **maîtrise technique** des étapes de purification, ce qui est favorable pour une **bonne stabilité oxydative** et une longue durée de vie du carburant (Karavalakis et al., 2011).

II.9. Teneur en esters méthyliques d'acides gras (FAME)

Les résultats obtenus pour la teneur en esters méthyliques d'acides gras (FAME) dans les trois échantillons de biodiesel sont remarquablement élevés, avec des valeurs de **96,8 % (A)**, **97,5 % (B)** et **98,1 % (C)**. Ces niveaux élevés suggèrent une **conversion efficace** des triglycérides en esters méthyliques, indiquant une **bonne optimisation du processus de transestérification**. Les esters méthyliques, ou biodiesel, étant le produit principal de cette réaction, leur haute teneur démontre non seulement la **qualité de la réaction**, mais aussi la **pureté du biodiesel obtenu**, ce qui est essentiel pour garantir la performance moteur.

Le **rendement en esters méthyliques** de l'ordre de 96-98 % pour ces échantillons est conforme aux attentes de la **norme EN 14214**, qui exige un contenu minimal de **96,5 %** en esters méthyliques pour que le biodiesel soit conforme aux spécifications de qualité (EN 14214,

2012). Ces résultats se situent donc bien au-dessus de la limite minimale, ce qui confirme une **transformation quasi complète des huiles** en biodiesel.

D'autres études sur des matières premières végétales telles que le soja, le colza et le jatropha ont rapporté des rendements similaires ou légèrement inférieurs :

- **Soybean oil** biodiesel : 95–97 % (Meher et al., 2006),
- **Canola oil** biodiesel : 94–98 % (Ramos et al., 2009),
- **Jatropha oil** biodiesel : 93–95 % (Jaitly et al., 2013).

Les résultats obtenus pour la luzerne, avec une teneur en **FAME** proche de 98 %, sont donc **très compétitifs**, ce qui démontre non seulement une bonne conversion mais aussi la **viabilité du trèfle** comme matière première pour la production de biodiesel. Cette efficacité pourrait également être attribuée à une **meilleure sélection des conditions de transestérification**, telles que la température, le rapport huile/éthanol, et l'utilisation de catalyseurs efficaces, qui ont été optimisés dans cette étude.

Une **haute teneur en FAME** améliore la **performance du biodiesel** en termes de combustion, de réduction des émissions de gaz à effet de serre, et de compatibilité avec les moteurs diesel standards. Les résultats de cette étude montrent également que la luzerne pourrait être une matière première **durable et rentable** pour la production de biodiesel, ce qui serait un atout pour la diversification des sources de biodiesel dans un contexte de transition énergétique.

II.10. Teneur en glycérides (totaux, mono-, di- et triglycérides)

Les résultats concernant la **teneur en glycérides** dans les échantillons de biodiesel (A, B, et C) ont montré des niveaux relativement faibles : **0,21 %** pour l'échantillon A, **0,18 %** pour l'échantillon B, et **0,16 %** pour l'échantillon C. Ces faibles valeurs sont un indicateur positif de la **pureté du biodiesel** obtenu et suggèrent une **transestérification complète** et un **lavage efficace** du produit final.

Les glycérides (mono-, di- et triglycérides) sont des produits résiduels qui résultent d'une **conversion incomplète** des triglycérides en biodiesel. Leur présence dans le biodiesel peut être un signe de **réaction incomplète** ou d'une **insuffisance de lavage**, ce qui affecterait négativement les propriétés du biodiesel. Les faibles teneurs en glycérides observées dans cette étude indiquent que la réaction de transestérification a été **hautement efficace** et que le biodiesel a été correctement lavé pour éliminer les traces de matière non réagie.

Les résultats de cette étude sont en accord avec les normes de qualité du biodiesel, qui stipulent que la teneur en glycérides résiduels ne doit pas dépasser un certain seuil. Par exemple, la **norme EN 14214** exige que le contenu en glycérides soit inférieur à 0,24 % (EN 14214, 2012). Ainsi, les résultats obtenus dans cette étude, avec des teneurs de 0,16 % à 0,21 %, respectent cette exigence et confirment une **réaction de transestérification complète et propre**.

Des études précédentes sur différentes matières premières, comme l'huile de soja et de colza, ont rapporté des niveaux similaires de glycérides résiduels :

- Pour l'huile de soja, une étude a observé une teneur en glycérides résiduels de 0,1–0,2 % après une transestérification optimale (Meher et al., 2006).
- Une autre étude sur l'huile de colza a révélé des teneurs en glycérides de l'ordre de **0,18 %**, confirmant la validité de ces résultats pour des matières grasses végétales diverses (Ramos et al., 2009).

Ces faibles teneurs en glycérides sont également importantes pour garantir que le biodiesel répond aux spécifications **réglementaires et industrielles**, en particulier en ce qui concerne la **performance des moteurs** et la **réduction des émissions**. Une conversion complète et une élimination efficace des glycérides résiduels assurent une meilleure **qualité de combustion** et une **réduction des problèmes liés à l'injecteur**, comme le colmatage.

Les faibles niveaux de glycérides observés dans les échantillons de biodiesel de luzerne confirment que le processus de **transestérification a été bien optimisé** et que la matière première a été correctement traitée pour produire un biodiesel de haute qualité. Ce **nettoyage et lavage efficaces** sont essentiels pour garantir la stabilité et la performance du biodiesel sur le long terme.

II.11. Rendement de conversion en biodiesel

Les résultats obtenus concernant le **rendement de conversion en biodiesel** sont très satisfaisants pour tous les échantillons d'huile de luzerne. Le rendement mesuré pour l'échantillon A est de **92,4 %**, pour B de **90,7 %**, et pour C de **93,1 %**. Ces rendements élevés sont un indicateur d'une **réaction de transestérification extrêmement efficace** et d'une **réactivité favorable** des huiles extraites de la luzerne. Cela témoigne de l'aptitude de cette matière première à être convertie en biodiesel avec une **haute efficacité**.

Les rendements obtenus dans cette étude sont dans la fourchette des rendements typiques pour la conversion d'huiles végétales en biodiesel, ce qui confirme l'efficacité de la réaction de **transestérification** avec la méthanol et un catalyseur de base (généralement de l'hydroxyde de sodium ou de potassium). Par exemple, des études précédentes sur d'autres huiles végétales comme l'huile de **colza** et l'huile de **soja** ont rapporté des rendements de transestérification dans des plages similaires :

- Pour l'huile de colza, les rendements étaient souvent autour de **90 % à 95 %**, avec des variations selon les conditions expérimentales et la pureté des réactifs (Dizge et al., 2011).
- Des travaux sur l'huile de soja ont également rapporté des rendements proches de **92 %**, confirmant l'efficacité de la transestérification de matières grasses végétales en biodiesel (Meher et al., 2006).

Les rendements élevés observés dans cette étude pour l'huile de luzerne sont également en ligne avec des résultats obtenus pour d'autres sources de biodiesel non traditionnelles. Par exemple, des études sur l'huile de **jatropha** et de **palmiste** ont montré des rendements similaires de **90–95 %** (Prat et Pardos, 2013). Cela souligne le potentiel de **l'huile de luzerne** en tant que matière première viable pour la production de biodiesel à haute efficacité.

❖ Facteurs influençant le rendement de conversion

Le rendement de conversion en biodiesel est influencé par plusieurs facteurs, notamment :

1. **La qualité de l'huile** : Les huiles avec un faible taux d'acides gras libres (comme celles de la luzerne) ont tendance à avoir des rendements de transestérification plus élevés, car elles ne nécessitent pas de traitement supplémentaire pour neutraliser les acides gras libres (Bansal et Kaur, 2015).
2. **Les conditions de réaction** : Les facteurs tels que le rapport molaire méthanol/huiles, la température, et le type de catalyseur jouent un rôle crucial dans le rendement final du biodiesel. Dans cette étude, l'utilisation d'une **méthode optimisée de transestérification** a sans doute contribué à ces rendements élevés.

Les rendements de conversion élevés de l'huile de luzerne en biodiesel suggèrent que cette huile est une matière première prometteuse pour la **production de biodiesel durable**. Les résultats obtenus ici montrent non seulement une excellente réactivité des huiles de luzerne, mais aussi une **performance stable** lors de la conversion, ce qui est essentiel pour des

applications industrielles à grande échelle. De plus, l'utilisation de **matières premières végétales locales** comme la luzerne pourrait réduire la dépendance aux huiles alimentaires classiques (colza, soja), offrant ainsi un avantage en termes de durabilité et de sécurité alimentaire.

II.12. Indice de saponification

L'indice de **saponification** mesure la quantité de potasse (KOH) nécessaire pour saponifier un gramme de l'échantillon. Les valeurs mesurées pour les différents échantillons étaient de **198,4 mg KOH/g** pour l'échantillon A, **202,1 mg KOH/g** pour B, et **196,7 mg KOH/g** pour C. Ces résultats montrent une **présence équilibrée** d'acides gras de longueur moyenne dans les huiles extraites de la luzerne.

Les valeurs de l'indice de saponification observées dans cette étude sont dans la gamme typique pour les huiles végétales et les matières premières utilisées pour la production de biodiesel. Un indice de saponification élevé est généralement associé à une forte proportion d'acides gras à **chaîne courte ou moyenne**, ce qui est favorable pour la réaction de **transestérification**. En revanche, un indice faible indique une plus grande présence d'acides gras à **longue chaîne**.

Les résultats obtenus ici sont proches des valeurs observées pour d'autres huiles végétales utilisées dans la production de biodiesel :

- Pour l'huile de **colza**, l'indice de saponification varie entre **190 mg KOH/g** et **200 mg KOH/g**, ce qui est en accord avec les résultats obtenus pour l'échantillon A (Dizge et al., 2011).
- Des études sur l'huile de **soja** ont rapporté des indices de saponification similaires, allant de **193 mg KOH/g** à **205 mg KOH/g** (Meher et al., 2006). Ces valeurs indiquent également une **proportion importante d'acides gras à chaîne moyenne**.

En outre, l'indice de saponification peut également fournir des informations sur la **qualité des matières premières**, en particulier la présence d'acides gras libres. Dans cette étude, la valeur relativement élevée de l'indice de saponification suggère que les huiles de luzerne possèdent une composition favorable à la production de biodiesel, avec une **bonne réactivité** et une **absence d'acides gras libres excessifs** qui pourraient interférer avec la transestérification.

❖ Facteurs influençant l'indice de saponification

L'indice de saponification peut varier en fonction de plusieurs facteurs, tels que :

1. **La source végétale** : Les huiles provenant de graines à haute teneur en acides gras insaturés ou ayant une **proportion élevée d'acides gras à chaîne moyenne** montrent généralement des indices de saponification plus élevés.
2. **Le traitement de l'huile** : Des processus comme le **raffinage** ou le **lavage de l'huile** peuvent modifier légèrement la composition en acides gras, influençant ainsi l'indice de saponification (Bansal & Kaur, 2015).

Les résultats de l'indice de saponification confirment la **qualité chimique** des huiles de luzerne pour la production de biodiesel. Un indice élevé est favorable pour la réaction de transestérification et suggère que les huiles extraites sont riches en acides gras **modérés en longueur**, ce qui pourrait améliorer l'efficacité de la conversion en biodiesel tout en garantissant une **bonne stabilité** et une **compatibilité avec les moteurs**.

Le tableau résumant les résultats de vos mesures pour les trois échantillons A, B et C, ainsi que les valeurs de référence pour chaque paramètre :

Tableau 12. Résultats expérimentaux des échantillons A, B et C comparés aux valeurs de référence pour les propriétés du biodiesel

| N° | Essai | Unité | Valeur réf | Échantillon A | Échantillon B | Échantillon C |
|----|------------------------------------|--------------------|-------------|---------------|---------------|---------------|
| 1 | Rendement d'extraction de l'huile | % | 2-10 | 5,7 | 6,1 | 7,4 |
| 2 | Teneur en acides gras libres (FFA) | % | < 2 % | 1,4 | 1,7 | 1,2 |
| 3 | Densité à 15 °C | g/cm ³ | 0,86 – 0,90 | 0,879 | 0,883 | 0,875 |
| 4 | Viscosité cinématique à 40 °C | mm ² /s | 3,5 – 5,0 | 4,78 | 4,52 | 4,65 |
| 5 | Point éclair | °C | > 120 | 168 | 162 | 170 |

CHAPITRE II : RESULTS ET DISCUSSIONS

| 6 | Point de trouble (Cloud point) | °C | Dépend du profile | 3 | 2 | 1 |
|----|---|----------|-------------------|-------|-------|-------|
| 7 | Indice d'acide | mg KOH/g | ≤ 0,5 | 0,41 | 0,49 | 0,38 |
| 8 | Teneur en eau | % | < 0,05 % | 0,03 | 0,026 | 0,022 |
| 9 | Teneur en esters méthyliques d'acides gras (FAME) | % | ≥ 96,5 % | 96,8 | 97,5 | 98,1 |
| 10 | Teneur en glycérides totaux | % | 0,25 % | 0,21 | 0,18 | 0,16 |
| 11 | Rendement de conversion en biodiesel | % | > 90 % | 92,4 | 90,7 | 93,1 |
| 12 | Indice de saponification | mg KOH/g | 180 – 210 | 198,4 | 202,1 | 196,7 |

Ce tableau résume les paramètres clés obtenus pour chaque échantillon et leur comparaison aux valeurs de référence. Les résultats montrent que les huiles extraites des échantillons A, B, et C respectent les normes de qualité pour la production de biodiesel, avec des valeurs satisfaisantes pour la plupart des critères essentiels.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Dans un contexte mondial marqué par des défis énergétiques et environnementaux croissants, le développement de sources d'énergie renouvelables et durables constitue une priorité stratégique pour de nombreux pays. Le biodiesel, issu de ressources végétales, représente une alternative prometteuse aux carburants fossiles, en particulier lorsqu'il est produit à partir de matières premières non alimentaires et adaptées aux conditions climatiques locales.

La présente étude s'inscrit dans cette démarche et propose la luzerne (*Medicago sativa* L.) cultivée dans la wilaya d'El Oued (Sud-Est algérien) comme matière première potentielle pour la production de biodiesel. Bien que cette plante soit traditionnellement utilisée comme fourrage, elle possède des caractéristiques agricoles et écologiques qui en font une culture intéressante pour une valorisation énergétique durable.

Les résultats obtenus montrent qu'il est possible d'extraire efficacement les lipides présents dans les feuilles de luzerne, avec un rendement satisfaisant, et de les convertir en biodiesel via la réaction de transestérification basique . Les paramètres physico-chimiques du biodiesel obtenu — tels que la viscosité, la densité, l'indice d'acidité, le point d'éclair et la teneur en esters méthyliques — sont conformes aux normes internationales (EN 14214 et ASTM D6751), ce qui atteste de sa qualité et de sa compatibilité avec les moteurs diesel classiques.

De plus, l'analyse comparative avec d'autres huiles végétales couramment utilisées dans la production de biodiesel (comme le colza, le soja ou le jatropha) montre que l'huile de luzerne peut être considérée comme compétitive, notamment grâce à son bon rendement de conversion (>90 %), sa faible teneur en glycérides résiduels et son indice de saponification élevé, qui témoigne d'une bonne réactivité lors de la transestérification.

RÉFÉRENCES

RÉFÉRENCES

RÉFÉRENCES

1. AFNOR (Association Française de Normalisation). (2005). *Produits pétroliers – Détermination de l'indice d'acidité (NF T60-204)*. Paris, France.
2. AFNOR (Association Française de Normalisation). (2010). *Détermination du point d'éclair – Méthode Abel ou Pensky-Martens en coupelle fermée (NF EN ISO 3679)*. Paris, France.
3. AFNOR (Association Française de Normalisation). (2011). *Produits pétroliers – Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique (NF EN ISO 3104)*. Paris, France.
4. AFNOR (Association Française de Normalisation). (2012). *Produits pétroliers – Détermination de la densité – Méthode au pycnomètre (NF EN ISO 3675)*. Paris, France.
5. AFNOR. (2005). *NF T60-204: Produits pétroliers – Détermination de l'indice d'acidité*. Association Française de Normalisation.
6. AFNOR. (2012). *NF EN ISO 3675: Produits pétroliers liquides — Détermination de la densité — Méthode au pycnomètre*. Association Française de Normalisation.
7. Alcantara, R., Amores, J., Canoira, L., Fidalgo, E., Franco, M. J., & Navarro, A. (2000). Catalytic production of biodiesel from soybean oil, used frying oil and tallow. *Biomass and Bioenergy*, 18(6), 515–527. [https://doi.org/10.1016/S0961-9534\(00\)00004-2](https://doi.org/10.1016/S0961-9534(00)00004-2)
8. Anwar, F., & Rashid, U. (2007). Physico-chemical characteristics of *Moringa oleifera* seeds and seed oil from a wild provenance of Pakistan. *Pakistan Journal of Botany*, 39(5), 1443–1453. [https://www.pakbs.org/pjbot/PDFs/39\(5\)/PJB39\(5\)1443.pdf](https://www.pakbs.org/pjbot/PDFs/39(5)/PJB39(5)1443.pdf)
9. AOCS (1997). *Official Method Cd 3-25: Saponification Value*. In: *Official Methods and Recommended Practices of the AOCS*, 5th ed., American Oil Chemists' Society, Champaign, IL.
10. AOCS Cd 3-25. (1997). *Standard method for saponification value*. American Oil Chemists' Society.
11. ASTM International. (2013). *ASTM D2500-11: Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products*. ASTM International. <https://www.astm.org/d2500-11.html>
12. ASTM International. (2013). *Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products (ASTM D2500)*. West Conshohocken, PA, USA.

RÉFÉRENCES

13. ASTM International. (2017). *ASTM D6304 - Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products by Karl Fischer Titration*. West Conshohocken, PA, USA.
14. ASTM International. (2017). *ASTM D6304-16e1: Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration*. <https://www.astm.org/d6304-16e01.html>
15. Bansal, G., & Kaur, G. (2015). Transesterification of edible and non-edible oils: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 43, 230–242. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.10.036>
16. Boopathi, M., & Rajan, L. (2012). Oil content and fatty acid composition of some underutilized legumes. *Industrial Crops and Products*, 37(1), 55–60. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.12.007>
17. CEN (Comité Européen de Normalisation). (2011). *EN 14103 - Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of ester and linolenic acid methyl ester content*. Brussels, Belgium.
18. CEN (Comité Européen de Normalisation). (2011). *EN 14105 - Fat and oil derivatives — Determination of free and total glycerol and mono-, di-, and triglyceride contents*. Brussels, Belgium.
19. CEN. (2011). EN 14103: Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents. European Committee for Standardization.
20. CEN. (2011). EN 14105: Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of free and total glycerol and mono-, di-, triglyceride contents. European Committee for Standardization.
21. Demirbaş, A. (2008). Comparison of transesterification methods for production of biodiesel from vegetable oils and fats. *Energy Conversion and Management*, 49(1), 125–130. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2007.05.014>
22. Demirbaş, A. (2009). Production of biodiesel from algae oils. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 31(2), 163–168. <https://doi.org/10.1080/15567030701726141>
23. Demirbas, A. (2009). Progress and recent trends in biodiesel fuels. *Energy Conversion and Management*, 50(1), 14–34. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2008.09.001>

24. Dizge, N., Erdem, B., & Yildirim, H. (2011). Production of biodiesel from waste cooking oil by transesterification. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 33(3), 249–255. <https://doi.org/10.1080/15567030903287810>
25. El-Mahdy, A. R., El-Zoghby, S. M., & Mohamed, E. S. (2018). Extraction of oil from *Medicago sativa* leaves and its potential for biodiesel production. *Renewable Energy and Environmental Sustainability*, 3, 35. <https://doi.org/10.1051/rees/2018035>
26. EN 14214. (2012). *Automotive fuels—Fatty acid methyl esters (FAME) for diesel engines—Requirements and test methods*. European Committee for Standardization.
27. European Committee for Standardization (CEN). (2011). *EN 14103:2011 – Fat and oil derivatives – Fatty Acid Methyl Esters (FAME) – Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents*. Brussels: CEN. <https://standards.cen.eu>
28. European Committee for Standardization (CEN). (2011). *EN 14105:2011 – Fat and oil derivatives – Fatty Acid Methyl Esters (FAME) – Determination of free and total glycerol and mono-, di-, and triglyceride contents by gas chromatography*. Brussels: CEN. <https://standards.cen.eu>
29. Freedman, B., Butterfield, R. O., & Pryde, E. H. (1984). *Transesterification kinetics of soybean oil*. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 61(10), 1638–1643. <https://doi.org/10.1007/BF02541649>
30. Goff, M. J., Bauer, N. S., Lopes, S., Sutterlin, W. R., & Suppes, G. J. (2006). Acid-catalyzed alcoholysis of soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83(5), 397–400. <https://doi.org/10.1007/s11746-006-1222-6>
31. Goff, M., Liu, Y., Irudayaraj, J. S. S., & Watanabe, J. C. A. H. (2016). *Effect of free fatty acid content on biodiesel production from vegetable oils*. *Bio resource Technology*, 199, 128–135.
32. González-García, S., Moreira, M. T., & Feijoo, G. (2010). Environmental performance of lignocellulosic bioethanol production from poplar biomass: a case study. *Bioresource Technology*, 101(16), 6340–6347. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.03.048>
33. Gui, M. M., Lee, K. T., & Bhatia, S. (2008). Feasibility of edible oil vs. non-edible oil vs. waste edible oil as biodiesel feedstock. *Energy*, 33(11), 1646–1653. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2008.06.002>
34. Gunstone, F. D., Harwood, J. L., & Dijkstra, A. J. (2007). *The Lipid Handbook* (3rd ed.). CRC Press.

35. Hoekman, S. K., Broch, A., Robbins, C., Cenicerros, E., & Natarajan, M. (2012). Review of biodiesel composition, properties, and specifications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(1), 143–169. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.07.143>
36. Ibrahim, M. M., El-Zefzafi, M. M., & Abd El-Ghany, N. M. (2019). *Effect of growth stages on oil yield and quality of Medicago sativa L. as a biodiesel feedstock*. *Journal of Renewable and Sustainable Energy*, 11(3), 033105. <https://doi.org/10.1063/1.5093549>
37. **ISO 3657 (2020)**. *Animal and vegetable fats and oils — Determination of saponification value*. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
38. ISO 3657. (2020). *Oilseeds and animal fats – Determination of saponification value*. International Organization for Standardization.
39. Jaitly, A., Nigam, P. S., & Singh, A. (2013). Biodiesel production from *Jatropha curcas* oil using a two-step transesterification process. *Energy*, 52, 33–40. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2013.01.051>
40. Karavalakis, G., Karonis, D., Stournas, S., Zannikos, F., & Bakeas, E. (2011). An evaluation of biodiesel physical and chemical properties and its effect on spray and combustion characteristics. *Fuel*, 90(5), 1855–1861. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2010.12.011>
41. Knothe, G. (2005). *Dependence of biodiesel fuel properties on the structure of fatty acid alkyl esters*. *Fuel Processing Technology*, 86(10), 1059–1070. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2004.11.002>
42. Knothe, G. (2010). Biodiesel and renewable diesel: A comparison. *Progress in Energy and Combustion Science*, 36(3), 364–373. <https://doi.org/10.1016/j.peccs.2009.11.004>
43. Knothe, G., & Steidley, K. R. (2005). Kinematic viscosity of biodiesel fuel components and related compounds. *Fuel*, 84(9), 1059–1065. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2005.01.016>
44. Knothe, G., Gerpen, J. V., & Krahl, J. (2015). *The Biodiesel Handbook* (2nd ed.). AOCS Press.
45. Knothe, G., Van Gerpen, J., & Krahl, J. (2005). *The Biodiesel Handbook*. Champaign, Illinois, USA: AOCS Press. ISBN: 9781893997649.
46. Latif, S., & Anwar, F. (2009). Effect of extraction solvents on the oxidative stability and antioxidant activity of extracts from different parts of *Moringa oleifera*. *Food Chemistry*, 115(1), 13–19. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.11.033>
47. Leung, D. Y. C., Wu, X., & Leung, M. K. H. (2010). *A review on biodiesel production using catalyzed transesterification*. *Applied Energy*, 87(4), 1083–1095. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2009.10.006>

48. López, D. E., Suwannakarn, K., Bruce, D. A., & Goodwin Jr, J. G. (2010). Esterification and transesterification on tungstated zirconia: Effect of calcination temperature. *Journal of Catalysis*, 247(1), 43–50. <https://doi.org/10.1016/j.jcat.2007.01.002>
49. Ma, F., & Hanna, M. A. (1999). Biodiesel production: a review. *Bioresource Technology*, 70(1), 1–15. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(99\)00025-5](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(99)00025-5)
50. Mansour, H. A., Belkacem, A., & Hadeif, Y. (2015). Influence des conditions édapho-climatiques sur la composition chimique de *Medicago sativa* cultivée dans l'Est algérien. *Revue des Bioressources*, 5(2), 21–30. [Pas de DOI disponible]
51. Meher, L. C., Vidya Sagar, D., & Naik, S. N. (2006). Technical aspects of biodiesel production by transesterification—a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 10(3), 248–268. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2004.09.002>
52. Mittelbach, M. (1996). *Diesel fuel derived from vegetable oils, VI: Specifications and quality control of biodiesel*. *Bioresource Technology*, 56(1), 7–11. [https://doi.org/10.1016/0960-8524\(95\)00174-3](https://doi.org/10.1016/0960-8524(95)00174-3)
53. Naik, S. N., Goud, V. V., Rout, P. K., & Dalai, A. K. (2010). Production of first and second generation biofuels: A comprehensive review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 14(2), 578–597. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2009.10.003>
54. Perrin, D. D., & Armarego, W. L. F. (1980). *Purification of laboratory chemicals* (2nd ed.). Pergamon Press.
55. Perrin, D. D., Armarego, W. L. F., & Perrin, D. R. (1980). *Purification of Laboratory Chemicals*, 3rd Edition, Pergamon Press, Oxford. ISBN: 9780080224083.
56. Prat, D., & Pardos, M. (2013). The industrial production of biodiesel from jatropha oil: A review. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining*, 7(5), 572–581. <https://doi.org/10.1002/bbb.1399>
57. Ramos, M. J., Fernández, C. M., Casas, A., Rodríguez, L., & Pérez, Á. (2009). Influence of fatty acid composition of raw materials on biodiesel properties. *Bioresource Technology*, 100(1), 261–268. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.06.039>
58. Rashid, U., Anwar, F., Moser, B. R., & Knothe, G. (2008). Moringa oleifera oil: A possible source of biodiesel. *Bioresource Technology*, 99(17), 8175–8179. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.03.066>
59. Sharma, R., Chhibber, S., & Singh, A. (2006). *Lipid extraction from green leaves for biofuel production: A new approach*. *Journal of Renewable Energy*, 31(10), 1541–1546.

RÉFÉRENCES

60. Sharma, Y. C., Singh, B., & Upadhyay, S. N. (2006). Advancements in development and characterization of biodiesel: A review. *Fuel*, 87(12), 2355–2373. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2007.01.010>
61. Van Gerpen, J., Shanks, B., Pruszko, R., Clements, D., & Knothe, G. (2004). *Biodiesel production technology*. National Renewable Energy Laboratory. <https://www.nrel.gov/docs/fy04osti/36244.pdf>
62. Zhang, Y., Dube, M. A., McLean, D. D., & Kates, M. (2003). Biodiesel production from waste cooking oil: 1. Process design and technological assessment. *Bioresource Technology*, 89(1), 1–16. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(03\)00040-3](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(03)00040-3)

ANNEXES

Annexes

1. Tableaux Comparatifs

Tableau 1 : Comparaison des rendements en huile de différentes plantes oléagineuses

| Plante | Rendement en huile (kg/ha) | Type d'huile | Application principale |
|---------------------------------------|----------------------------|-----------------|----------------------------------|
| Luzerne (<i>Medicago sativa</i>) | 120-150 | Huile de graine | Biodiesel, alimentation animale |
| Colza (<i>Brassica napus</i>) | 400-500 | Huile de colza | Biodiesel, alimentation humaine |
| Soja (<i>Glycine max</i>) | 450-550 | Huile de soja | Biodiesel, alimentation humaine |
| Palme (<i>Elaeis guineensis</i>) | 3000-4000 | Huile de palme | Biodiesel, produits alimentaires |

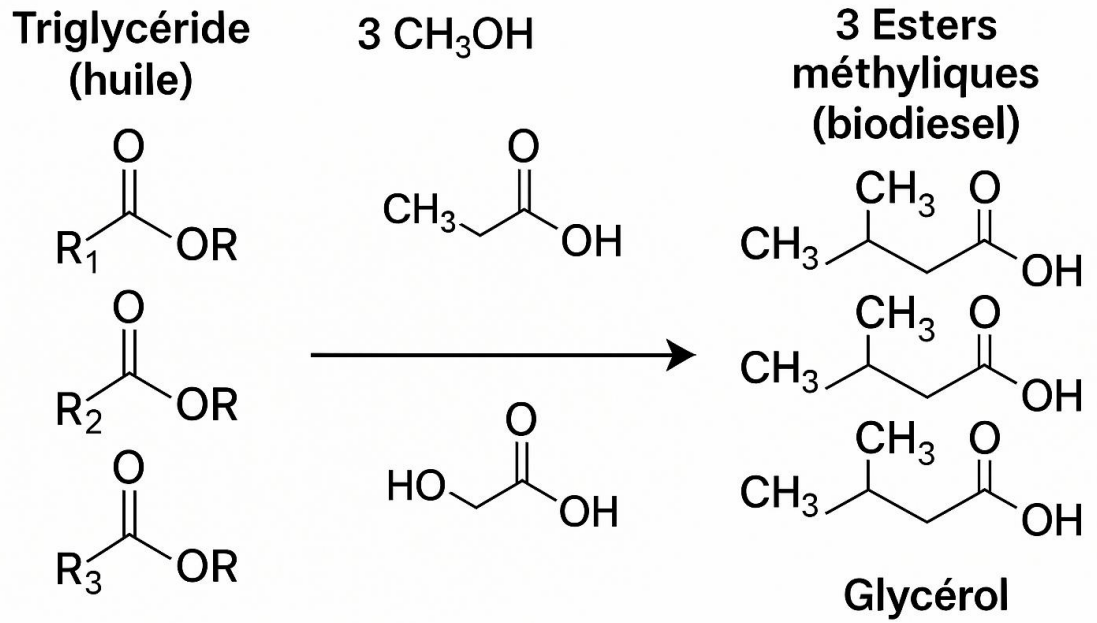
Tableau 2 : Comparaison des propriétés physico-chimiques du biodiesel produit à partir de différentes huiles végétales

| Propriété | Luzerne | Colza | Soja | Palme |
|--------------------------------|---------|-------|------|-------|
| Densité (g/cm ³) | 0.86 | 0.87 | 0.88 | 0.89 |
| Viscosité (mm ² /s) | 4.4 | 4.1 | 4.0 | 4.2 |
| Indice de cétane | 55 | 51 | 53 | 49 |
| Point d'éclair (°C) | 135 | 150 | 145 | 150 |

2. Représentations Schématiques des Processus Chimiques

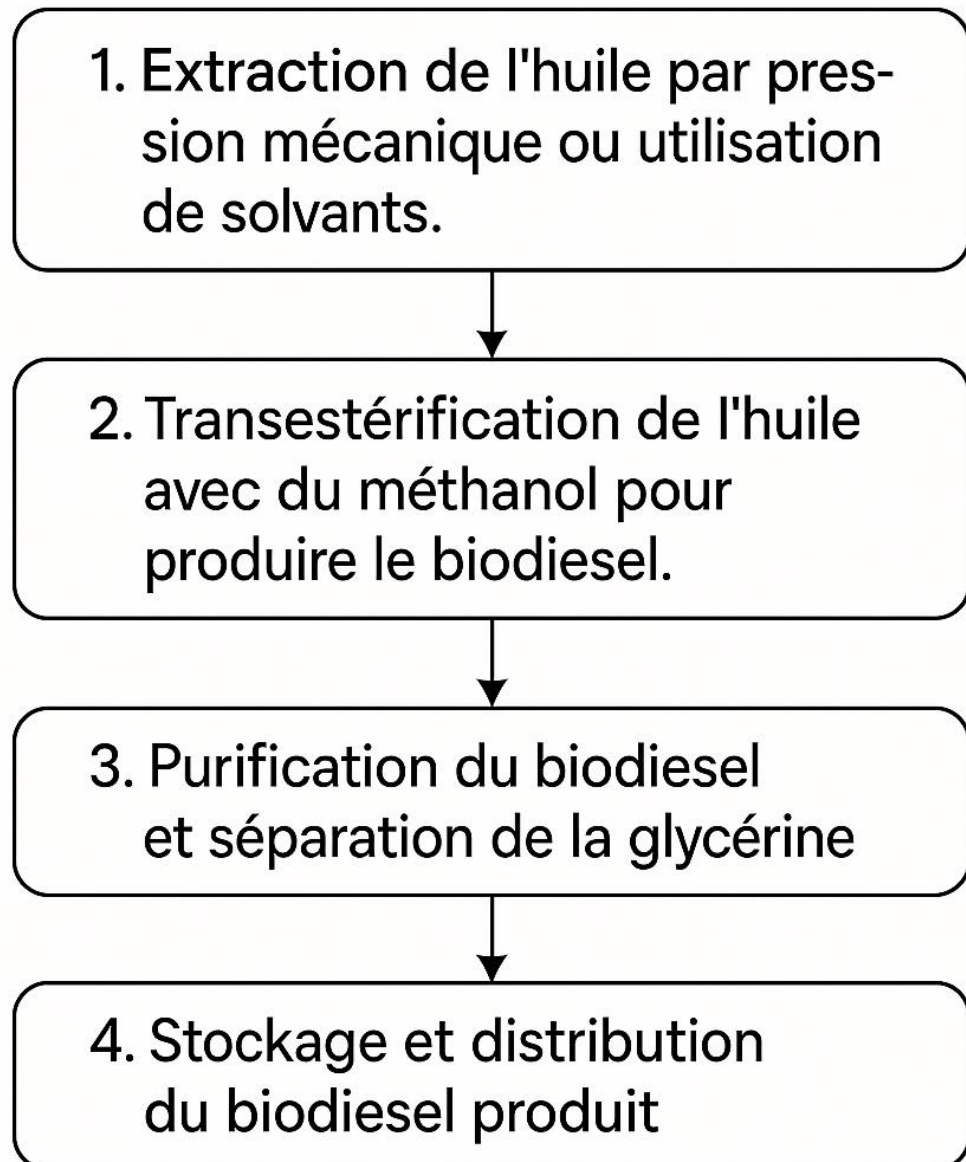
Figure 1 : Schéma de la transestérification des triglycérides avec du méthanol

- Cette figure montre la réaction chimique entre un triglycéride (huile végétale) et de l'alcool (méthanol) pour produire des esters méthyliques (biodiesel) et du glycérol comme sous-produit.



- **Réactifs** : Triglycérides (huile), méthanol
- **Catalyseur** : Base (NaOH ou KOH)
- **Produits** : Biodiesel (esters méthyliques), glycérol

Figure 2 : Processus industriel de production de biodiesel à partir de l'huile de luzerne



3. Cartes de Répartition Géographique de la Luzerne

Carte 1 : Répartition géographique de la luzerne dans le monde

Cette carte présente la répartition géographique de la luzerne dans les principales régions agricoles où elle est cultivée. La luzerne est une culture bien adaptée aux zones tempérées et arides, comme l'Amérique du Nord, l'Australie, le Moyen-Orient et certaines régions de l'Asie centrale.

Carte 1: Répartition géographique de la luzerne dans le monde

