

UNIVERSITÉ LIBRE DE BRUXELLES

Ecole Interfacultaire de Bioingénieurs

**MISE AU POINT DE METHODES DE CARACTERISATION DE L'HUILE
DE *JATROPHA CURCAS L.* AU MALI, ETUDE DES CAPACITES
LOCALES D'ANALYSE ET APPUI A L'ELABORATION D'UN PLAN
D'ANALYSE POUR LE PROJET ALTERRE**

Mémoire de Fin d'Études présenté par Amandine CAPRASSE
en vue de l'obtention du Master en Bioingénieur : chimie et bio-industries

Directeur de Mémoire : Prof. Benoît HAUT
Service TIPs

Encadrement : Dr. Laure Martinelli
Laurent Spreutels

Année académique 2009-2010

Ma ko bè don n'ga i ko bè don tè

On peut avoir un savoir mais pas tout le savoir
(Proverbe bambara, Mali)

Pyĩrkānnāā Pɔrɔ Jūpānnā nā

Savoir faire vaut mieux que savoir parler
(Proverbe senoufo, Mali)

ABSTRACT

The fight against poverty and the access to energy constitute a major concern for developing countries and particularly for the sub-Saharan countries such as Mali. In a context of economic development and energy autonomy, biofuels represent an opportunity of development for the rural populations of those countries. The NGO GERES set up on this background a research cooperation project in South-East Mali, based on the use of *Jatropha curcas L.* in the energy industry. The oil extracted from *Jatropha curcas L.* is now used as a biofuel which made this tree famous to public.

This work is integrated into the project of the NGO GERES and is focused on the study of the *Jatropha curcas L.* oil quality. This oil is meant to be used in the diesel engines.

At first, the critical physicochemical characteristics of oil are identified and the corresponding protocols of analysis are developed. Then, the methods of analysis of these parameters are tested and validated in Mali. Experiments concerning *Jatropha curcas L.* oil and seeds stability are also undertaken. They highlight the influence of the storage conditions on the *Jatropha curcas L.* oil and seeds degradation.

In parallel, a study of the analysis possibilities is carried out in Mali. It allows us to list the local actors that are able to contribute closely or by far to the analysis of the *Jatropha curcas L.* oil.

At last, this thesis draws up a plan of analysis for the project and contributes to set up a quality control of the *Jatropha curcas L.* oil managed exclusively by the local actors.

REMERCIEMENTS

Par leur aide, leurs conseils, leur soutien, et plus généralement le temps précieux qu'ils m'ont consacré, ils ont contribué à la réalisation de mon Mémoire. Je souhaite donc remercier chaleureusement les personnes suivantes

Le Professeur Benoit Haut,
Mon Promoteur académique

Le Dr Laure Martinelli et Laurent Spreutels,
Mes encadrants journaliers

Géraldine Bruggeman-Pallièrre et Benjamin Pallièrre,
Chargés de mission GERES au Mali

Le Professeur Claudine Buess-Herman (Service Chimie Analytique et Chimie des Interfaces, ULB),

Le Professeur Philippe Bogaerts (Service Biosystèmes, Biomodélisation et Bioprocédés, ULB),

Le Professeur Luc Segers (Service Matières et Matériaux, ULB),

Le Professeur Pierre Duez (Service Pharmacognosie, Bromatologie et Nutrition Humaine, ULB),

Eric Schmitz, Anne Laurent, Jennifer Christophe, Eléonore Triffaux et François Dabeux.

Le voyage au Mali réalisé dans le cadre de ce mémoire a été rendu possible grâce à l'intervention financière du Conseil interuniversitaire de la Communauté française de Belgique et la Commission Universitaire pour le Développement¹.

¹ Site officiel : www.cud.be

TABLE DES MATIERES

LISTE DES ACRONYMES ET ABREVIATIONS	8
PREMIERE PARTIE : CADRE, OBJECTIFS, STRATÉGIES	
1. CADRE DU PRESENT TRAVAIL	9
1.1. Les agrocarburants : une opportunité de développement en zone rurale.....	9
1.2. Le projet ALTERRE.....	11
2. OBJECTIFS	13
3. STRATEGIES.....	14
DEUXIÈME PARTIE : LE <i>JATROPHA CURCAS L.</i>	
1. DESCRIPTION DU <i>JATROPHA CURCAS L.</i>	15
1.1. Description botanique.....	15
1.2. Répartition géographique du <i>Jatropha curcas L.</i>	16
2. UTILISATIONS DU <i>JATROPHA CURCAS L.</i>.....	17
2.1. Utilisations traditionnelles.....	17
2.1.1. Les haies.....	17
2.1.2. Les vertus médicinales.....	17
2.1.3. La production de savon.....	18
2.2. L'huile de jatropha en tant qu'agrocarburant.....	18
3. EXTRACTION DE L'HUILE DE JATROPHA	19
3.1. Pressage mécanique de l'huile de jatropha.....	20
3.2. Traitements de l'huile brute de jatropha.....	22
4. CARACTERISTIQUES DE L'HUILE DE JATROPHA	24
4.1. Composition.....	24
4.2. Propriétés physico-chimiques de l'huile de jatropha.....	25
5. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE DE JATROPHA	27
5.1. Identification des paramètres clefs.....	27
5.1.1. Indice d'acide.....	27
5.1.2. Teneur en eau.....	28
5.1.3. Teneur en phospholipides.....	28
5.1.4. Indice peroxyde.....	30
5.2. Mesure de la teneur en eau de l'huile de jatropha.....	30
5.2.1. Méthode à l'étuve.....	30
5.2.2. Méthode Karl-Fischer.....	31
5.2.3. Comparaison des 2 méthodes.....	31
5.3. Mesure de la viscosité.....	32
5.4. Conclusions.....	35
6. ANALYSE CHIMIQUE DES GRAINES DE JATROPHA	36

6.1. Détermination de la teneur en eau des graines de jatropha	36
6.1.1. Méthode à l'étuve	37
6.1.2. Méthode Karl-Fischer	37
6.1.3. Comparaison des 2 méthodes	37
6.2. Détermination de la teneur en huile des graines de jatropha.....	38
7. CONCLUSIONS.....	39
TROISIÈME PARTIE : ANALYSE DES CAPACITÉS LOCALES D'ANALYSE	
1. DEMARCHE.....	40
2. POSSIBILITES D'ANALYSE.....	40
2.1. A Koutiala.....	40
2.2. A Bamako	41
2.3. A Ségou	41
3. ANALYSES REALISEES A KOUTIALA	41
3.1. Etude de l'altération chimique de l'huile de jatropha	42
3.1.1. Oxydation des acides gras	42
3.1.2. Altération hydrolytique	44
3.1.3. Influence du matériau : expérience des 3 cuves	44
3.1.4. L'huile de jatropha au contact de l'air	48
3.1.5. Conclusions des deux expériences	51
3.2. Mesure de la teneur en huile des graines et tourteaux de jatropha.....	51
3.2.1. Teneur en huile des tourteaux.....	51
3.2.2. Teneur en huile des graines	52
3.3. Mesure de l'acidité des graines de jatropha	53
3.4. Conclusions	54
QUATRIÈME PARTIE : APPUI À L'ÉLABORATION D'UN PLAN D'ANALYSE POUR LE PROJET ALTERRE	
1. PROBLEMATIQUE	55
2. POSSIBILITES D'ANALYSES POUR LE PROJET ALTERRE.....	55
2.1. Critères de sélection.....	56
2.2. Appel à un laboratoire prestataire de services local	56
2.2.1. A Bamako.....	56
2.2.2. A Ségou.....	57
2.2.3. Conclusions.....	58
2.3. Construction d'un nouveau laboratoire	58
2.4. Equipement d'un laboratoire préexistant.....	58
2.5. Conclusions	59
CINQUIÈME PARTIE: CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	
1. CONCLUSIONS.....	61
2. PERSPECTIVES	62
ANNEXES	63
BIBLIOGRAPHIE	90
TABLE DES ILLUSTRATIONS	96

LISTE DES ACRONYMES ET ABREVIATIONS

- ACP-UE : Afrique – Caraïbes – Pacifique – Union européenne
- ALTERRE : Agrocarburants Locaux, Territoire Rural et Energie
Projet lancé à l’initiative de l’ONG GERES, en partenariat avec l’ONG AMEDD, visant à accompagner les paysans maliens dans la production d’huile de *Jatropha curcas L.* pour le développement local de services énergétiques au Mali.
- AMEDD : Association Malienne d’Eveil au Développement Durable
Organisation non gouvernementale malienne créée en 1996
www.ameddmali.org
- CIRAD : Centre de recherche français qui répond, avec les pays du Sud, aux enjeux internationaux de l’agriculture et du développement
www.cirad.fr
- CGS : ancien système d’unités de mesures physiques où les unités de base sont le centimètre, le gramme et la seconde
- COFRAC : Comité français d’accréditation
- GERES : Groupe Energies Renouvelables, Environnement et Solidarités
Organisation non gouvernementale française créée en 1976.
www.geres.eu
- HVP : Huile Végétale Pure
- IRAM : Institut de Recherche et d’Application des Méthodes de développement (France).
Bureau d’études travaillant dans le domaine de la coopération internationale depuis 1957.
www.iram-fr.org
- Mtoe : Million tonnes of oil equivalent
(correspond à « Mtep » : Million de tonnes équivalent pétrole)
- PET : Polyéthylène Téréphtalate
- PEHD : Polyéthylène Haute Densité
- PIB : Produit Intérieur Brut
- RIAED : Réseau International d’Accès aux Energies Durables
consulter www.riaed.net
- SSD Yéelen Kura : Société de Services Décentralisés Yéelen Kura
Société malienne fournisseur de services énergétiques aux ménages ruraux de la zone de Koutiala
www.yeelenkura.com

PREMIERE PARTIE

CADRE, OBJECTIFS, STRATEGIES

1. CADRE DU PRESENT TRAVAIL

1.1. Les agrocarburants : une opportunité de développement en zone rurale

En septembre 2000, lors du Sommet du Millénaire, l'Assemblée Générale des Nations Unies adopte la « Déclaration du Millénaire ». Les dirigeants mondiaux s'allient et s'accordent autour des « Objectifs du Millénaire pour le Développement » [1]. Au nombre de huit, ces objectifs engagent les politiques à s'attaquer notamment à l'insuffisance des revenus, à l'éradication de la faim, aux inégalités sociologiques hommes-femmes et à la dégradation de l'environnement [2]. L'élimination de l'extrême pauvreté est, d'après l'organisation, un défi important à relever et l'une des principales préoccupations de la communauté internationale. Selon Louis Michel, ancien commissaire européen au Développement et à l'Aide humanitaire et actuel co-président de l'Assemblée Parlementaire Paritaire ACP-UE, l'accès à l'énergie est identifié comme l'un des vecteurs principaux en Afrique de croissance économique, de développement social et par conséquent de réduction de la pauvreté [3]. En effet, la croissance économique, le développement des entreprises et la création de nouvelles activités génératrices de revenus reposent sur un meilleur accès aux services énergétiques [4].

L'accès à l'énergie et la lutte contre la pauvreté constituent donc une préoccupation majeure pour les pays en voie de développement et plus particulièrement pour les pays de l'Afrique subsaharienne. Cependant, ces pays ont beau disposer d'un potentiel énergétique durable important (solaire, hydroélectrique,...), leur développement s'est essentiellement basé jusqu'à présent sur l'exploitation de ressources non renouvelables telles que les produits pétroliers et la biomasse (Figure 1). Par conséquent, outre le déséquilibre induit dans leur balance commerciale, l'impact environnemental s'est traduit par une fragilisation des écosystèmes forestiers et une dégradation des terres [5].

Dans un contexte de développement économique, d'autonomie énergétique et de lutte contre le réchauffement climatique, les agrocarburants représentent pour les pays en développement une alternative séduisante à l'utilisation des énergies fossiles telles que le pétrole [6]. Tantôt contestés au Nord parce qu'affectant la souveraineté alimentaire et la préservation de l'environnement ainsi que de la biodiversité, les agrocarburants représentent pour les populations rurales des pays du Sud une opportunité de développement non négligeable [7].

C'est sur cette toile de fond que l'ONG GERES, a.s.b.l. créée en 1976, agit en France ainsi que dans 9 autres pays situés en Afrique et en Asie. Le but de GERES est de promouvoir l'efficacité énergétique et l'utilisation des énergies renouvelables afin de préserver environnement et ressources naturelles tout en offrant un levier de développement durable [8].

Depuis 2007, cette ONG mène au Mali, un pays durement touché par la pauvreté (Tableau 1), un projet de recherche et de coopération au développement basé sur l'utilisation de filières énergétiques locales à base d'agrocarburants. Avec un taux de croissance plus de trente fois supérieur à celui de la Belgique [11], le Mali devra redoubler d'efforts afin d'augmenter sa production agricole qui peine déjà à satisfaire les besoins alimentaires du pays.

LE MALI EN QUELQUES CHIFFRES

- 14 500 000 habitants
- Taux de croissance de la population : 2,6 %
- Parmi les 25 pays les plus pauvres
 - 51 % de la population vit sous le seuil de pauvreté (< 1,25 \$/jour)
 - 80 % de la population travaille dans le secteur agricole
 - L'agriculture génère 37 % du PIB

Tableau 1 : Données statistiques sur le Mali [9] - [13]

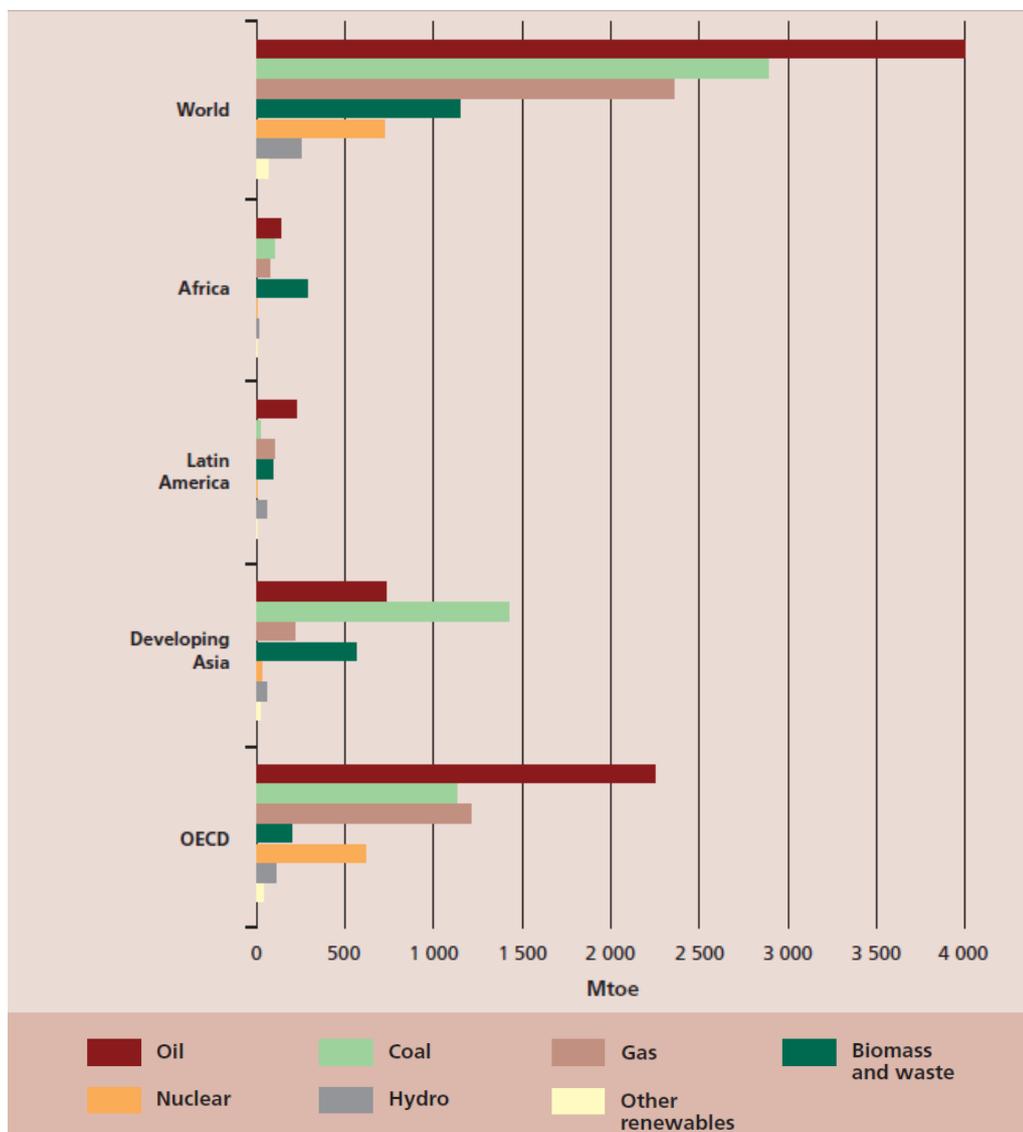


Figure 1 : Demande d'énergie primaire totale par source et par région du monde en 2005 [14].

1.2. Le projet ALTERRE

Ce mémoire s'intègre dans le projet de recherche et de coopération au développement mené au Mali à l'initiative de l'ONG GERES, le projet ALTERRE.

Dans le cadre de ce projet, les activités de l'ONG s'articulent suivant 2 lignes directrices :

- la recherche et l'action sur les filières de proximité agrocarburant à base de *Jatropha curcas L.*, un arbuste dont les graines sont particulièrement oléagineuses²
- l'accès à l'énergie pour le développement des activités économiques rurales

Plus précisément, le projet ALTERRE, mis en place par l'ONG GERES et réalisé en partenariat avec l'ONG malienne AMEDD et le bureau d'étude associatif IRAM, vise à accompagner la production d'huile de *Jatropha curcas L.* pour l'électrification des zones rurales et le développement de services énergétiques tels que les moulins à céréales et le pompage d'eau.

La zone d'action du projet ALTERRE correspond au vieux bassin cotonnier au Sud-Est du Mali (Figure 2).

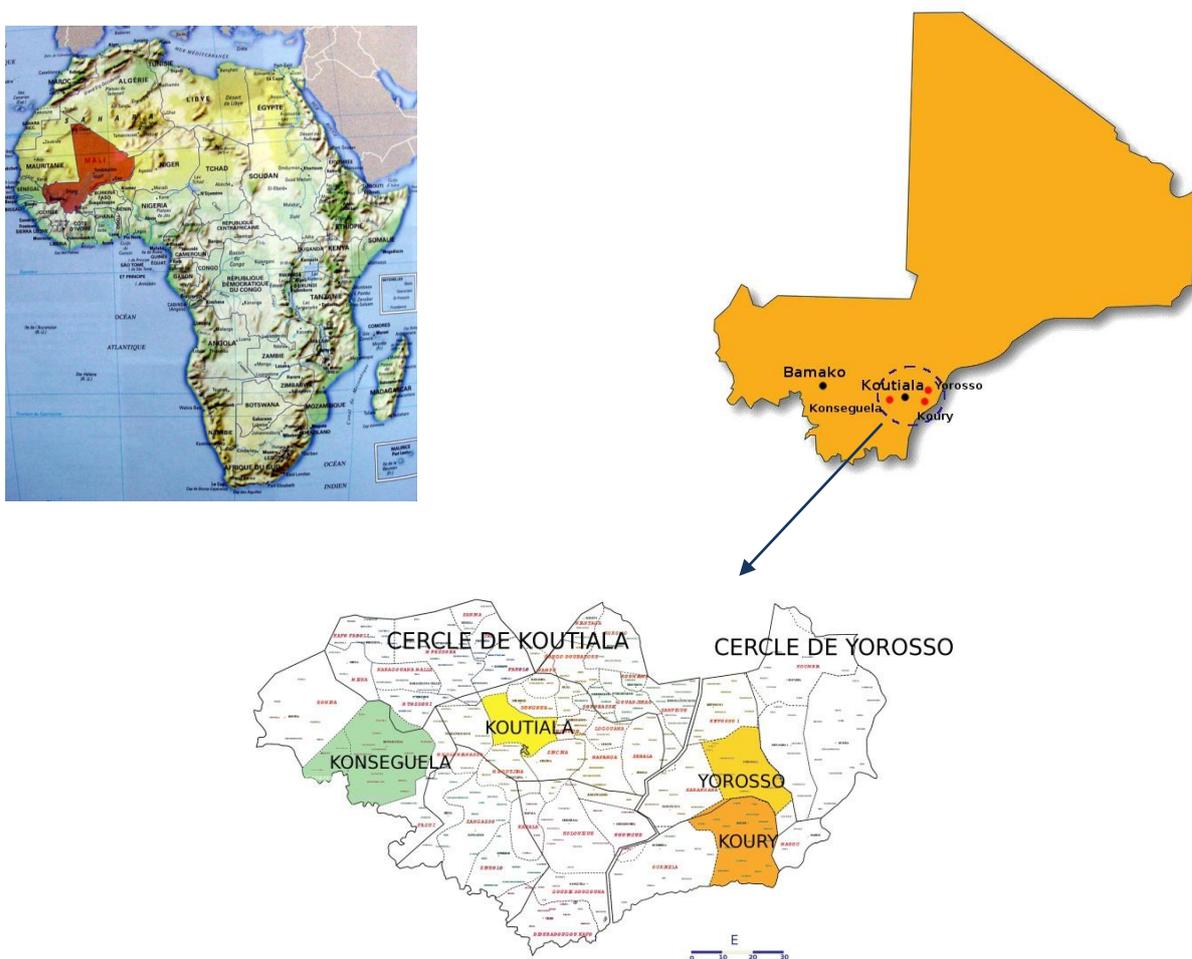


Figure 2 : Implantation de la zone du projet ALTERRE [15]

GERES Mali, dont le siège se situe à Koutiala, accompagne les paysans maliens dans la culture du jatropha dans trois communes : Konseguela, Yoroosso et Koury.

² Pour de plus amples détails, se référer à la deuxième partie « Le *Jatropha curcas L.* ».

Le développement de la filière coton a contribué dans cette région tout d'abord à son essor économique, faisant notamment de Koutiala la 2^{ème} ville industrielle du pays après la capitale Bamako, mais a également permis aux agriculteurs d'accéder à des équipements mécanisés [16]. Néanmoins, la crise que traverse actuellement ce secteur incite les paysans à diversifier leurs sources de revenus. En effet, le développement agricole du Mali a longtemps reposé sur la filière coton, les revenus liés à son exploitation permettant de financer les cultures vivrières et les investissements collectifs. Cependant, depuis quelques années, le secteur de l'or blanc est secoué par une forte crise résultant notamment de la chute du cours du coton sur le marché mondial, de la baisse des rendements de production ainsi que de problèmes d'organisation de la filière [17]. Ainsi, la production du coton au Mali est passée de 620 000 tonnes pour la campagne 2003-2004 à 250 000 tonnes en 2008-2009 [9]. Générer de nouvelles sources de revenus est par conséquent crucial pour les paysans du Sud Est du Mali ; l'exploitation du *Jatropha curcas L.* pourrait répondre à ces attentes.

SA FILIERE DE PROXIMITE DURABLE...

Le projet ALTERRE a donc pour objectif le développement pérenne de filières agrocarburants à base de *Jatropha curcas L.* afin de développer les services énergétiques en zone rurale. Le projet vise également à mettre en place une filière dite de proximité en s'appuyant sur une organisation spatiale restreinte. Ainsi, la production des graines de *Jatropha curcas L.*, l'extraction de l'huile végétale et son utilisation par les services énergétiques locaux s'associent toutes les trois sur un même territoire géographique de moins de 20km de rayon. De plus, les itinéraires techniques pratiqués répondent à des pratiques locales peu énergivores (plants produits en pépinières paysannes et travail du sol manuel ou par traction animale) et respectueuses de l'environnement (absence de traitement chimique contre les nuisibles) [7] [18].

... ET SON PARTENARIAT AVEC UN OPERATEUR D'ELECTRIFICATION RURALE.

Lorsque l'huile est extraite, celle-ci se substitue au gazole utilisé pour le fonctionnement des moteurs de moulins à céréales et des groupes électrogènes. Le projet s'appuie d'ailleurs sur la présence d'un opérateur d'électrification rurale, la SDD Yéelen Kura, qui dispose d'une technologie mixte (solaire et groupes électrogènes). L'accompagnement des acteurs de l'électrification décentralisée basée sur des micro-réseaux à partir d'énergies renouvelables est également une condition *sine qua non* à la pérennisation de la filière mise sur pied.

UN PROJET QUI N'EST PAS AXE UNIQUEMENT SUR LA TECHNIQUE

Valider techniquement une filière est largement insuffisant pour assurer sa viabilité. Encore faut-il que celle-ci soit structurée d'une manière à ce que chaque acteur s'y retrouve, volontairement (via un processus accepté par tous) ou non (dans un cadre plus réglementaire davantage régi par le rapport de force). Cherchant à privilégier la première option, le projet ALTERRE a décidé de mettre en place des cadres de concertation, lieux de réflexion et d'échanges des connaissances entre les différents acteurs, essentiels à une gestion optimale de la filière en accord avec les besoins locaux. GERES, en partenariat avec l'ONG malienne AMEDD, réalise l'accompagnement technique, organisationnel et financier des acteurs [19].

UN PROJET PILOTE

Enfin, il est important de préciser que le projet mené par GERES au Mali s'inscrit dans un cadre stratégique de recherche-action. Celui-ci a pour objectif de valider le modèle de filière de proximité appliqué au *Jatropha curcas L.* dans les trois communes d'action du projet ALTERRE et ensuite de diffuser ce modèle dans de nombreuses communes de la zone. Par conséquent, cela suppose non seulement de mettre en place la filière, mais également de l'analyser le plus objectivement possible pour comprendre ses atouts et défauts. Les résultats obtenus serviront de valeurs référentielles et pourront être utilisés par d'autres projets.

2. OBJECTIFS

Le projet ALTERRE, conduit en recherche-action, se divise en 9 volets. Ceux-ci concernent aussi bien l'accompagnement technique et organisationnel de la filière (de la production des graines de *Jatropha curcas L.* en milieu paysan jusqu'au développement de l'offre sous forme de services énergétiques) que le suivi évaluation et la capitalisation des résultats et méthodologies employées.

Le travail réalisé dans le cadre de ce mémoire s'inclut dans le 2^{ème} résultat du cadre logique du projet ALTERRE (Annexe A). Plus précisément, ce mémoire consiste à « construire une démarche qualité pour la production et le stockage d'une HVP de "qualité moteur" avec un protocole d'analyse de la qualité de l'huile adapté aux conditions locales ». Lorsque l'huile est extraite des graines de *Jatropha curcas L.*, celle-ci est destinée à se substituer au carburant utilisé dans les moteurs diesel existants ou à venir (moteurs de moulins à céréales ou de groupes électrogènes en vue de l'électrification rurale). Par conséquent, l'huile végétale pure extraite des graines de *Jatropha curcas L.* doit répondre à certains critères de qualité en vue d'être utilisée correctement dans les moteurs.

Ce mémoire, qui contribue donc à clarifier en partie la 2^{ème} composante du cadre logique du projet ALTERRE, s'articule autour de trois objectifs principaux.

Tout d'abord, des méthodes de caractérisation de l'huile de *Jatropha curcas L.* seront élaborées. Afin de remplir ce premier objectif, une prospection des paramètres critiques de l'huile de *Jatropha curcas L.* influant sur sa qualité sera, dans un premier temps, menée en Belgique. Ensuite, des protocoles simples d'analyse portant sur les paramètres identifiés seront mis au point afin que ces premiers soient reproductibles avec les infrastructures et le matériel disponibles au Mali.

Dans un deuxième temps, il conviendra de valider sur place les méthodes d'analyse de l'huile élaborées. En parallèle, une étude des capacités locales d'analyse sera menée afin de répertorier tous les acteurs locaux nécessaires au bon déroulement d'une analyse.

Enfin, ce mémoire a pour objectif d'élaborer un plan d'analyse pour le projet ALTERRE afin de définir conjointement qui à l'avenir effectuera les analyses pour le projet ALTERRE. Cette 3^{ème} étape débouchera également sur un ensemble de recommandations afin que l'ONG GERES soit à même de gérer au mieux cette composante du projet dans le futur.

3. STRATEGIES

Afin de mener à bien ces trois objectifs, des recherches bibliographiques orientées sur l'utilisation de l'huile de jatropha dans les moteurs sont tout d'abord menées en Belgique. Lorsque les paramètres relatifs à la qualité de l'huile de jatropha sont identifiés, ce travail vise à examiner différents protocoles spécifiques à l'analyse de ces dits paramètres dans les corps gras³. Cette démarche s'effectue d'une manière non exhaustive dans la mesure où l'accessibilité aux protocoles d'analyse s'avère parfois limitée par un droit d'accès payant.

Ensuite, ce mémoire dresse dans la troisième partie un inventaire des différents intervenants locaux qui pourraient contribuer de près ou de loin à l'élaboration d'un plan d'analyse pour le projet ALTERRE (fournisseurs de produits chimiques, laboratoires d'analyse, prestataires de services,...). Cette étude se focalise tout d'abord sur Koutiala, ville où siège le bureau de représentation GERES au Mali et où un séjour de 3 mois (février à mai 2010) est effectué. Une investigation est également conduite à Bamako ainsi qu'à Ségou, ville située à mi-chemin entre Bamako et Koutiala.

Enfin, afin de définir un plan d'analyse pour le projet ALTERRE, ce travail établit dans la quatrième partie une liste de critères de sélection nous permettant de comparer les différents acteurs locaux sur base notamment de leur disponibilité en matériel, de la motivation et des compétences de leurs laborantins. Au terme de cette étude, nous serons en mesure de proposer à GERES un plan qui leur permettra d'effectuer à l'avenir les analyses adéquates avec un financement minimal, une garantie de fiabilité des résultats la plus élevée et des délais d'analyse les plus courts possibles.

³ « Substance naturelle ou élaborée, d'origine animale ou végétale, contenant principalement des triglycérides » (définition COFRAC)

DEUXIEME PARTIE

LE *JATROPHA CURCAS L.*

La deuxième partie de ce mémoire a pour but de présenter le *Jatropha curcas L.* par le biais tout d'abord d'une description botanique de la plante et de sa répartition géographique. Ensuite, nous aborderons les principales utilisations de l'huile de *Jatropha curcas L.* et nous nous focaliserons sur son potentiel en tant qu'agrocaburant. A ce titre, nous évoquerons dans un premier temps les techniques d'extraction de l'huile de *Jatropha curcas L.* ainsi que les caractéristiques physico-chimiques de l'huile. Dans un deuxième temps, nous identifierons les paramètres critiques de l'huile de *Jatropha curcas L.* influant le plus sur l'utilisation de l'huile dans les moteurs diesel. Il résultera de cette partie du travail la mise au point de protocoles d'analyse de l'huile reproductibles dans les conditions locales d'analyse au Mali. Enfin, nous aborderons les analyses chimiques réalisées sur des graines de *Jatropha curcas L.*

1. DESCRIPTION DU *JATROPHA CURCAS L.*

1.1. Description botanique

Le *Jatropha curcas L.* est un arbuste résistant à la sécheresse dont la hauteur moyenne s'élève à 4 mètres [20]. Le genre *Jatropha* appartient à la famille des *Euphorbiaceae* et ne compte pas moins de 170 espèces dont le *Jatropha curcas L.*, espèce d'un intérêt particulier dans le cadre de ce travail. Le *Jatropha curcas L.* (Figure 3 & Figure 4) possède des feuilles d'une longueur de 6 à 15 cm et de 5 à 7 lobes.

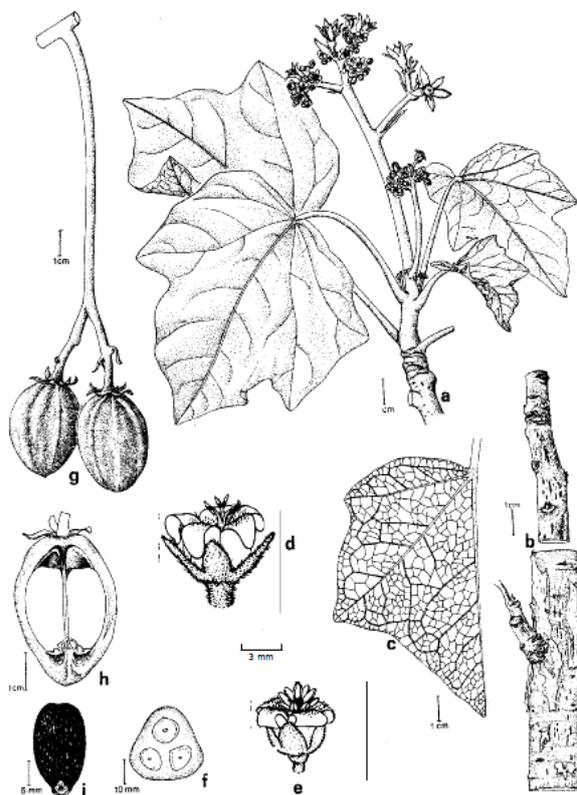


Figure 3 : Représentation des parties du *Jatropha curcas L.* [21]

a : branche, b : écorce, c : feuille, d : fleur femelle,
e : fleur mâle, f : coupe transversale d'un fruit,
g : fruit, h : coupe longitudinale d'un fruit, i : graine

L'arbuste est caduc et perd habituellement ses feuilles durant la saison sèche. La floraison se déroule principalement durant la saison humide, soit de juin à septembre au Mali. La pollinisation est réalisée par les insectes. La plante est monoïque⁴ et les fleurs sont unisexuelles [21]. Les fruits produits par l'arbuste contiennent de 1 à 3 graines. Celles-ci, de forme ellipsoïde, sont de couleur noire et mesurent environ 2cm de longueur et 1cm d'épaisseur. Les graines deviennent matures lorsque la couleur du fruit vire du vert au jaune (Figure 5). Le *Jatropha curcas* L. est une plante pérenne. Sa durée de vie dépasse les 50 ans et la production de fruits débute à partir de la 2^{ème} ou 3^{ème} année [22], [23].



Figure 4 : *Jatropha curcas* L. cultivé en champ [24]



Figure 5 : Fruits et graines de *Jatropha curcas* L. [25]

1.2. Répartition géographique du *Jatropha curcas* L.

Le *Jatropha curcas* L. est une plante sauvage dont l'origine géographique précise n'a toujours pas été identifiée. Martin et Mayeux [26] affirment qu'il tient son origine du Nord-Est du Brésil (Etat de Ceara) tandis que d'autres l'attribuent à l'Amérique centrale [27], [28]. Le *Jatropha curcas* L. a très probablement été répandu aux autres pays d'Afrique et d'Asie par les marins portugais via les îles du Cap Vert à partir du XVI^{ème} siècle [29]. Cet arbuste se distribue aussi bien dans les climats tropicaux que sous-tropicaux (Figure 6) et pousse sous une large gamme de précipitations annuelles (de 250 à 1200mm/an) [30].

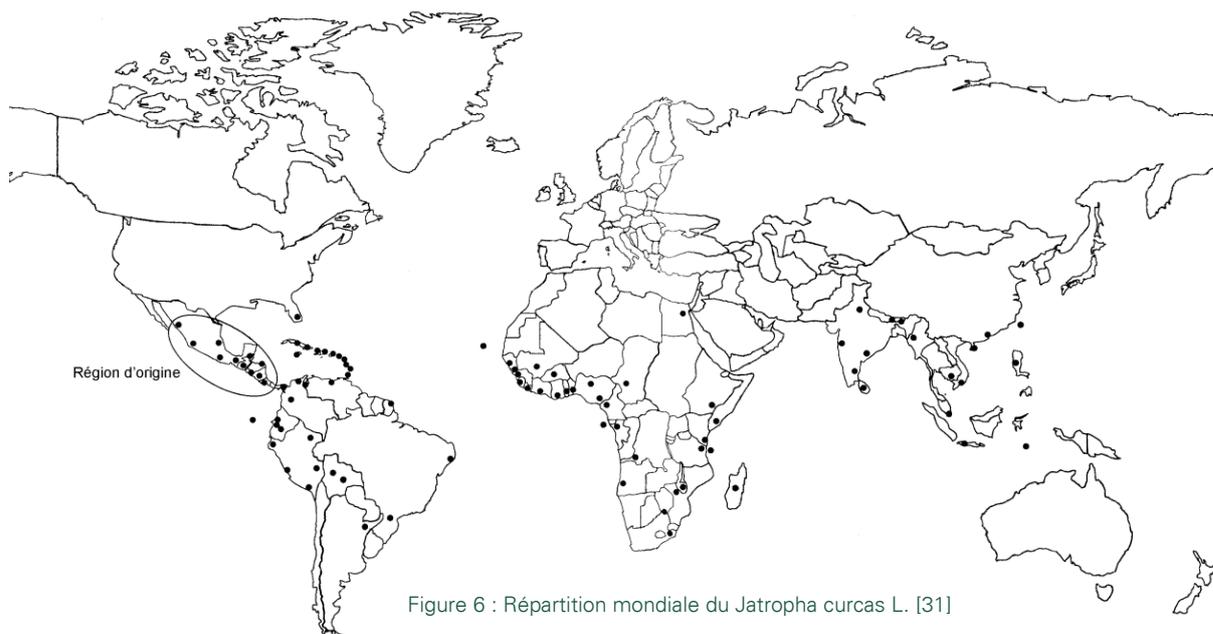


Figure 6 : Répartition mondiale du *Jatropha curcas* L. [31]

⁴ Les fleurs mâles et femelles sont situées sur le même pied.

2. UTILISATIONS DU *JATROPHA CURCAS L.*

Le *Jatropha curcas L.*⁵ est une plante à multiples usages. Il est traditionnellement utilisé en agriculture en tant que haie vive, en médecine, mais également pour la fabrication de savon. Ces dernières années, le regain d'intérêt envers les agrocarburants a dopé la culture du jatropha en vue d'extraire l'huile contenue dans ses graines et de l'utiliser comme carburant.

2.1. Utilisations traditionnelles

2.1.1. Les haies

Le jatropha est communément utilisé en tant que haie vive en pourtour des champs (Figure 7) pour les délimiter mais également pour les protéger des animaux [22]. En effet, les éleveurs laissant leur cheptel errer librement, les cultivateurs doivent empêcher le bétail de pénétrer sur leurs parcelles. De plus, les feuilles et les graines contiennent des substances toxiques telles que la curcine⁶ ou des esters de phorbol empêchant ainsi le bétail de les consommer. Les haies de jatropha permettent aussi de fixer le sol grâce à leur système racinaire et ainsi de le protéger du lessivage par les eaux de pluie. Délimiter un champ par une haie de jatropha aide également à prévenir de l'érosion du vent. Enfin, la haie est un élément essentiel du marquage foncier, particulièrement dans un pays comme le Mali où le cadastre est en cours d'élaboration (mélange de droit moderne et de droit coutumier).



Figure 7 : Haie vive de jatropha d'environ 10 ans au pourtour d'un champ à Kouniana

2.1.2. Les vertus médicinales

Différentes parties du jatropha sont utilisées pour leurs vertus médicinales. L'éthymologie du nom jatropha⁷ reflète d'ailleurs une de ses propriétés principales : la consommation de graines connues pour leur action purgative. Le nom français du jatropha (pourghère) provient d'ailleurs de cette utilisation. Cependant, la toxicité induite par les substances telles que la curcine et les esters de phorbol limite la consommation de graines à de très faibles doses. En bambara (langue nationale du Mali), le jatropha se nomme par ailleurs « bagani » et signifie littéralement « poison ». D'autres applications traditionnelles du jatropha existent et concernent notamment le traitement de rhumatismes grâce à l'huile extraite des graines, l'activité antiseptique suite à la décoction des feuilles et les propriétés coagulantes de la sève [32].

⁵ Par souci de facilité, le terme *Jatropha curcas L.* sera désormais repris sous le nom de « jatropha »

⁶ Toxalbumine (phytotoxine) contenue principalement dans les graines mais également dans le fruit et la sève

⁷ Le nom *Jatropha* dérive du grec *iatros* (le médecin) et *trophê* (la nourriture)

2.1.3. La production de savon

Durant la première moitié du XX^{ème} siècle, des quantités considérables de jatropha étaient produites dans les îles du Cap Vert et exportées vers Lisbonne et Marseille pour l'extraction de l'huile et la fabrication de savon [21]. Au Mali, l'huile de jatropha est actuellement utilisée dans la fabrication artisanale de savon mais son utilisation reste marginale au regard des quantités d'huile de coton utilisées en savonnerie.

2.2. L'huile de jatropha en tant qu'agrocarburant

En 1891, Rudolf Diesel démontra le potentiel agrocarburant des huiles végétales pures (HVP) en faisant tourner son moteur à l'huile de lin [33]. Cependant, les mauvaises propriétés d'écoulement des huiles végétales ont incité les chimistes à les transestérifier et à produire ainsi du biodiesel, moins visqueux. A l'échelle locale et dans une dynamique de développement rural au Mali, produire du biodiesel s'avère beaucoup trop coûteux étant donné que la technique requiert du méthanol devant être importé d'Europe du Nord ou du Nigéria. L'utilisation de l'huile pure doit donc être privilégiée.

Il convient à présent de différencier les deux types de moteur diesel :

- le moteur à injection directe ;
- le moteur à injection indirecte.

En ce qui concerne le moteur à injection directe, utiliser de l'huile végétale pure est envisageable pour autant qu'un dispositif permettant de palier la viscosité de l'huile par préchauffage et qu'un système de bicarburant gazole/huile soient annexés au moteur diesel. La bicarburant est requise étant donné que la température d'auto-inflammation de l'huile est plus élevée que celle du gazole. Lorsqu'un moteur à injection directe est utilisé avec une charge peu élevée, la température de la chambre de combustion est trop basse pour permettre un bon fonctionnement à l'huile. En revanche, au gazole, cela ne pose aucun souci. L'idée est donc de fonctionner au gazole à basse charge et de basculer à l'huile dès que la charge est suffisante. GERES compte d'ailleurs fournir à la société d'électrification Yélen Kura des groupes électrogènes avec un système d'alimentation en bicarburant. Le principe de fonctionnement de la bicarburant consiste à démarrer le moteur du groupe électrogène au gazole, le temps que l'huile de jatropha soit chauffée à partir du circuit d'eau de refroidissement du moteur. Lorsque la température de 60°C est atteinte, et que la charge dépasse 50% de la valeur maximale d'utilisation normale, le groupe bascule et le moteur est alimenté en huile de jatropha. Lors de l'arrêt du moteur, le groupe électrogène repasse en alimentation gazole.

Quant au moteur à injection indirecte, seul l'aspect viscosité reste d'application. En effet, la température dans la pré-chambre de combustion est très élevée et permet un fonctionnement permanent à l'huile de jatropha. En revanche, un système de préchauffage est également requis pour rendre l'huile moins visqueuse.

Il est à noter qu'une adaptation de chaque moteur diesel est inenvisageable, particulièrement auprès des utilisateurs locaux tels que les meuniers. L'utilisation d'un mélange huile de jatropha/gazole sera donc dans ce cas privilégiée en vue de réduire la viscosité de l'huile de jatropha,

Au regard d'autres huiles végétales telles que l'huile de coton, d'arachide, de colza ou de palme, l'huile de jatropha n'est pas comestible⁸. Sa toxicité empêche par conséquent le jatropha d'entrer en concurrence directe avec les cultures destinées notamment au secteur des huiles alimentaires.

Aborder l'huile de jatropha en tant qu'agrocarburant implique tout d'abord d'envisager son potentiel calorifique. Par rapport aux autres carburants traditionnels, les valeurs calorifiques de l'huile de jatropha sont comparables (Tableau 2).

Tableau 2 : Valeur calorifique des graines et de l'huile de jatropha ainsi que de carburants fossiles conventionnels [36]

Paramètre	Valeur calorifique (MJ/kg)
Graines de jatropha	20,852 ± 0,080
Huile de jatropha	37,832 ± 0,084
Mazout	43,158
Pétrole	44,091
Essence	47,127
Gazole	46*

* www.kayelaby.npl.co.uk

Outre le potentiel calorifique, des paramètres chimiques (tels que l'acidité et la teneur en phosphore) mais également physiques (l'aptitude à l'autoinflammation entre autres) influent sur l'utilisation de l'huile de jatropha dans les moteurs. Pouvoir identifier l'influence de ces paramètres est par conséquent primordial pour une utilisation pérenne de l'huile de jatropha en tant qu'agrocarburant. Ce volet important du projet sera abordé dans la section 4 « Caractéristiques de l'huile de jatropha » de cette partie du mémoire. Nous allons maintenant aborder les procédés d'extraction d'huile de jatropha existants.

3. EXTRACTION DE L'HUILE DE JATROPHA

L'étape d'extraction de l'huile de graines oléagineuses est souvent reprise dans l'industrie sous le nom de « trituration des graines oléagineuses ». L'huile brute ainsi extraite est ensuite traitée lors de la seconde étape : le raffinage. Différentes méthodes existent en vue d'extraire l'huile de graines oléagineuses. Celles-ci se regroupent en deux grandes catégories : le pressage mécanique ou l'extraction par solvant. A l'échelle paysanne, le pressage mécanique est privilégié. A l'échelle industrielle, l'extraction par solvant est utilisée car son rendement d'extraction est meilleur. Néanmoins, le coût de cette méthode ainsi que sa dangerosité limitent son utilisation. Les huileries de coton à Koutiala n'utilisent plus ce procédé depuis la fin des années 90 suite à une explosion survenue dans une usine et due à une fuite d'hexane. Par conséquent, nous ne développerons que l'extraction par pressage mécanique.

⁸ Néanmoins, une étude révèle qu'un écotype mexicain semble peu toxique [34]. Des graines de jatropha sont d'ailleurs consommées au Mexique après avoir été grillées [35].

3.1. Pressage mécanique de l'huile de jatropha

Les graines de jatropha ont un contenu en huile variant aux alentours de 35% en masse [53]. Grâce au pressage mécanique, près de 95% de l'huile contenue dans les graines peut être extraite [54]. Les presses mécaniques peuvent être regroupées dans différentes catégories selon trois distinctions : le processus d'extraction est continu ou non, manuel ou mécanisé mais également réalisé à chaud ou à froid⁹ [37].

Le projet ALTERRE a déjà réalisé des essais de pressage à Yorosso à l'aide d'une presse à anneaux. Cette presse fait partie de l'ensemble des presses dites « à vis » qui sont conventionnellement utilisées dans les processus industriels. Le pressage est continu, mécanisé et réalisé à froid si possible. Les presses à vis se présentent sous deux grands types : [23]

- la presse à cylindre perforé
- la presse à anneaux ou à barreaux

Etant donné que le projet ALTERRE et Teriya Bugu¹⁰, partenaire de GERES sur ce projet, utilisent la presse à anneaux (Figure 8) et à barreaux (Figure 9) dans le processus de trituration des graines de jatropha, seul ce type de presse à vis est développé. Ces presses dites « en cage d'écureuil » reposent sur le principe d'utilisation suivant. Durant le processus de pressage, les graines de jatropha sont chargées sur une trémie d'alimentation. Les graines tombent dans une cage où elles sont transportées et écrasées par une vis tournante en direction d'un orifice de sortie. Le rétrécissement de cet orifice induit une compression des graines et une augmentation de la pression régnant dans la presse. Celle-ci peut varier entre 40 et 350 bars [23]. En ce qui concerne la presse à anneaux, la vis tourne dans une cage constituée d'anneaux en acier, dont les écartements sont réglables. Dans la presse à barreaux, la cage est constituée de barreaux horizontaux.

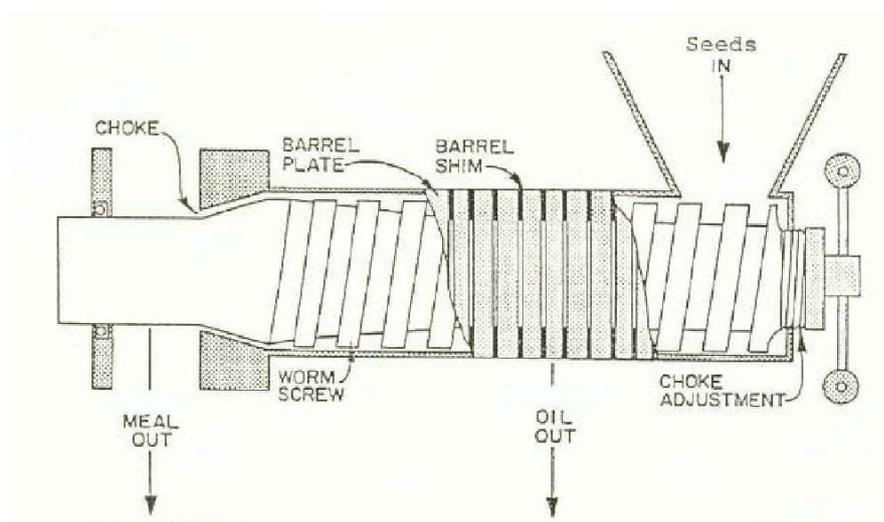


Figure 8 : Presse à anneaux [38]

⁹ Lors d'un pressage à froid, la température ne doit pas excéder 60°C lors du processus d'extraction

¹⁰ Centre de tourisme solidaire et de développement rural situé entre Koutiala et Ségou supervisant également un projet de production d'huile de jatropha (www.teriyabugu.com)



Figure 9 : Presse à barreaux à Teriya Bugu

L'huile s'évacue par les intervalles entre les anneaux ou les barreaux tandis que le tourteau¹¹ s'échappe en forme de chips par l'extrémité réglable de la presse. Plus cette sortie est fermée, plus les tourteaux ont des difficultés à passer, plus la pression augmente et par conséquent, plus le taux d'extraction est élevé. Cependant, avec la pression, la température dans la presse s'élève provoquant ainsi un risque de dégradation de l'huile plus important.

L'efficacité de l'extraction de l'huile par pressage mécanique est affectée par : [37]

- le débit de trituration : exprimé en kg de graines/heure, le débit influe sur le taux d'extraction de l'huile. En effet, un débit plus lent permet une extraction de l'huile plus importante. Ce paramètre varie en fonction de la vitesse de rotation de la vis ;
- la pression : une pression plus élevée permet d'extraire plus d'huile. Ce paramètre peut varier en fonction de la taille de l'orifice de sortie de la presse et de la vitesse de rotation de la vis ;
- le contenu en eau des graines : les graines doivent être séchées après récolte afin que la teneur en eau n'excède pas 6%.

A titre d'information, la presse à barreaux de Teriya Bugu a une capacité de trituration de 130 kg de graines par heure. Quant aux essais de pressage de graines de jatropha réalisés par ALTERRE au mois d'octobre 2009 à l'aide d'une presse à anneaux (Figure 10), ceux-ci ont permis de triturer en moyenne 85 kg de graines de jatropha par heure et de produire 28 litres d'huile de jatropha par heure.



Figure 10 : Presse à anneaux utilisée pour les essais de pressage du projet ALTERRE

¹¹ Résidu solide obtenu après extraction de l'huile. Repris sous le terme « MEAL » dans la Figure 8

3.2. Traitements de l'huile brute de jatropha

Lorsque l'huile brute est extraite des graines, celle-ci contient de nombreuses impuretés telles que des acides gras libres ou des phospholipides, ainsi qu'une teneur en sédiments de 10 à 30%¹². Dans l'industrie des huiles alimentaires, l'étape du raffinage chimique comprenant notamment la neutralisation, le lavage, la décoloration et la désodorisation permet de réduire drastiquement la teneur en impuretés. Ces étapes de traitement chimique sont entrecoupées par des opérations unitaires telles que la centrifugation, le séchage et la filtration afin de séparer l'huile purifiée et les constituants à éliminer.

Au Mali, à l'échelle rurale, un quelconque traitement chimique de l'huile de jatropha n'est pas envisageable. Cependant, le critère de limpidité est d'une importance cruciale. Par conséquent, un traitement physique comprenant une étape de décantation et/ ou de filtration est réalisé afin d'éliminer la quasi-totalité des particules solides.

A Teriya Bugu, deux méthodes sont testées :

- une filtration à chaud réalisée après extraction par un filtre presse à plateaux (Figure 11) dont le seuil de coupure est de 10 μm ¹³. L'huile est ensuite envoyée dans un filtre à cartouche 1 μm ;
- une décantation dans une cuve en plastique suivie d'une filtration. La décantation permet de se débarrasser par gravité des particules dont le diamètre excède 8 μm [71]. Elle est également utilisée afin d'éventuellement diminuer le taux de phospholipides¹⁴ mais cette observation n'est pas encore validée. Il est à noter qu'après décantation, le filtre presse à plateaux n'est plus utilisable.



Figure 11 : Filtre presse à plateaux à Teriya Bugu

¹² Le taux d'impuretés est couramment compris entre 10 et 15% (données Teriya Bugu, ALTERRE). Néanmoins, lorsque la presse est mal réglée, la teneur peut atteindre 30%.

¹³ Soulignons que les filtres à plateaux ne sont utilisables que lorsque l'huile est chargée. En effet, la filtration est réalisée par le gâteau lui-même et non par le filtre. La filtration n'est efficace que lorsque ce gâteau existe.

¹⁴ Pour de plus amples détails, se référer au point 5.1.3 « Teneur en phospholipides ».

Quant au projet ALTERRE, celui-ci teste dans la zone de Yorosso un traitement physique uniquement basé sur la décantation. Etant donné que le décanteur statique tel que celui utilisé par Teriya Bugu requiert de laisser l'huile de jatropha au minimum trois semaines au repos dans la cuve, le projet ALTERRE a mis au point un décanteur basé sur le principe du décanteur lamellaire (Figure 12). Outre le gain de temps et de place, ce décanteur permet de passer en mode continu. En ne réalisant qu'une seule étape de décantation, la charge en particules solides de l'huile est diminuée sans apport énergétique nécessaire à la filtration. Néanmoins, la limpidité de l'huile après ce traitement unique n'est pas équivalente au processus utilisé par Teriya Bugu. C'est la raison pour laquelle une filtration de sécurité est réalisée après le décanteur via un filtre poche (Figure 13).



Figure 12 : a. Coupe longitudinale du décanteur lamellaire mis au point par le projet ALTERRE
b. Décanteur lamellaire mis au point par le projet ALTERRE



Figure 13 : Filtre poche [37]

Ces deux exemples sont la parfaite illustration de l'éternel dilemme auquel un projet doit faire face, à savoir privilégier la qualité du processus ou minimiser les coûts d'investissement.

Quoiqu'il en soit, le projet ALTERRE, tout comme le projet jatropha mis en place à Teriya Bugu, doit évaluer l'efficacité du traitement physique de l'huile de jatropha mis en place. Le présent travail vise à répondre à cette problématique en identifiant les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de jatropha influant le plus sur la qualité de l'huile et en mettant au point des protocoles d'analyse spécifiques à ces paramètres. La démarche utilisée pour sélectionner ces dits paramètres est abordée en détail dans la section 5 « Analyse physico-chimique de l'huile de jatropha ». Néanmoins, il convient de se focaliser au préalable sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de jatropha.

4. CARACTERISTIQUES DE L'HUILE DE JATROPHA

Après avoir abordé l'extraction de l'huile de jatropha, le présent travail se concentre sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de jatropha.

4.1. Composition

L'huile de jatropha est un corps gras majoritairement composé de glycérides. Ces esters d'acides gras et de glycérol (Figure 14) constituent près de 75% (Tableau 3) voire plus de 90 % des lipides de l'huile de jatropha [39].

Tableau 3 : Composition lipidique (%) de l'huile de jatropha [40]

Classe de lipides	%
Triglycérides	63,7
Diglycérides	9,1
Monoglycérides	2,2
Hydrocarbures	12,1
Acides gras libres	8,7
Stérols	3,6
Lipides polaires	0,9

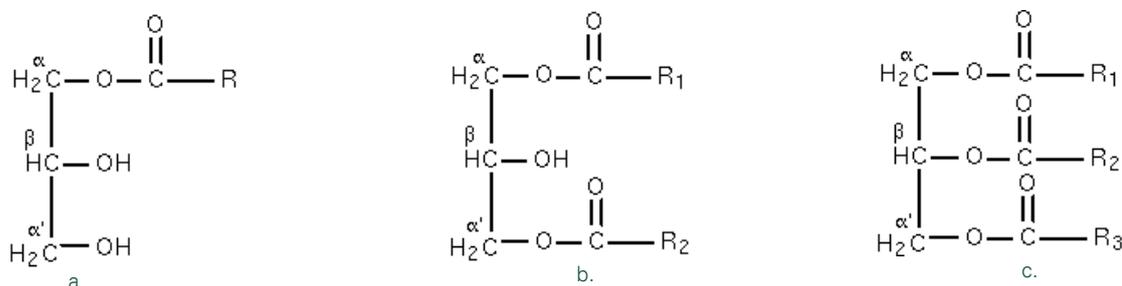


Figure 14 : a. Monoglycéride ; b. Diglycéride ; c. Triglycéride [41]

La composition en acides gras de l'huile de jatropha (Tableau 4) est en majeure partie constituée d'acides gras insaturés ($\pm 75\%$), qui sont l'acide oléique (C18:1 ω 9) et linoléique (C18:2 ω 6). L'acide palmitique (C16 :0) et stéarique (C18 :0) correspondent à la fraction saturée des acides gras. L'huile de jatropha est par conséquent globalement insaturée. Cette caractéristique facilite l'oxydation et l'acidification de l'huile, phénomènes qui doivent être évités au maximum lors du stockage de l'huile. Parmi les produits issus de la dégradation, on retrouve notamment des acides oxydés ainsi que des composés à fonction aldéhyde et cétonique¹⁵.

¹⁵ Pour de plus amples informations, se référer à la section 3.1 Etude de l'oxydation de l'huile de jatropha de la troisième partie

Tableau 4 : Composition (%) des acides gras de l'huile de jatropha

Type d'acide gras	Auteur Date de publication Origine des graines			
	Akintayo ^[41] 2004 Nigéria	Augustus ^[36] 2002 Inde	Martinez-Herrera ^[43] 2006 Mexique (Coatzacoalcos)	Emil ^[44] 2009 Malaisie
Oléique	41,3	47	48,8	44,7
Linoléique	31,4	31,6	34,6	32,8
Palmitique	19,5	14,1	13,0	14,2
Stéarique	6,8	6,7	2,53	7,0

Les constituants minoritaires de l'huile de jatropha correspondent : [42]

- à la fraction lipidique insaponifiable¹⁶ (hydrocarbures et stéroïdes),
- aux cériques, communément repris sous le nom de « cires végétales »,
- aux lipides polaires (phospholipides),
- aux chlorophylles,
- aux acides gras libres, produits issus de l'altération des glycérides.

4.2. Propriétés physico-chimiques de l'huile de jatropha

Afin d'être utilisée dans les moteurs, l'huile de jatropha se doit de répondre à certains critères de qualité. Actuellement, il n'existe pas de norme d'utilisation de l'huile végétale pure de jatropha comme carburant. Par conséquent, il convient soit de se référer à la norme allemande DIN 51605 (Annexe B), soit de suivre les préconisations de chercheurs pour des utilisations spécifiques. Cette norme édicte la qualité standard à laquelle l'huile végétale pure de colza doit se conformer pour être utilisée comme carburant dans les moteurs. Une quinzaine de caractéristiques chimiques et physiques y sont reprises et sont caractérisées chacune par des valeurs limites à respecter (Annexe B).

Les propriétés chimiques de la norme DIN 51605 correspondent à l'indice d'iode, l'indice d'acide, le contenu en phosphore, le contenu en soufre, le contenu en magnésium et en calcium, la teneur en eau, la stabilité à l'oxydation et la teneur en particules. Quant aux propriétés physiques de l'huile de jatropha, elles incluent la densité, le point éclair, la valeur calorifique, la viscosité, l'indice de cétane et le carbone résiduel.

Parmi ces différentes propriétés, certaines sont caractéristiques du type d'huile végétale, d'autres dépendent particulièrement : [37]

- de la qualité de la graine, principalement de la teneur en eau ;
- du processus de trituration et plus précisément de la pression régnant dans la presse et de la température d'extraction atteinte ;

¹⁶ Fraction insoluble dans l'eau après saponification

- du traitement physique (étapes de filtration et de décantation) ainsi que du raffinage chimique ;
- des conditions de stockage.

Ainsi, les propriétés physico-chimiques de l'huile de jatropha peuvent être divisées en 2 groupes, suivant qu'elles sont caractéristiques (propriétés constitutives, Tableau 6) ou non (propriétés variables, Tableau 5) du type d'huile végétale. Le Tableau 6 reprend les propriétés spécifiques de l'huile de jatropha avec des valeurs de la littérature.

Tableau 5 : Propriétés variables de l'huile de jatropha

Propriétés variables	Unités
Teneur en particules	mg/kg
Indice d'acide	mg KOH/g
Stabilité à l'oxydation à 110°C	heures
Contenu en phosphore	mg/kg
Contenu en magnésium et en calcium	mg/kg
Contenu en cendre	%
Contenu en eau	%

Tableau 6 : Propriétés constituantes de l'huile de jatropha

Propriétés constituantes	Unités	Auteur Date de publication Origine des graines de jatropha				
		Akintayo ^[57] 2004 Nigéria	Pramanj ^[58] 2002 Inde	Agarwal ^[59] 2007 Inde	Kumar ^[20] 2008 Inde	Haldar ^[60] 2009 Inde
Densité à 15°C	kg/m ³	-	932,92 (30°C)	917	918,6	916 (25°C)
Viscosité cinématique à 30°C	cSt	17,1	52,76	35,98	49,93	35,98
Indice cétane	-	-	38,00	-	40-45	33,7
Point éclair	°C	-	210,00	229	240	280
Carbone résiduel	%	-	-	0,8	0,64	0,2
Valeur calorifique	MJ/kg	-	38,200	39,071	-	38,833
Teneur en soufre	mg Soufre/kg	-	-	0	-	-
Indice d'iode	g Iode/100 g	105,2	94,00	-	-	-
Contenu en cendres	mg/kg	-	-	0,03	-	-

5. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE DE JATROPHA

Après avoir établi l'inventaire des paramètres physico-chimiques, quatre propriétés variables de l'huile de jatropha sont sélectionnées sur base de leur grande influence sur la qualité de l'huile. Des protocoles d'analyse sont mis au point pour ces dits paramètres et testés dans le laboratoire de Chimie Analytique et Chimie des Interfaces de l'ULB. Une attention particulière sera portée à la mesure de la teneur en eau pour laquelle deux méthodes d'analyse sont testées et comparées. Des mesures de viscosité de l'huile de jatropha sont également effectuées afin d'étudier les propriétés d'écoulement de l'huile de jatropha produite par le projet ALTERRE.

5.1. Identification des paramètres clefs

Parmi les propriétés variables de l'huile de jatropha, certaines influencent particulièrement le bon fonctionnement d'un moteur. C'est le cas de l'acidité, de la teneur en eau, de la teneur en phosphore, de la stabilité à l'oxydation et de la teneur en particules [37], [45]. Cette dernière caractéristique est importante puisque des particules trop grandes obstruent les filtres et peuvent avoir des effets abrasifs sur les injecteurs et la chambre de combustion des moteurs [46]. Néanmoins, sachant qu'après extraction de l'huile de jatropha une filtration de 5 µm sera réalisée, la mesure de la teneur en particules ne devra être réalisée que très rarement, en guise de simple contrôle. Par conséquent, quatre propriétés variables devront être régulièrement analysées par GERES au cours de la production d'huile de jatropha. Voyons à présent en détail chacune de ces caractéristiques et les effets potentiels induits par des teneurs trop élevées.

5.1.1. Indice d'acide

Mesurer l'acidité d'une huile carburant est crucial étant donné qu'une acidité trop forte est synonyme d'effets corrosifs qui peuvent être dommageables pour les pièces métalliques du moteur (détérioration de la pompe à injection notamment) [45]. Une huile trop acide peut également affecter la lubrification de l'huile moteur [46]. L'acidité constitue l'une des caractéristiques les plus importantes pour juger de l'altération de l'huile de jatropha. Lorsque les triglycérides sont dégradés, les acides gras qui les constituaient sont clivés du squelette glycérol et errent librement : ce sont les « acides gras libres ». Grâce à la mesure de l'acidité, la teneur en acides gras libres de l'huile peut être évaluée.

METHODE D'ANALYSE

Les mesures d'acidité ont été réalisées selon la norme ISO 660:2009. L'acidité s'exprime en indice d'acide ou en acidité calculée conventionnellement. L'indice d'acide correspond à la masse d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et s'exprime en mg KOH/g huile. Ainsi, l'indice d'acide se calcule suivant l'équation (1):

$$\text{indice d'acide} = \frac{M_{KOH} [KOH] V_{KOH}}{m_{huile}} \quad (1)$$

où M_{KOH} = masse molaire du KOH = 56,11 g/mol

$[KOH]$ = concentration de la solution titrante de KOH ($\frac{mol}{l}$)

V_{KOH} = volume titrant de KOH (ml)

m_{huile} = masse d'huile (g)

L'acidité de l'huile de jatropha ou la teneur en acides gras libres, exprimée en pourcentage massique, correspond à la teneur en acides gras libres exprimée en acide oléique. Ainsi, l'acidité s'exprime selon l'équation (2):

$$acidité = \frac{M_{acide\ oléique} [KOH] V_{KOH}}{10 * m_{huile}} \quad (2)$$

où $M_{acide\ oléique}$ = masse molaire de l'acide oléique = 282 g/mol

$[KOH]$ = concentration de la solution titrante de KOH ($\frac{mol}{l}$)

V_{KOH} = volume titrant de KOH (ml)

m_{huile} = masse d'huile (g)

La valeur d'indice d'acide limite maximale préconisée par la norme DIN 51 605 s'élève à 2 mg KOH/g.

5.1.2. Teneur en eau

Le contenu en eau est une caractéristique fondamentale à contrôler. En effet, l'eau est un facteur d'hydrolyse important. Ainsi, une huile dont le contenu en eau est trop élevé subit une acidification plus importante augmentant ainsi les effets corrosifs. De plus, lors du stockage de l'huile dans des cuves, des bactéries et des champignons peuvent se développer à l'interface eau/huile¹⁷ obstruant par la suite les filtres moteurs. Enfin, la présence d'eau peut également induire des phénomènes d'oxydation au niveau du système d'injection [46].

METHODE D'ANALYSE

Deux méthodes d'analyse sont utilisées pour doser la teneur en eau. La méthode spécifique dite de Karl Fischer par titrage coulométrique¹⁸ (ISO 8534:2008) mais également la méthode à l'étuve permettant de déterminer la teneur en eau et en matières volatiles (ISO 662 :1998). La méthode Karl Fischer étant l'analyse préconisée par la norme DIN 51605, le but de l'expérience est de comparer les résultats des deux méthodes et d'affirmer que la méthode à l'étuve fournit des résultats suffisamment exacts que pour être utilisée à la place de la méthode Karl Fischer qui nécessite un investissement conséquent en matériel et en réactifs.

La teneur en eau est exprimée en pourcentage massique et la valeur limite maximale posée par la norme DIN 51 605 vaut 0,075%.

5.1.3. Teneur en phospholipides

La présence de phospholipides dans les huiles brutes induit un certain nombre d'inconvénients. En présence d'eau, les phospholipides s'hydratent et forment des dépôts qui encrassent les moteurs. En effet, un phénomène de gommage¹⁹ peut apparaître au niveau des soupapes et de la chambre de combustion [47]. En s'hydratant, les phospholipides peuvent également obstruer les filtres. Enfin, la présence de phospholipides influe sur l'acidification et l'oxydation de l'huile. En effet, les phospholipides sont fréquemment liés à des métaux tels que le calcium, le magnésium, le fer ou le cuivre, catalyseurs de l'oxydation. Par conséquent, lors du stockage de l'huile, l'altération de l'huile est accélérée [48].

¹⁷ Pour autant que la teneur en eau soit supérieure à 0,1%

¹⁸ Mesure chimique d'un corps basée sur la quantité d'électricité nécessaire à son oxydation ou sa réduction.

¹⁹ Dépôt d'une gomme, d'une cire végétale

Les phospholipides sont des composés minoritaires de l'huile de jatropha puisque leur fraction s'élève à un peu plus de 1%²⁰. Néanmoins, au vu des effets néfastes qu'ils peuvent entraîner sur les moteurs, limiter leur présence est primordial. Dans l'industrie des huiles alimentaires, une des étapes du raffinage consiste en la démulcination (ou dégomme) à l'acide phosphorique afin de réduire drastiquement le contenu en phospholipides. Néanmoins, à l'échelle paysanne, tout traitement chimique est à proscrire. Par conséquent, il convient d'agir à la source, c'est-à-dire sur le procédé d'extraction en vue de limiter au maximum la présence de phospholipides. Ainsi, en limitant la température lors du pressage, la teneur en phospholipides semble restreinte [46]. Il n'existe à l'heure actuelle aucune donnée concernant une éventuelle température maximale à ne pas dépasser lors du pressage des graines de jatropha. En attendant, il convient de se baser sur les recherches effectuées sur l'huile de colza et qui proscrivent de dépasser une température de 60°C afin d'obtenir une huile de qualité [46]. Il ressort également d'un rapport du RIAED et des préconisations du chercheur du CIRAD Gilles Vaitilingom que la décantation diminuerait la teneur en phospholipides [45]. Néanmoins, ce fait n'est pas avéré et contesté notamment par Poisson qui affirme que les procédés de raffinage physique n'éliminent pas les phospholipides des huiles végétales [55]. Par conséquent, il est crucial de permettre à l'ONG GERES d'analyser la teneur en phospholipides d'échantillons d'huile de jatropha ayant subi un processus d'extraction et de traitement différents (modification des paramètres de pressage ; décantation ou non après filtration). L'ONG sera ainsi à même de déterminer quel procédé minimise au maximum la teneur en phospholipides.

METHODE D'ANALYSE

Etant donné que la teneur en phospholipides est faible, des méthodes gravimétriques réalisées à la suite d'une précipitation des phospholipides dans l'acétone ne sont pas envisageables. Suite à des échanges avec le CIRAD, il a également été question de corréliser la couleur de l'huile de jatropha à la teneur en phospholipides. Une simple mesure spectrophotométrique suffirait donc pour déduire de l'absorbance mesurée la teneur en phospholipides d'un échantillon d'huile quelconque. Néanmoins, la couleur des huiles est essentiellement due aux caroténoïdes, aux tocophérols ainsi qu'aux produits issus de la dégradation oxydative [56]. Dès lors, aucune mesure d'absorbance d'un échantillon d'huile de jatropha ne peut être extrapolée en une concentration de phospholipides. Par conséquent, l'analyse de la teneur en phospholipides préconisée est une méthode dite indirecte qui consiste à effectuer le dosage du phosphore. En effet, les phospholipides sont des lipides composés d'un squelette glycérol, de deux acides gras ainsi que d'un groupement phosphate. En se basant sur le poids moléculaire moyen du phosphore au sein des différents phospholipides (1 mg de phosphore correspond en général à 26,5 mg de phospholipides), la quantité de phospholipides peut se déduire de la teneur en phosphore d'après l'équation suivante: [50]

$$\text{Teneur en phospholipides} = \text{teneur en phosphore} \times 26,5 \quad (3)$$

La teneur en phosphore, tout comme la teneur en phospholipides, s'exprime en ppm. La valeur maximale imposée par la norme DIN 51 605 vaut 12 ppm.

De nombreuses méthodes d'analyse du phosphore existent. Celui-ci peut être dosé par colorimétrie, spectrométrie d'absorption atomique ou spectrométrie d'émission optique. Etant donné que l'un des objectifs de ce mémoire consiste à trouver des manipulations les moins complexes possible, la méthode colorimétrique est retenue. Le principe général repose tout d'abord sur la solubilisation dans un acide fort de cendres obtenues après calcination de l'huile de jatropha. Ensuite, grâce à la formation d'un complexe de molybdate d'ammonium, la couleur de la solution vire au bleu. L'absorbance à la longueur d'onde requise est ensuite mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre.

²⁰ Selon Rao ^[49], la teneur en phospholipides s'élève à 1.45%. Abigor^[39] l'estime à 1,10%.

Néanmoins, bon nombre de protocoles basés sur la formation du complexe de molybdate d'ammonium utilisent du sulfate d'hydrazine, composé chimique connu pour son effet carcinogène chez les animaux de laboratoire. Pour des raisons de sécurité, le protocole utilisé correspond à celui mis au point par Han [51], le sulfate d'hydrazine étant remplacé par l'acide ascorbique.

La valeur limite de la teneur en phosphore préconisée par la norme DIN 51 605 vaut 12 ppm maximum.

5.1.4. Indice peroxyde

Enfin, en ce qui concerne la détermination de la stabilité à l'oxydation (ISO 6886 :2006) de la norme DIN 51605, elle n'est pas réalisée car elle requiert un appareillage coûteux mais également parce que cette méthode ne permet pas de déterminer la stabilité de l'huile de jatropha à température ambiante. En effet, cette analyse est un test d'oxydation accéléré : l'échantillon d'huile est placé dans des conditions extrêmes de température (>100°C) et de débits d'air (10l/h). Cette méthode est d'ailleurs plutôt utilisée dans l'industrie alimentaire pour comparer l'efficacité de différents antioxydants.

Par conséquent, une mesure de l'indice peroxyde qui repose sur le dosage des composés primaires d'oxydation des acides gras insaturés (tels que les hydroperoxydes) est effectuée²¹. Cette méthode dite iodométrique est basée sur la réduction d'un groupement hydroperoxyde (ROOH) avec un ion iodure (I⁻). La quantité de diiode libérée par la réaction est proportionnelle à la concentration en peroxyde présent et est déterminée par titrage au thiosulfate de sodium en présence d'un indicateur à base d'amidon [52].

METHODE D'ANALYSE

La détermination iodométrique de l'indice peroxyde est réalisé selon la norme NFT 60 220 et s'exprime en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile. Aucune valeur limite de l'indice peroxyde n'existe pour une utilisation de l'huile en tant qu'agrocarburant. Néanmoins, à titre d'information, la Commission du Codex Alimentarius recommande que l'indice peroxyde des huiles végétales ne dépasse pas une valeur de 15 méq O₂/kg lorsqu'elles sont pressées à froid [81].

5.2. Mesure de la teneur en eau de l'huile de jatropha

Comme stipulé dans la section 5.1. « Identification des paramètres clefs », des protocoles d'analyse pour quatre paramètres chimiques de l'huile de jatropha ont été mis au point. Cependant, la méthode Karl-Fischer préconisée par les normes internationales pour mesurer la teneur en eau de produits pétroliers ou d'huiles végétales s'avère coûteuse et difficile à mettre en place au Mali étant donné qu'elle requiert du matériel et des réactifs très spécifiques. Le but de l'expérience qui suit consiste donc à analyser des échantillons d'huile par la méthode Karl Fischer, spécifique du dosage de l'eau, ainsi que par la méthode à l'étuve permettant de déterminer la teneur en eau et en matières volatiles. Les résultats des deux méthodes seront ensuite comparés en vue de valider l'utilisation de la méthode à l'étuve pour la détermination de la teneur en eau

5.2.1. Méthode à l'étuve

La détermination de la teneur en eau au moyen d'une étuve chauffée a pour but de déterminer la teneur en eau et en matières volatiles d'un échantillon d'huile de jatropha par perte de masse subie

²¹ Pour de plus amples détails, se référer à la section 3.1.1 « Oxydation des acides gras » de la troisième partie

après chauffage. L'échantillon est placé dans une étuve à pression atmosphérique à une température de $103 \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à l'obtention d'une masse quasi constante. Le temps optimal de séchage de l'huile est évalué à 2 heures (Annexe C).

5.2.2. Méthode Karl-Fischer

Le dosage coulométrique du taux d'humidité par la méthode Karl-Fischer est une analyse spécifique du dosage de l'eau (Annexe D). Les analyses sont réalisées dans le laboratoire du Service de Chimie Analytique et Chimie des Interfaces de l'ULB.

Suite à la préparation des réactifs et l'élimination des éventuelles traces d'eau dans l'appareil, la teneur en eau d'un standard contenant 0,1% d'eau est évaluée (Tableau 7, Annexe E).

Tableau 7 : Teneur en eau du standard pour le titrage coulométrique dans les huiles par la méthode Karl-Fischer

Teneur en eau (%)	Ecart-type (%) *
0,101	0,002

*Ecart-type de la détermination du standard analysé 5 fois dans les mêmes conditions expérimentales

La teneur en eau expérimentale et le faible écart-type obtenu valident le bon fonctionnement de l'appareil de Karl-Fischer.

5.2.3. Comparaison des 2 méthodes

Six échantillons d'huile dont trois de jatropha et trois de coton sont analysés selon la méthode à l'étuve et la méthode Karl Fischer (Tableau 8) afin de comparer les teneurs en eau moyennes obtenues pour chacun des échantillons. Les analyses se déroulent dans le courant du mois de juillet 2010 ; les résultats détaillés sont repris dans l'Annexe E.

Les échantillons « Teriya-Bugu » et « ALTERRE » correspondent à de l'huile de jatropha réceptionnée dans le courant du mois d'avril et stockée à l'abri de la lumière dans des bouteilles en plastique d'une capacité de 33 cl. L'échantillon « Erlenmeyer » équivaut à de l'huile de jatropha ALTERRE reçue au mois de novembre 2009 et stockée jusqu'au mois de mai 2010 dans une bouteille en plastique transparent de 1l à la lumière du jour. L'échantillon est ensuite transvasé dans un erlenmeyer de 1l sans fermeture aucune et stocké également à la lumière du jour. Les trois autres échantillons correspondent à de l'huile de coton provenant d'huileries à Koutiala. Par conséquent, ils ont tous les trois subis un raffinage physique et chimique.

Tableau 8 : Teneur en eau de six échantillons d'huile de jatropha par les méthodes à l'étuve et Karl Fischer

Echantillon	Méthode à l'étuve		Méthode Karl Fischer	
	Teneur en eau (%)	Ecart-type (%)*	Teneur en eau (%)	Ecart-type (%) **
Teriya-Bugu	0,075	0,006	0,062	0,001
ALTERRE	0,151	0,005	0,102	0,000
Erlenmeyer	0,265	0,022	0,099	0,001
HUICOTRAC	0,170	0,004	0,071	0,003
Coton A3	0,204	0,019	0,096	0,012
Coton A3 (N)	0,235	0,020	0,123	0,003

*Ecart-type de la détermination d'un triplicat

** Ecart-type de la détermination de l'échantillon dosé 5fois dans les mêmes conditions expérimentales

DISCUSSION

A première vue, les teneurs en eau obtenues par la méthode à l'étuve pour les échantillons d'huile de jatropha « Teriya Bugu » et « ALTERRE » coïncident avec les valeurs déterminées par la méthode Karl-Fischer.

En revanche, les teneurs en eau évaluées par la méthode à l'étuve de l'échantillon d'huile « Erlenmeyer » ainsi que des trois échantillons d'huile de coton sont plus de deux fois supérieures aux valeurs déterminées par la méthode Karl-Fischer²². Cette observation s'explique sans doute par l'état dégradé de l'huile. En effet, lors de l'oxydation de l'huile, des composés volatils de dégradation sont formés²³. L'échantillon « Erlenmeyer » ayant été stocké pendant plus de 8 mois à la lumière du jour et plus de 2 mois au contact de l'air, les dégradations subies par l'huile sont importantes. En ce qui concerne l'huile de coton, celle-ci a subi des traitements chimiques entrecoupés par des opérations physiques tels que plusieurs séchages à plus de 100°C. Ainsi, le stress oxydatif ressenti par l'huile est conséquent et la production de composés secondaires volatils importante²⁴.

Idéalement, les teneurs en eau moyennes des six échantillons d'huile déterminées par la méthode à l'étuve et la méthode Karl Fischer devraient être comparées par un test statistique non-paramétrique. Néanmoins, la dégradation de l'huile et la teneur en composés volatils étant élevées pour quatre échantillons, les résultats ne sont pas exploités et aucun test statistique n'est réalisé.

Quoiqu'il en soit, il ressort de cette expérience que la détermination de la teneur en eau par la méthode à l'étuve d'échantillons d'huile ayant subi des stress oxydatifs importants donne des résultats obligatoirement biaisés. Des mesures de teneur en eau devraient être réalisées sur quelques nouveaux échantillons d'huile de jatropha ALTERRE ou Teriya Bugu par la méthode à l'étuve et Karl-Fischer. Une analyse statistique non-paramétrique serait ensuite accomplie. Idéalement, trente analyses devraient être effectuées afin de réaliser un test statistique du type ANOVA permettant de comparer les moyennes d'échantillons indépendants. En effet, la méthode ANOVA est un test paramétrique basé sur la distribution normale qui nécessite un minimum de trente observations [70]. En attendant, la méthode à l'étuve est tout de même appliquée au Mali afin de doser la teneur en eau d'échantillons d'huile de jatropha dont le stockage a correctement été réalisé²⁵.

5.3. Mesure de la viscosité

Outres les caractéristiques chimiques de l'huile de jatropha évoquées, la viscosité est une caractéristique physique de l'huile de jatropha hautement importante. Celle-ci exprime la résistance d'un liquide à un écoulement uniforme et sans turbulence. La viscosité est d'un intérêt capital puisqu'elle détermine la capacité de l'huile de jatropha à s'écouler dans les moteurs. A 40°C, l'huile de jatropha est un liquide 15 fois plus visqueux que le gazole [59]. Cette viscosité trop élevée pose deux problèmes. Premièrement, la pression régnant dans le moteur n'est pas forcément suffisante pour que l'huile puisse passer au travers du filtre à gazole existant dans le moteur. Deuxièmement, la pulvérisation de l'huile de jatropha au niveau de l'injecteur génère des gouttes plus grosses pouvant entraîner une mauvaise combustion et un encrassement du moteur. La viscosité des huiles végétales

²² A l'exception du 3^{ème} échantillon d'huile de coton dont la teneur en eau déterminée à l'étuve est 1,9 fois supérieure à la valeur obtenue par Karl Fischer

²³ Pour de plus amples détails, se référer au point 3.1.1. « Oxydation des acides gras » de la troisième partie de ce travail.

²⁴ Néanmoins, il aurait été pertinent de doser la présence des produits secondaires volatils d'oxydation tels que les aldéhydes (déterminés par la mesure de l'indice para-anisidine ISO 6885 :2006) pour confirmer ces propos.

²⁵ Pour de plus amples détails quand au stockage de l'huile, se référer au point 3.1.5. « Conclusions des deux expériences » de la troisième partie de ce travail.

étant hautement dépendante de la température, adapter les moteurs diesel en installant un kit de préchauffage de l'huile est envisageable. Comme mentionné au point 2.2 « L'huile de jatropha en tant qu'agrocarburant » de cette deuxième partie, l'ONG GERES a d'ailleurs l'intention de fournir à la SSD Yélen Kura des groupes électrogènes avec un système d'alimentation en bicarburation avec préchauffage de l'huile de jatropha. En revanche, auprès des opérateurs énergétiques locaux, aucune adaptation des moteurs n'est envisagée. L'utilisation d'un mélange d'huile de jatropha et de gazole est dans ce cas proposée. Par conséquent, il est primordial de pouvoir mesurer l'effet de la température sur la viscosité de l'huile de jatropha mais également l'effet de la teneur en gazole dans un mélange huile de jatropha/gazole.

La viscosité de l'huile de jatropha est mesurée grâce à l'utilisation d'un viscosimètre à chute de bille Hoeppler (Annexe F). Le principe général consiste à mesurer le temps nécessaire à la chute d'une bille sphérique soumise à la gravité sur une distance précise dans un tube calibré renfermant le liquide visqueux. La viscosité est proportionnelle à la durée du trajet effectué par la bille selon l'équation (4):

$$\eta = k * t \quad (4)$$

où η : viscosité dynamique exprimée en Poiseuille (PI)²⁶ ou en Centipoise²⁷ (cP) dans le système CGS

k : constante dépendant des propriétés de la bille et de la densité du liquide (cP.s⁻¹)

t : durée de la chute (s)

L'analyse consiste tout d'abord à déterminer la viscosité dynamique d'un mélange d'huile de jatropha ALTERRE et de gazole à température ambiante (Annexe F) afin d'étudier la résistance à l'écoulement en fonction de la proportion en gazole dans le mélange (Tableau 9, Figure 16). Les valeurs obtenues serviront de base au projet ALTERRE pour définir quelle proportion de gazole les opérateurs énergétiques locaux devront utiliser dans les moteurs diesel.

Le gazole provient d'une station essence ESSO. Les mélanges sont effectués dans des fioles jaugées de 50ml qui sont systématiquement pesées à l'aide d'une balance précise à $\pm 0,01g$ près afin d'obtenir la densité du mélange. A titre de comparaison, les valeurs de viscosité des différents mélanges huile de jatropha/gazole sont comparées aux essais réalisés par Pramanik à la température de 30°C (Tableau 9) [58].

Tableau 9 : Viscosité dynamique d'un mélange huile de jatropha/gazole à teneur en gazole variable

Proportion de gazole (%)	Viscosité dynamique (cP)	
	ALTERRE (23°C)	Pramanik ^[58] (30°C)
0	62,14	49,22
10	45,98	-
20	33,66	-
30	-	21,1
40	19,36	17,11
50	14,05	14,91
60	10,51	12,28
70	-	8,58
80	5,91	5,97
100	3,58	3,34

²⁶ 1 PI = 1 kg. m⁻¹.s⁻¹ ou Pa.s

²⁷ 1 cP = 10⁻³ kg. m⁻¹.s⁻¹ ou 10⁻³ Pa.s

La viscosité de l'huile de jatropha ALTERRE étant mesurée à une température plus faible (23°C) que celle mesurée par Pramanik (30°C), les valeurs attendues sont plus élevées. C'est le cas des mélanges constitués jusqu'à pour moitié de gazole. En revanche, la viscosité des mélanges huile de jatropha ALTERRE/gazole dont la teneur en gazole est égale ou supérieure à 50% est égale voire inférieure aux valeurs obtenues par Pramanik. Idéalement, des mesures de viscosité à 30°C de mélange huile de jatropha/gazole à teneur croissante en gazole devraient être réalisées afin de pouvoir comparer ces valeurs à celles obtenues par Pramanik mais également parce que cette température reflète plus les conditions locales d'utilisation au Mali.

Deuxièmement, des mesures de viscosité sont également réalisées au Mali afin d'étudier l'effet de la température sur la viscosité de l'huile pure de jatropha (Figure 15, Annexe F). Les valeurs obtenues aideront le projet ALTERRE à définir à quelle température le groupe électrogène de Yélen Kura bifurquera du mode gazole en mode huile de jatropha.

L'huile de jatropha est chauffée dans un bécher 250 ml à l'aide d'une plaque chauffante puis versée dans le viscosimètre. La température ainsi que la durée de chute de la bille sont mesurées. Néanmoins, les conditions locales d'analyse étant, la densité de l'huile aux différentes températures n'a pu être mesurée. La constante k (équation (4)) est donc calculée sur base de la densité de l'huile de jatropha à 27°C mesurée grâce à une fiole jaugée 100 ml pesée à l'aide d'une balance précise à ± 0.001g près. Par conséquent, la viscosité dynamique est légèrement surévaluée. A titre de comparaison, la Figure 15 reprend également la viscosité du gazole à 30°C.

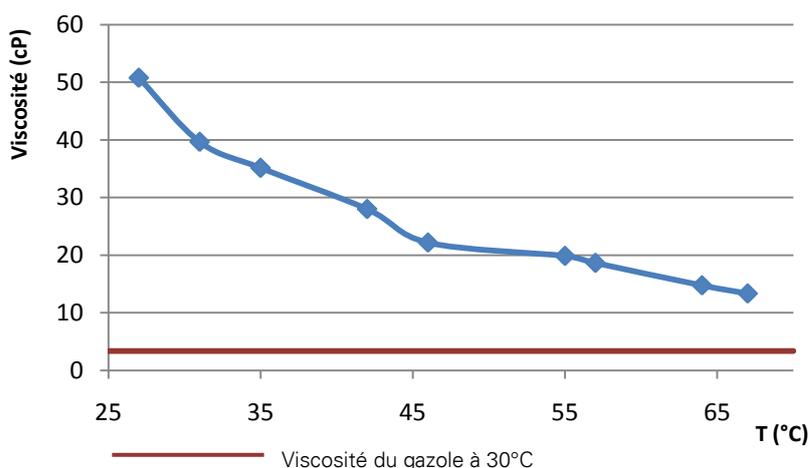


Figure 15 : Evolution de la viscosité de l'huile de jatropha en fonction de la température

Même si une légère imprécision est introduite dans les résultats de la viscosité de l'huile de jatropha en fonction de la température, les valeurs obtenues sont corroborées par l'étude menée par Pramanik qui a également mesuré la viscosité de l'huile de jatropha en fonction de la température (Tableau 10).

Tableau 10 : Viscosité dynamique de l'huile de jatropha en fonction de la température

Viscosité dynamique en cP (Température en °C)	
ALTERRE	Pramanik ^[58]
40,8 (31°C)	43 (30°C)
19,86 (55°C)	22 (55°C)
14,75 (64°C)	13,44 (65°C)

La température de 60°C étant conventionnellement utilisée comme valeur seuil de préchauffage pour bifurquer en mode huile végétale dans les moteurs diesel équipés d'un système de bicarburation, il est intéressant de calculer la composition d'un mélange huile de jatropha/gazole dont la viscosité équivaut à celle de l'huile pure de jatropha à 60°C. La viscosité de l'huile de jatropha n'étant pas déterminée à la température de 60°C, la valeur est obtenue par interpolation linéaire des valeurs de viscosité entre 57°C et 64°C (Annexe F). La viscosité ainsi obtenue (17 cP) est confirmée par les travaux de Pramanik et de Kinawy qui ont évalué la viscosité de l'huile de jatropha à 60°C à 17 cP et 15 cP respectivement [58] [69]. La viscosité de l'huile de jatropha à 60°C étant connue, la teneur en gazole en mélange huile de jatropha/gazole est déterminée (Figure 16). Ainsi, la viscosité d'un mélange huile de jatropha/gazole à 23°C dont la teneur en gazole s'élève à 44% équivaut à la viscosité de l'huile de jatropha à 60°C. Idéalement, des mesures de viscosité d'un mélange huile de jatropha/gazole devraient être réalisées à la température de 30°C, température plus représentative des conditions environnementales locales.

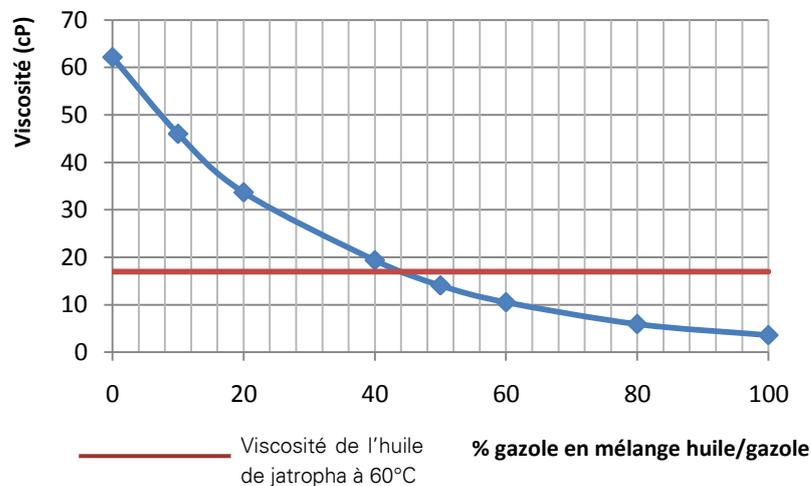


Figure 16 : Evolution de la viscosité en fonction de la teneur en gazole dans un mélange huile de jatropha/gazole à 23°C

5.4. Conclusions

En conclusion, quatre propriétés chimiques de l'huile de jatropha ont été sélectionnées parce que jugées hautement influentes sur la qualité de l'huile dans les moteurs diesel. Des protocoles d'analyse relatifs à ces paramètres ont été mis au point et testés. Enfin, des mesures de viscosité de l'huile de jatropha ont également été effectuées afin d'étudier le comportement d'écoulement de l'huile de jatropha à différentes températures mais également en mélange avec différentes teneurs en gazole.

6. ANALYSE CHIMIQUE DES GRAINES DE JATROPHA

Parallèlement aux analyses réalisées sur l'huile de jatropha, une attention particulière est portée aux graines de jatropha. En effet, la qualité de l'huile de jatropha dépend non seulement du processus d'extraction mais également de la qualité de la graine pressée. Ainsi, des mesures de teneur en eau et de contenu en huile sont réalisées. En ce qui concerne la détermination du taux d'humidité des graines, la méthode d'analyse Karl Fischer ainsi que la méthode à l'étuve sont évaluées. L'objectif est identique à celui de la mesure du contenu en eau dans l'huile : valider la méthode à l'étuve comme méthode de détermination de la teneur en eau des graines de jatropha. Ces analyses sont réalisées dans le Service Chimie Analytique et Chimie des Interfaces de l'ULB. Les mesures de teneur en huile des graines de jatropha sont exécutées au Mali. C'est la raison pour laquelle la méthode d'analyse est abordée dans cette section tandis que les résultats sont discutés dans la troisième partie de ce travail.

6.1. Détermination de la teneur en eau des graines de jatropha

Le taux d'humidité des graines de jatropha est un paramètre essentiel à mesurer étant donné qu'il influe sur le rendement d'extraction de l'huile lors du pressage des graines. Ainsi, si l'humidité de la graine est faible, le taux d'extraction de l'huile est important. Néanmoins, le contenu en particules dans l'huile extraite ainsi que l'énergie nécessaire au processus augmentent. La teneur en eau influence également le taux d'hydrolyse, notamment des triglycérides. Par conséquent, afin que la qualité de l'huile extraite lors du processus soit optimum et le taux d'hydrolyse lors du stockage des graines minimum, l'humidité de la graine doit être comprise entre 6.5% et 7.5% en masse [38]. Bon nombre d'études préconisent une teneur en eau moyenne aux alentours de 6% sans jamais spécifier la méthode de détermination²⁸ [37].

Tout comme la mesure du taux d'humidité de l'huile de jatropha, la teneur en eau des graines peut être évaluée selon la méthode Karl Fischer ou à l'étuve. Le dosage de l'eau des graines de jatropha demande néanmoins une préparation spécifique. En effet, les graines de jatropha doivent être broyées. Ne disposant pas de broyeur mécanique, les graines de jatropha sont concassées dans un mortier en porcelaine (Figure 17) à l'aide d'un pilon pour la méthode Karl Fischer. La prise d'essai étant plus conséquente pour la méthode à l'étuve, les graines de jatropha sont broyées dans un mortier en aluminium à l'aide d'un pilon également en aluminium (Figure 18).



Figure 17 : Broyat de graines de jatropha dans un mortier en porcelaine



Figure 18 : Mortier et pilon en aluminium utilisés pour broyer des échantillons de graines dont la masse dépasse les 5g

²⁸ Néanmoins, on suppose que la méthode à l'étuve est utilisée car elle est facile à mettre en place

METHODE D'ANALYSE

La détermination de la teneur en eau et en matières volatiles des graines de jatropha est appliquée selon la norme ISO 665 :2000. En ce qui concerne la méthode Karl Fischer, l'analyse du contenu en eau est effectuée selon le protocole du manuel d'utilisation de l'appareil de Karl Fischer de la marque Mitsubishi (modèle CA-05).

6.1.1. Méthode à l'étuve

Au même titre que la détermination de la teneur en eau de l'huile de jatropha, mesurer le contenu en eau d'un échantillon de graines de jatropha au moyen d'une étuve chauffée consiste à déterminer sa teneur en eau et en matières volatiles par perte de masse subie après chauffage. L'échantillon de graines broyées est également placé dans une étuve à pression atmosphérique à une température de $103^{\circ}\pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'obtention d'une masse quasi constante. Le temps optimal de séchage des graines dans l'étuve est évalué à 4 heures. (Annexe G)

6.1.2. Méthode Karl-Fischer

La technique de mesure du contenu en eau des graines de jatropha diffère de la mesure du contenu en eau de l'huile. En effet, les réactifs et le standard utilisés ne sont pas identiques. De plus, l'injection d'un échantillon de graines broyées n'est pas réalisée à l'aide d'une seringue mais la prise d'essai est insérée dans un four annexe à l'appareil de Karl-Fischer chauffé à 220°C . (Annexe D)

Suite à la préparation des réactifs et l'élimination des éventuelles traces d'eau dans l'appareil, la teneur en eau d'un étalon standard contenant $5,55\% \pm 0,05\%$ d'eau est évaluée (Tableau 11, Annexe H).

Tableau 11 : Teneur en eau de l'étalon pour le titrage coulométrique d'un solide à l'aide d'un four Karl Fischer

Teneur en eau (%)	Ecart-type (%)*
5,512	0,001

*Ecart-type de la teneur en eau de l'étalon analysé en duplicat

La teneur en eau expérimentale et le faible écart-type obtenu valident le bon fonctionnement de l'appareil de mesure Karl Fischer ainsi que du four annexe.

6.1.3. Comparaison des 2 méthodes

Des graines de jatropha sont analysées selon la méthode Karl-Fischer et à l'étuve (Tableau 12). Les échantillons de graines proviennent tous d'un même lot issu d'une haie de jatropha en pourtour d'un champ à Kouniana²⁹. Les graines ont été séchées au soleil sur une bâche à même le sol pendant une semaine en octobre 2009.

Tableau 12 : Teneur en eau d'un lot de graines de jatropha de Kouniana par la méthode à l'étuve et Karl-Fischer

Méthode à l'étuve		Méthode Karl Fischer	
Teneur en eau (%)	Ecart-type (%)*	Teneur en eau (%)	Ecart-type (%) **
7,572	0,171	9,775	0,701

*Ecart-type de la teneur en eau de 8 échantillons analysés dans les mêmes conditions expérimentales

**Ecart-type de la teneur en eau de 6 échantillons analysés dans les mêmes conditions expérimentales

²⁹ Village situé à 50 km de Koutiala

DISCUSSION

L'écart-type du contenu en eau des graines de jatropha par la méthode de Karl-Fischer est élevé et ne représente pas moins de 7% de la valeur moyenne de la teneur en eau. Ceci s'explique par le fait que la masse de la prise d'essai est très faible (0,1g) et ne représente même pas la masse d'une graine de jatropha estimée à 0,67g³⁰. Par conséquent, les résultats ne sont pas significatifs étant donné que l'analyse est effectuée sur un échantillon qui n'est pas représentatif du lot de graines. En ce qui concerne la méthode à l'étuve, la répétabilité des résultats est obtenue grâce à la masse importante de la prise d'essai (>40g). Par conséquent, la variation entre les teneurs en eau des différents échantillons du même lot a tendance à être diminuée.

Les teneurs en eau obtenues par les deux méthodes sont également différentes. En effet, le taux d'humidité obtenu par Karl Fischer est près de 30% plus élevé que celui obtenu par la méthode à l'étuve. Cette observation est due aux températures différentes utilisées dans chacune des deux méthodes. L'échantillon de graines est chauffé à 103°C dans l'étuve tandis que dans le four Karl Fischer, l'échantillon est placé à 220°C. A cette température, certaines molécules telles que des protéines peuvent être dénaturées libérant ainsi les éventuelles molécules d'eau auxquelles elles étaient liées. En réalité, dans les solides, l'eau se présente sous deux formes : l'eau essentielle et l'eau non essentielle [61]. L'eau essentielle inclut notamment l'eau dite de constitution qui fait allusion à l'eau piégée dans la structure moléculaire. L'eau non essentielle fait référence à l'eau retenue uniquement par des forces physiques. Par conséquent, le chauffage à 220°C libère plus de molécules d'eau qui constituent une partie intégrante de la structure moléculaire : le contenu en eau évalué est donc plus important.

L'eau non essentielle n'intervenant pas dans les processus hydrolytiques parce que non piégée dans la structure moléculaire, la détermination de la teneur en eau des graines par la méthode à l'étuve est plus représentative de l'eau libre, responsable de l'hydrolyse. De plus, l'écart-type relatif étant faible, la répétabilité de la méthode est élevée. Par conséquent, l'utilisation de la méthode à l'étuve semble pertinente et servira de référence au projet ALTERRE pour doser l'humidité des graines de jatropha.

Parallèlement aux mesures de teneur en eau, des analyses de teneur en huile des graines de jatropha sont effectuées. La méthode utilisée est développée dans la section suivante et sert de base à des manipulations réalisées au Mali dont les résultats sont abordés dans le point 3.2. « Mesure de la teneur en huile des graines et tourteaux de jatropha » de la troisième partie de ce mémoire.

6.2. Détermination de la teneur en huile des graines de jatropha

Des mesures de teneur en huile des graines et de tourteaux de jatropha sont effectuées afin d'évaluer leur contenu lipidique. L'extraction de l'huile est réalisée par reflux à chaud selon la méthode Soxhlet. L'appareil de Soxhlet (Figure 20) se compose globalement de trois parties : un ballon, un corps extracteur et une colonne de refroidissement.

L'analyse consiste tout d'abord à broyer un échantillon de graines de jatropha dans un mortier en aluminium (Figure 18). Le broyat est ensuite placé dans une cartouche en cellulose insérée dans le corps extracteur (Figure 19). L'extracteur est ensuite connecté à la colonne de refroidissement ainsi qu'au ballon dans lequel de l'hexane est préalablement versé. Le ballon est chauffé et l'hexane s'évapore en empruntant le tube adducteur. Ensuite, le solvant se condense, retombe et s'accumule dans le corps extracteur. Le broyat de graines de jatropha macère ainsi dans le solvant qui solubilise les matières grasses. Lorsque l'hexane atteint le sommet du tube siphon, ce premier retourne dans le

³⁰ Estimation basée sur la masse de 100 graines de jatropha pesées à l'aide d'une balance précise à 0,01g près

ballon en emportant les substances extraites. Ce cycle est réalisé pendant 5 heures de chauffage : l'hexane contenu dans le ballon s'enrichit donc petit à petit en composés solubles.

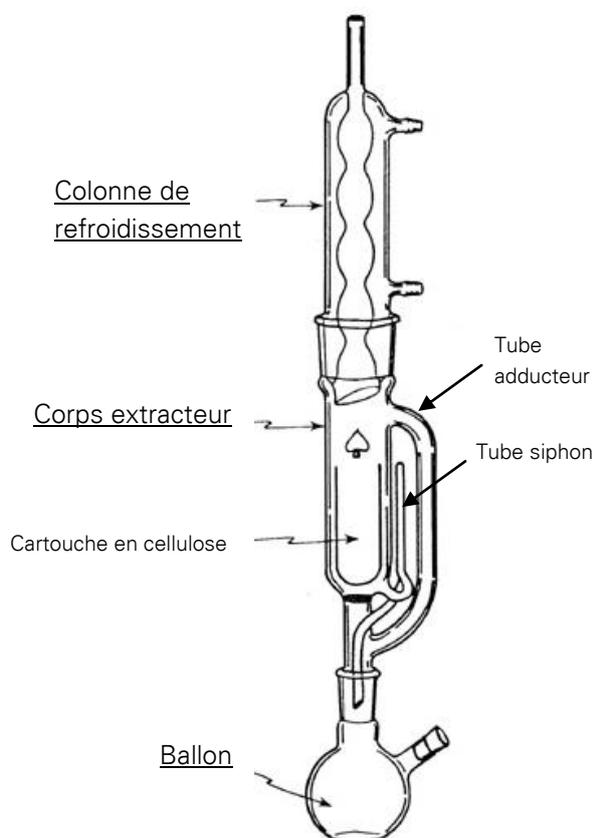


Figure 20 : Appareil de Soxhlet [62]



Figure 19 : Cartouche en cellulose insérée dans le corps extracteur de l'appareil Soxhlet

La teneur en huile est déterminée en comparant la masse de l'huile extraite par rapport à la masse totale de graines broyées placées dans la cartouche en cellulose avant extraction. Le contenu en huile s'exprime en pourcentage massique.

7. CONCLUSIONS

En conclusion, l'inventaire des paramètres physico-chimiques de l'huile de jatropha a permis de cerner cinq propriétés hautement influentes sur la qualité de l'huile. Pour quatre d'entre elles (teneur en eau, acidité, indice peroxyde et teneur en phosphore), des protocoles d'analyse normalisés ont été établis. Cette démarche a été conduite de façon à ce que les analyses soient reproductibles au Mali. Par conséquent, la simplicité de la méthode, sans pour autant déprécier la fiabilité des résultats, a été privilégiée.

Des mesures de viscosité de l'huile de jatropha ont également été réalisées à différentes températures ainsi qu'en mélange avec du gazole afin d'étudier l'aptitude de l'huile à s'écouler dans les moteurs diesel. Ces expériences sont d'un intérêt particulier puisqu'elles serviront de base de référence au projet ALTERRE auprès de l'opérateur d'électrification rurale Yéelen Kura ainsi qu'auprès des opérateurs énergétiques locaux tels que les meuniers.

Enfin, des protocoles d'analyse de la teneur en eau et en huile des graines de jatropha ont été mis au point afin d'être à même de juger de la bonne qualité de la graine ou non.

TROISIEME PARTIE

ETUDE DES CAPACITES LOCALES D'ANALYSE

1. DEMARCHE

Après avoir identifié les paramètres physico-chimiques influant sur la qualité de l'huile de jatropha et les protocoles d'analyse normalisés correspondants, il convient de s'assurer que les méthodes d'analyse proposées sont réalisables au Mali. Valider les protocoles d'analyse sur place nécessite dans un premier temps de trouver un environnement de travail approprié permettant d'effectuer ces analyses. Cette première investigation est conduite à Koutiala, ville où siège le bureau de représentation GERES au Mali. Parallèlement, une étude des capacités locales d'analyse est menée afin de répertorier tous les acteurs locaux tels que les fournisseurs de produits chimiques et les laboratoires prestataires de services qui pourraient contribuer à l'élaboration d'un plan d'analyse pour le projet ALTERRE. Cette prospection a lieu dans la capitale Bamako ainsi qu'à Ségou, troisième plus grande ville du Mali située à mi-parcours entre Koutiala et Bamako.

2. POSSIBILITES D'ANALYSE

2.1. A Koutiala

Lors de la préparation du séjour au Mali, du matériel de base de laboratoire tel que de la verrerie est emporté afin que les analyses puissent être réalisées sur place de manière autonome.

Trouver un cadre de travail adéquat à Koutiala constitue la première étape. En effet, même si du matériel de laboratoire de base tel que de la verrerie est emmené, du matériel plus conséquent tel qu'une étuve ainsi qu'une balance analytique de précision est nécessaire. Koutiala ne dispose pas de laboratoire indépendant effectuant des analyses dans le domaine de la santé ou de l'environnement. Néanmoins, l'activité économique de la région étant essentiellement basée sur la filière coton, Koutiala regorge de nombreuses huileries de coton. De plus, étant donné que l'huile de coton doit subir plusieurs étapes de raffinage telles que la neutralisation, le lavage, la désodorisation et la décoloration, les huileries disposent parfois d'un laboratoire attenant à l'usine afin d'effectuer des analyses de vérification du processus industriel. Un inventaire des différentes huileries de coton disposant d'un laboratoire est donc réalisé à Koutiala. Quatre usines sont répertoriées : FA.MA.B. & S.M.O.³¹, HUICOMA, H.Y.K. ainsi que l'huilerie HUICOTRAC. Parmi celles-ci, l'usine H.Y.K. n'est pas disposée à ce que des essais soient réalisés dans leur laboratoire et l'huilerie HUICOMA est en grève empêchant ainsi toute possibilité de manipuler. Par conséquent, les manipulations sont réalisées dans le laboratoire FA.MA.B. ainsi qu'à HUICOTRAC après demande d'autorisation auprès des responsables des deux usines.

Parallèlement, les chefs de chaque laboratoire sont questionnés quant à l'approvisionnement en réactifs. Certains laboratoires se fournissent à Bamako via notamment le Laboratoire National de la

³¹ Usine reprise sous le nom « FA.MA.B. » par la suite

Santé, d'autres auprès des pharmacies de Koutiala. Cependant, il s'avère que les réactifs désirés fournis par les pharmacies locales ne sont soit pas disponibles soit non étiquetés nous laissant ainsi douter de la qualité réelle des produits. Par exemple, l'éthanol absolu commandé auprès de la pharmacie Keneya à Koutiala est délivré dans une simple bouteille ambrée. De plus, l'éthanol est iodé impliquant une étape préalable de distillation afin de séparer les constituants. Par conséquent, l'approvisionnement en réactifs doit être effectué à Bamako.

2.2. A Bamako

Les investigations à Bamako consistent à répertorier les fournisseurs de produits chimiques ainsi qu'à dresser un inventaire des laboratoires prestataires de services effectuant des analyses d'huiles végétales ou éventuellement de produits pétroliers. Un contact avec la Faculté des Sciences et Techniques de l'Université de Bamako est également établi en vue d'analyser au sein d'un de leurs laboratoires la teneur en phospholipides de l'huile de jatropha.

Etant donné que les recherches sur internet des coordonnées d'éventuels fournisseurs de produits chimiques s'avèrent peu fructueuses, la prospection est essentiellement réalisée par le bouche-à-oreille. Au terme de la recherche, deux fournisseurs sont sélectionnés sur base de l'éventail et de la disponibilité des produits chimiques qu'ils proposent.

En ce qui concerne le recensement des laboratoires prestataires de service, le Laboratoire National de la Santé fait office de laboratoire national de référence. Il est d'ailleurs chargé de réaliser de nombreuses analyses pour le Ministère de la Santé. Néanmoins, il ne fournit pas de produits chimiques comme cela avait été stipulé par une huilerie à Koutiala. Le laboratoire P.D.R.M. spécialisé en chimie pétrolière est également contacté en vue d'échanger sur les méthodes d'analyse.

A la Faculté des Sciences et Techniques, le contact est pris avec le chef du Département de Génie chimique, Monsieur Tolofoudiè. Son laboratoire dispose d'un four pouvant atteindre les 600°C, étape indispensable à la calcination de l'huile de jatropha pour la mesure de la teneur en phospholipides. Le Département de Chimie Analytique est contacté afin de disposer de leur spectrophotomètre également nécessaire pour l'analyse des phospholipides.

2.3. A Ségou

La ville de Ségou dispose d'un Centre d'Etude, de Recherche et de Formation en Industrie Textile (CERFITEX) chargé de former une main d'œuvre qualifiée au profit de l'industrie textile essentiellement. Ce centre d'étude effectue également des analyses en tant que prestataire de services, Teriya Bugu ayant déjà envoyé des échantillons d'huile de jatropha pour analyser la teneur en eau, en phospholipides ainsi que le contenu en eau. Des manipulations pour le dosage du phosphore sont réalisées au sein d'un laboratoire du centre en présence de deux techniciennes de laboratoire chargées des analyses.

3. ANALYSES REALISEES A KOUTIALA

L'autorisation de manipuler étant délivrée par les autorités des usines FA.MA.B ainsi que celles de Fanta Madi Keita, une série d'analyses est conduite en leur sein. Deux expériences relatives à l'étude

de l'altération de l'huile de jatropha sont menées. Parallèlement, des mesures de teneur en huile des graines ainsi que des tourteaux de jatropha sont réalisées.

3.1. Etude de l'altération chimique de l'huile de jatropha

Les huiles végétales peuvent subir trois types d'altération : l'hydrolyse, l'altération thermique et l'oxydation. L'hydrolyse chimique ou enzymatique induit la formation de glycérides partiels et d'acides gras libres. L'altération thermique provoquée par le chauffage des huiles à des températures supérieures à 100°C conduit à la formation de polymères ainsi que de composés cycliques ou isomérisés. Enfin, les altérations oxydatives, initiées par l'oxygène, dégradent les acides gras insaturés ainsi que d'autres composés lipidiques tels que les vitamines liposolubles et les stérols [63].

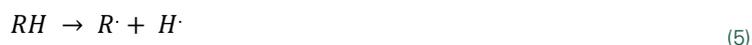
Etant donné que les graines de jatropha ne sont pas séchées directement au soleil et que l'huile de jatropha est pressée à froid, l'altération thermique reste minime au regard des deux autres types de dégradation de l'huile. C'est la raison pour laquelle différentes analyses sont réalisées afin d'étudier les phénomènes de dégradation oxydative et hydrolytique. Ces deux types d'altération sont par ailleurs repris sous le terme de « rancissement » de l'huile [64].

3.1.1. Oxydation des acides gras

Le rancissement oxydatif des matières grasses est un phénomène chimique altératif, irréversible et évolutif. Le processus est altératif car il conduit à des dégradations organoleptiques et fonctionnelles qui affectent la qualité des huiles végétales. L'altération oxydative est également un phénomène évolutif puisque différentes réactions chimiques se succèdent dans le temps provoquant l'apparition consécutive de produits réactionnels tels que des peroxydes et des composés aldéhydiques. A noter que l'oxydation des huiles végétales est souvent associée à la notion de rancissement chimique aldéhydique.

Lorsqu'ils sont extraits des cellules oléifères, les lipides des huiles végétales subissent des altérations oxydatives. L'oxydation des lipides, également appelée peroxydation lipidique, est une réaction de type radicalaire dont la cinétique comporte trois phases: l'initiation, la propagation et la terminaison [52] [63] [65] [66] [67]. Les substrats lipidiques des réactions d'oxydation sont principalement les acides gras insaturés.

- La phase d'initiation (Equation (5)) concorde avec l'apparition de radicaux libres.



Lors de cette phase, un atome d'hydrogène fixé à un atome de carbone adjacent à une double liaison d'un acide gras insaturé est arraché (Figure 21).

Cette réaction de formation de radicaux libres peut être catalysée par la lumière, la chaleur ou des ions métalliques tels que le fer ou le cuivre. Ces facteurs initient donc l'oxydation.

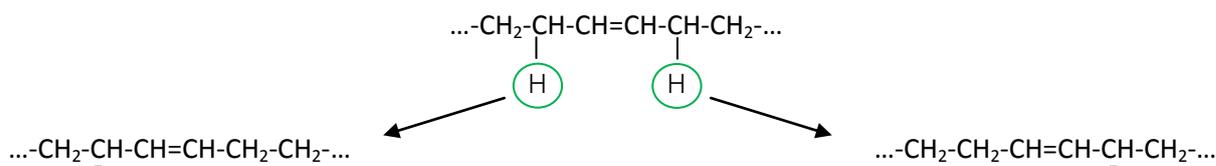
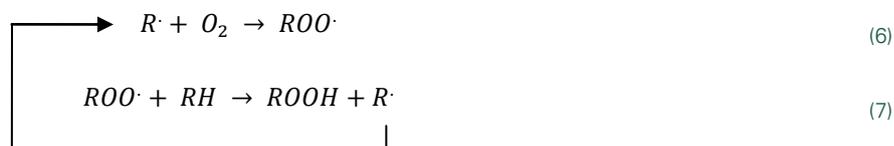


Figure 21 : Arrachement d'un atome d'hydrogène dans une chaîne aliphatique d'un acide gras insaturé

- La phase de propagation (Equations (6) & (7)) correspond à l'apparition d'hydroperoxydes³² (ROOH) due à la réaction entre l'oxygène atmosphérique et le radical libre formé lors de l'initiation. La réaction est autocatalytique étant donné qu'un radical libre est également formé provoquant ainsi une réaction en chaîne.



La propagation se subdivise en deux étapes (Figure 22). Tout d'abord, des composés primaires d'oxydation tels que des peroxydes et des diènes conjugués apparaissent. La deuxième phase de la propagation est associée à la formation de composés secondaires d'oxydation tels que des aldéhydes et des alcools issus de la dégradation des hydroperoxydes.

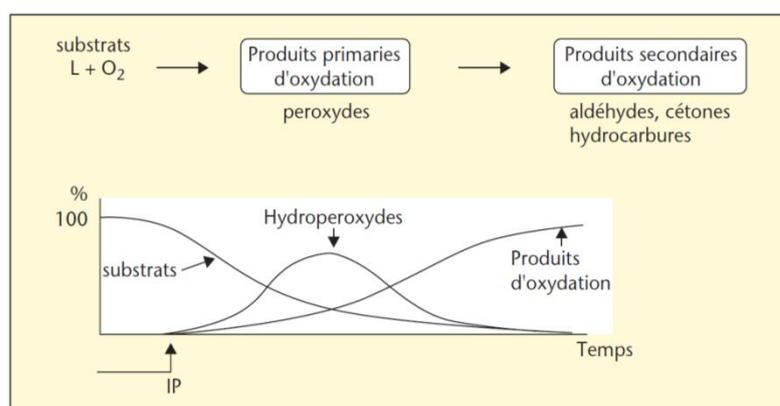


Figure 22 : Représentation de la cinétique de la phase de propagation lors de l'oxydation des corps gras [63]

- La phase de terminaison (Equations (8), (9) & (10)) est liée à la disparition des peroxydes et l'accumulation de composés secondaires d'oxydation. Elle correspond à l'arrêt de la réaction en chaîne en raison de la formation de produits non radicalaires.



La cinétique de la réaction d'oxydation des huiles végétales est influencée par des paramètres exogènes et endogènes. Les paramètres exogènes dépendent de l'environnement et correspondent à la température, la lumière, la présence d'ions métalliques pro-oxydants (tels que le fer et le cuivre) et l'oxygène. Etant donné que ces facteurs catalysent l'étape d'initiation, il convient de limiter au maximum leurs effets lors du stockage de l'huile ainsi que des graines de jatropha. Les paramètres endogènes sont caractéristiques de la nature de l'huile végétale et correspondent au taux d'insaturation de l'huile, à la présence ou non de photosensibilisateurs et d'antioxydants naturels [63].

³² Ces composés sont souvent repris sous le terme « peroxydes ».

Afin de mesurer l'état d'oxydation des huiles végétales, plusieurs approches sont plausibles [52]. Les plus communément utilisées sont tout d'abord le dosage des composés primaires d'oxydation tels que les hydroperoxydes. L'indice peroxyde est classiquement utilisé pour la détermination de la teneur des composés primaires d'oxydation. Le dosage des composés secondaires d'oxydation (composés volatils tels que des aldéhydes, des hydrocarbures et des alcools ainsi que des composés oxydés non volatils) est également courant et fait appel à des analyses chromatographiques ou des méthodes d'analyse telles que l'indice para-anisidine. Etant donné que ni le matériel chromatographique, ni spectrophotométrique (nécessaire à la détermination de l'indice para-anisidine) ne sont disponibles à Koutiala, le dosage de composés secondaires d'oxydation est irréalisable. Par conséquent, les expériences de stabilité oxydative de l'huile de jatropha réalisées reposent uniquement sur des mesures d'indice peroxyde. L'analyse est réalisée par la méthode iodométrique décrite précédemment dans la section 5 de la deuxième partie de ce mémoire.

3.1.2. Altération hydrolytique

Outre l'altération oxydative, les corps gras alimentaires peuvent subir des dégradations hydrolytiques. Celles-ci sont parfois associées à la notion de rancissement butyrique ou cétonique [63]. L'altération hydrolytique, également appelée lipolyse, correspond au clivage des liaisons ester des triglycérides. Il résulte de cette hydrolyse une libération d'acides gras libres qui augmentent ainsi l'acidité. La teneur en eau, la température ainsi que les lipases sont les principaux facteurs d'altération hydrolytique des huiles végétales [64] [68]. L'altération hydrolytique et oxydative sont intimement liées étant donné que l'oxydabilité des acides gras augmente lorsque ces derniers sont à l'état libre [63]. Le rancissement hydrolytique des triglycérides s'évalue en dosant l'acidité d'une huile. La méthode d'analyse relative au dosage de l'acidité correspond à la norme ISO 660 :2009 dont le principe a été précédemment abordé dans la section 5 de la deuxième partie.

Le stockage de l'huile de jatropha est une étape critique pendant laquelle l'huile peut considérablement se dégrader. Deux expériences sont par conséquent menées afin d'évaluer l'influence du matériau de la cuve de stockage sur la dégradation de l'huile ainsi que l'impact du contact de l'huile avec l'air. Des mesures d'indice d'acide ainsi que d'indice peroxyde sont effectuées dans les deux cas. Les mesures détaillées des deux expériences sont reprises dans l'Annexe I.

Parallèlement, des mesures de teneur en huile sont effectuées sur des graines de jatropha afin d'évaluer l'évolution du contenu lipidique au cours du stockage ainsi que sur des tourteaux de jatropha en vue d'estimer la qualité du pressage. Des mesures d'acidité sont également réalisées sur l'huile extraite des graines en laboratoire et nous permettent de souligner les altérations subies par les graines lors de leur stockage.

3.1.3. Influence du matériau : expérience des 3 cuves

Le stockage de l'huile est une étape cruciale qui doit être maîtrisée afin de limiter au maximum la dégradation de l'huile de jatropha. Le projet ALTERRE envisage de stocker l'huile de jatropha dans des cuves métalliques mais le choix n'a pas encore été validé. Afin de les aider dans la prise de décision, une expérience de l'influence du matériau sur la stabilité de l'huile est mise en place.

▪ MISE EN PLACE DE L'EXPERIENCE

Trois récipients rectangulaires d'un volume légèrement supérieur à 1 litre et de dimension 11,5×11×10 cm sont confectionnés dans trois matériaux différents : caoutchouc dur, métal et métal recouvert d'une peinture anti-oxydante (Figure 23).

Le caoutchouc dur est sélectionné car les cuves de stockage de l'huile de jatropha à Teriya Bugu sont constituées de cette matière (Figure 24). Ce type de matériau est fourni par le magasin Fofy à Koutiala qui le vend sous forme de bassines, de seaux ou de cuves de 1000 litres. Une bassine est par conséquent achetée et ensuite donnée à découper afin d'obtenir un récipient rectangulaire.



Figure 23 : Récipients 11,5×11×10 cm constitués de g. à dr. de caoutchouc dur, de métal recouvert d'une peinture anti-oxydante et de métal



Figure 24 : Cuves Fofy en caoutchouc dur à Teriya Bugu d'une capacité de 1000 litres

Les récipients métalliques sont confectionnés par un atelier mécanique de Koutiala dans les mêmes dimensions que le récipient en caoutchouc dur. Un couvercle est également fabriqué pour les trois récipients afin de limiter au maximum le contact de l'huile avec l'air.

Les récipients sont stockés dans un local non climatisé de l'usine (Figure 25). Lors du démarrage de l'expérience, des mesures de teneur en eau, d'acidité et d'indice peroxyde sont effectuées sur un échantillon homogénéisé de 3 litres d'huile de jatropha. Néanmoins la mesure du taux d'humidité de l'huile de jatropha ne peut être retenue étant donné qu'elle a été surévaluée à cause d'une défaillance de l'étuve utilisée³³. L'expérience débute le 14 avril 2010 et consiste à remplir les 3 récipients de 1 litre d'huile chacun. Des mesures d'acidité ainsi que d'indice peroxyde sont réalisées au début de l'expérience ainsi qu'une fois par semaine et ce, durant un mois. Ces analyses sont ensuite répétées au mois de juillet et août par Lacina Dembele, laborantin de Fanta Madi Keita. Les échantillons d'huile sont prélevés à l'aide d'une seringue de 5 ml en plastique. Les mesures d'acidité et d'indice peroxyde sont réalisées sur un échantillon d'huile unique de 2,5 ml environ.

³³ En effet, grâce à l'utilisation d'un thermomètre infrarouge, la température régnant dans l'étuve a été mesurée à plus de 150°C bien que le thermostat affichait 105°C. Cette observation n'a été constatée que fin avril, lorsque l'expérience avait déjà débuté.



Figure 25 : Lieu de stockage des trois récipients en caoutchouc et en métal recouvert de peinture anti-oxydante ou non

RESULTATS

Des mesures d'indice d'acide et peroxyde sont effectuées lors de la mise en place de l'expérience le 14 avril 2010. Celles-ci valent respectivement 8,44 mg KOH/g et 3,57 méq O₂/kg. Les résultats détaillés de l'expérience se trouvent dans l'Annexe I.

L'évolution de l'acidité au cours du temps (Tableau 13) montre une légère augmentation. En effet, en trois mois et demi, l'indice d'acide n'a pas augmenté de plus de 1,8 mg KOH/g. En conséquence, l'hydrolyse des triglycérides semble limitée dans un environnement où les variations de température sont faibles et le contact de l'huile avec l'air minimisé. L'indice d'acide obtenu au terme des trois mois et demi de stockage est supérieur à la valeur préconisée par la norme DIN 51 605 (2 mg KOH/g) mais inférieur à la valeur proposée par Mr Vaitilingom du CIRAD (15 mg KOH/g) [47]. D'un point de vue de l'acidité, la qualité de l'huile semble donc acceptable si l'on se réfère aux recommandations de Mr Vaitilingom.

Ces résultats d'acidité de l'huile ne nous permettent pas d'établir une quelconque différence entre les trois types de récipients. Le type de matériau ne semble donc pas influencer sur l'hydrolyse des triglycérides.

Il est à noter que les résultats d'indice d'acide obtenus le 28 avril 2010 ne sont pas pris en compte étant donné qu'ils sont supérieurs aux valeurs de la semaine qui suit. Cette observation est sans doute due à l'utilisation d'une solution de KOH préparée une semaine auparavant pour les analyses du 21 avril. Or, la concentration d'une solution de KOH n'est pas stable au cours du temps, qui plus est si elle est stockée dans une bouteille en verre. Par conséquent, la valeur de la concentration de la solution de KOH utilisée dans l'équation (1) n'est sans doute pas représentative de la concentration réelle de la solution utilisée pour titrer les trois échantillons d'huile. Pour pallier à ce problème, la solution de KOH doit être préparée en début de chaque analyse.

Tableau 13 : Acidité de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant (« expérience des 3 cuves »)

Récipient	Indice d'acide (mg KOH/g d'huile) le :					
	21-avr	28-avr	05-mai	12-mai	15-juil	11-août
Métal	8,53	9,47	8,82	8,63	9,24	10,33
Métal peint	8,67	9,31	8,62	8,63	9,45	10,46
Caoutchouc	8,62	9,11	8,65	8,80	9,32	10,37

En ce qui concerne l'indice peroxyde (Tableau 14), nous n'interprétons pas les résultats en deçà de l'unité pour deux raisons. Premièrement, le volume de la solution de thiosulfate de sodium titrante est faible en raison de sa concentration trop élevée (Annexe I)³⁴. Par conséquent, une erreur de jugement du volume de thiosulfate à $\pm 0,1$ ml modifie l'indice peroxyde de plus de 0,5 méq O₂/kg. Deuxièmement, la qualité de l'empois d'amidon utilisé comme indicateur lors du titrage est mauvaise. Normalement, l'empois d'amidon colore la solution en bleu-vert à la moindre trace d'iode. L'analyse de l'indice peroxyde consiste ensuite à titrer au thiosulfate de sodium cette solution jusqu'à ce qu'elle vire à l'incolore (Figure 26 → Figure 27). Néanmoins, l'indicateur n'a aucun effet, la solution demeure de la couleur de l'huile. Le virage de couleur du jaune à l'incolore est par conséquent moins facilement perceptible et la détermination du volume de thiosulfate de sodium titrant plus variable.

Ce problème de qualité d'empois d'amidon est résolu en commandant le produit auprès du fournisseur VWR® en Belgique. Celui-ci est testé au laboratoire de Chimie Analytique et Chimie des Interfaces de l'ULB au retour du Mali (Figure 26 & Figure 27) et ensuite expédié sur place. Les analyses du 17 août sont réalisées avec l'empois d'amidon nouvellement expédié et une solution de thiosulfate de sodium dont la concentration est 5 fois plus diluée (0,002 mol/l) que celle utilisée précédemment (0,01 mol/l). Par conséquent, le volume titrant est plus important et la précision est accrue.

Tableau 14 : Indice peroxyde de l'huile de jatropha en fonction du temps et du type de contenant
(« expérience des 3 cuves »)

Récipient	Indice peroxyde (méq O ₂ /kg d'huile) le :					
	21-avr	28-avr	05-mai	12-mai	15-juil	17-août
Métal	3,85	6,42	-	6,28	-	8,75
Métal peint	3,33	6,12	-	7,00	-	9,25
Caoutchouc	3,80	6,33	-	6,61	-	7,96

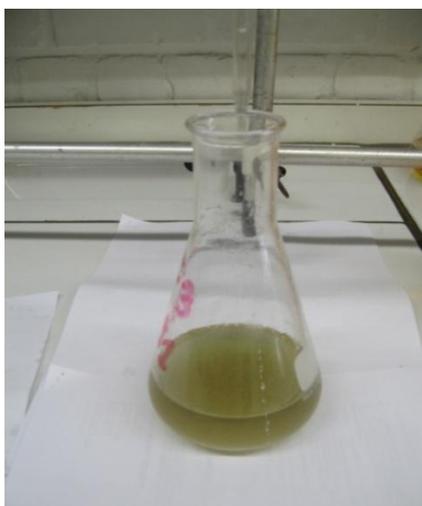


Figure 26 : Coloration bleu-verte de la solution avant titrage au thiosulfate de sodium lors de l'analyse de l'indice peroxyde



Figure 27 : Solution incolore obtenue lors du point de fin de titrage de la mesure de l'indice peroxyde

³⁴ Le protocole rédigé pour le projet ALTERRE a d'ailleurs été modifié et préconise de préparer une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,002 mol/l.

Au cours des quatre mois de stockage, l'évolution générale de l'indice peroxyde tend à augmenter. Cette observation est donc synonyme de la production de composés primaires d'oxydation caractéristiques de la première étape de la phase de propagation lors de la peroxydation lipidique (équations (6) & (7)). Au cours des deux premiers mois de stockage, l'huile de jatropha semble se dégrader de la même manière dans les trois récipients³⁵. Au terme de quatre mois de stockage, le matériau en caoutchouc dur semble induire une oxydation de l'huile la plus faible. Étonnamment, le rancissement oxydatif est plus important dans le récipient métallique recouvert d'une peinture anti-oxydante que dans le contenant métallique simple. Cette observation pourrait s'expliquer par la nature de la peinture anti-oxydante qui contiendrait des composés accélérant l'oxydation de l'huile de jatropha. Néanmoins, ces deux observations devraient être confirmées par des mesures d'indice peroxyde effectuées dans le courant du mois de septembre.

3.1.4. L'huile de jatropha au contact de l'air

Parallèlement à l'étude de l'influence du matériau sur la dégradation de l'huile de jatropha, une expérience portant sur la stabilité de l'huile au contact de l'air est menée. Le but de cette expérience est de démontrer la nécessité de limiter au maximum le contact de l'huile avec l'air et par conséquent avec l'oxygène, facteur responsable de l'oxydation.

▪ MISE EN PLACE DE L'EXPERIENCE

Pour ce faire, deux bocaux en verre avec couvercle d'une capacité de 500 ml sont achetés sur le marché de Koutiala. Ceux-ci sont nettoyés au détergent, rincés à l'eau déminéralisée puis séchés à l'étuve. Deux bouteilles en plastique PET ainsi que deux bouteilles de lait PEHD d'une capacité de 500 ml avec bouchon sont également achetées sur le marché de Koutiala et nettoyées. L'utilisation de ces récipients a pour but d'étudier la dégradation de l'huile dans ces types de contenant. A l'exception d'une bouteille de lait, tous les récipients sont stockés à l'air libre³⁶ sur une terrasse de l'usine FA.MA.B. Ceux-ci sont protégés du rayonnement solaire direct. Une des deux bouteilles est recouverte d'un sac plastique noir opaque tandis qu'une des deux bouteilles de lait est stockée dans le laboratoire de l'usine FA.MA.B où la température ambiante de 28°C reste globalement constante.

Lors du démarrage de l'expérience le 6 avril 2010, des mesures de teneur en eau, d'acidité et d'indice peroxyde sont effectuées sur un échantillon homogénéisé de 3 litres d'huile de jatropha. Néanmoins, pour la même raison que l'expérience des 3 cuves, la mesure du taux d'humidité de l'huile de jatropha ne peut être retenue. 500 ml d'huile de jatropha sont ensuite versés dans chacun des récipients à l'exception d'un bocal en verre rempli à moitié. Des mesures d'acidité ainsi que d'indice peroxyde sont réalisées une fois par semaine et ce, durant un mois. Les échantillons d'huile sont prélevés à l'aide d'une seringue de 5 ml en plastique. A l'exception de la première semaine où les analyses sont effectuées en duplicata, les mesures d'acidité et d'indice peroxyde sont réalisées sur un échantillon d'huile unique de 2,5 ml environ.

³⁵ Etant donné que l'erreur sur l'indice peroxyde est évaluée à 0,5 méq O₂/kg au minimum, les écarts de valeurs du 12 mai ne sont pas jugés significatifs.

³⁶ Les températures à Koutiala à cette période de l'année atteignent aisément en journée les 40°C tandis que la nuit, celles-ci descendent jusque 25°, 30°C.

▪ RESULTATS

L'acidité et l'indice peroxyde sont mesurés lors de la mise en place de l'expérience le 6 avril 2010 et valent respectivement 4,44 mg KOH/g et 5,87 méq O₂/kg. L'Annexe I reprend en détail les résultats des analyses.

En ce qui concerne l'évolution de l'indice d'acide (Tableau 15), les valeurs obtenues pour trois récipients (plastique, plastique couvert et lait extérieur) lors de la première semaine sont aberrantes puisqu'elles sont inférieures à l'indice d'acide mesuré une semaine auparavant lors de la mise en place de l'expérience. Cette erreur s'est également reproduite aléatoirement pour chacun des récipients les trois semaines qui ont suivi. Cette imprécision dans les résultats peut s'expliquer la semaine du 27 avril par la qualité de la solution de KOH préparée une semaine auparavant. Ainsi, comme expliqué dans l'expérience précédente, une solution de KOH préparée³⁷ n'est pas stable au cours du temps. D'une manière plus générale, l'imprécision peut-être due aux conditions de manipulation. En effet, la verrerie est nettoyée à l'eau du robinet et rincée à l'eau déminéralisée. De plus, les solvants utilisés pour dissoudre l'huile (un mélange éthanol/éther de pétrole) ont été préalablement récupérés par distillation à partir d'une solution composée d'huile de jatropha, de potasse et du mélange des deux solvants. Enfin, la solution de KOH est préparée avec de l'eau déminéralisée préparée au sein du laboratoire. Par conséquent, la pureté des solutions n'est sans doute pas optimale et expliquerait le manque de précision.

Tableau 15 : Acidité de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction des différents contenants (expérience « huile de jatropha au contact de l'air »)

Récipient	Acidité (mg KOH/g d'huile) le :			
	13-avr	20-avr	27-avr	04-mai
Plastique	3,72	4,57	4,83	5,25
Plast. couvert	4,27	4,47	5,24	5,10
Lait extérieur	4,05	5,24	5,54	5,08
Verre 1/2	5,05	5,30	5,63	5,19
Verre	5,12	5,14	4,95	5,20
Lait intérieur	5,06	5,01	5,58	5,25

L'indice d'acide après un mois de stockage reste néanmoins globalement stable et aucun des récipients au terme de l'expérience ne semble se démarquer. Ces résultats sont corroborés par les résultats obtenus par Kinawy [69]. Ses expériences menées sur la stabilité oxydative de l'huile de jatropha ont eu pour but notamment de mesurer le paramètre acidité de l'huile de jatropha stockée à la température ambiante de 25° C pendant 4 semaines. Le stockage n'a globalement pas eu d'effet sur l'hydrolyse des triglycérides de l'huile puisque l'acidité (Equation (2)) mesurée à 1,12% au début de l'expérience s'élevait à 1,2%³⁸ au terme des quatre semaines.

En ce qui concerne l'indice peroxyde (Tableau 16), tout comme l'expérience précédente, nous n'interprétons pas les résultats en deçà de l'unité pour les mêmes deux raisons. Cinq valeurs ne sont pas prises en compte (en rouge dans le tableau) parce que jugées aberrantes et inférieures aux mesures de la semaine qui a précédé.

³⁷ Qui plus est, la concentration de la solution de KOH préparée est faible et ne s'élève qu'à 0,02 mol/l.

³⁸ L'acidité exprimée en acide oléique vaut la moitié de l'indice d'acide exprimé en mg KOH/g

Tableau 16 : Indice peroxyde de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction des différents contenants (expérience « huile de jatropha au contact de l'air »)

Récipient	Indice peroxyde (mécq O ₂ /g d'huile) le :			
	13-avr	20-avr	27-avr	04-mai
Plastique	5,85	3,86	4,80	7,19
Plast. couvert	7,85	7,20	9,13	8,26
Lait extérieur	8,31	9,54	11,79	5,43
Verre 1/2	13,18	15,53	34,20	42,10
Verre	5,76	6,78	9,57	12,36
Lait intérieur	6,24	4,75	7,29	8,52

Plusieurs conclusions se dégagent de ces résultats. Tout d'abord, même si la valeur au 4 mai pour le lait extérieur n'est pas retenue, nous observons que l'indice peroxyde est globalement plus élevé pour le lait stocké à l'extérieur qu'à l'intérieur où les écarts de température sont beaucoup plus faibles. La dégradation oxydative est par conséquent plus importante pour un échantillon d'huile soumis aux variations de température qu'un échantillon stocké dans des conditions où les écarts de température sont moins élevés.

Deuxièmement, les bocaux en verre transparent stockés à la lumière du jour et donc soumis à la photooxydation ont des valeurs d'indice peroxyde globalement plus élevées que la bouteille PEHD opaque de lait soumise aux mêmes variations de température. Les expériences menées par Raza sur de l'huile de tournesol³⁹ stockée dans des bouteilles plastiques à la lumière du jour ou non confirment ces résultats [72]. Ainsi, en sept semaines, l'indice peroxyde de l'huile soumise à la photooxydation s'élève à 17,3 méq O₂/kg alors qu'il vaut 7,09 méq O₂/kg pour l'huile stockée à l'abri de la lumière.

Ensuite, l'étude de l'indice peroxyde de l'huile stockée dans un bocal de verre rempli à moitié s'est inspirée de l'expérience réalisée par Pristouri pendant un an avec de l'huile d'olive stockée dans des bouteilles PET de un litre [73]. Le but de l'expérience consiste à étudier l'effet du volume d'air libre dans la bouteille sur la qualité de l'huile. Tous les trois mois, un volume de 200 ml d'huile d'olive est retiré et les paramètres acidité et indice peroxyde sont mesurés. L'échantillon contrôle consiste en la même bouteille PET remplie et stockée dans les mêmes conditions. Au terme d'une année de stockage, l'acidité reste globalement identique⁴⁰ tandis que l'indice peroxyde s'élève à 20,61 méq O₂/kg pour la bouteille en plastique remplie et 37,19 méq O₂/kg lorsque la même bouteille stockée dans les mêmes conditions n'est remplie qu'au cinquième de sa capacité. Ces résultats soutiennent donc l'écart de valeurs d'indice peroxyde observé entre le bocal de verre rempli d'huile de jatropha (12 méq O₂/kg) et celui rempli à moitié (42 méq O₂/kg). Néanmoins, les conditions de stockage et le type de contenant étant différents de l'expérience menée par Pristouri, on ne peut pas juger si les valeurs obtenues sont cohérentes. Au regard de l'expérience menée par Kinawy qui a consisté à étudier la stabilité oxydative de l'huile de jatropha à 25°C pendant 4 semaines, les valeurs observées ne paraissent pourtant pas excessivement élevées [69]. Les valeurs d'indice peroxyde relevées par Kinawy ont explosé passant de 4,6 méq O₂/kg à 90 méq O₂/kg au terme des 4 semaines de stockage. Néanmoins, les conditions expérimentales sont mal définies. En effet, aucune information n'est donnée concernant le type de contenant, la quantité d'huile utilisée, ni son éventuelle exposition à l'air ou non (ce qui est présumé étant donné les valeurs élevées de l'indice peroxyde).

³⁹ Huile également riche en acide gras insaturés puisque composée à hauteur de plus 80% en acide linoléique et oléique. L'huile de jatropha et de tournesol ont par conséquent la même propension à s'oxyder au contact de l'oxygène.

⁴⁰ L'acidité de l'huile stockée dans la bouteille en plastique remplie vaut 0,79% tandis qu'elle s'élève à 0,85% pour la même bouteille en plastique vide au 4/5 et stockée dans les mêmes conditions.

Enfin, en ce qui concerne les contenants en plastique couverts par un plastique noir opaque ou non, les valeurs obtenues ne sont pas cohérentes. En effet, la bouteille en plastique stockée dans les mêmes conditions de température mais exposée à la lumière du jour devrait contenir une huile plus dégradée puisqu'exposée à la photooxydation par rapport à la bouteille homologue recouverte d'un plastique noir opaque. Cette incohérence pourrait s'expliquer par les mauvaises conditions de préparation des récipients en plastique lors de la mise en place de l'expérience (mauvais nettoyage laissant dans le récipient d'éventuelles impuretés).

3.1.5. Conclusions des deux expériences

En conclusion, l'expérience des 3 cuves a permis d'identifier un matériau de stockage à priori idéal pour le projet ALTERRE, à savoir le caoutchouc dur. Cette hypothèse est avancée étant donné que la dégradation oxydative est moindre dans ce type de contenant au regard des deux récipients métalliques. Néanmoins, des analyses dans les prochains mois doivent être effectuées afin de vérifier ces propos. L'expérience de l'huile de jatropha au contact de l'air confirme les recommandations de stockage de l'huile déjà édictées [37], à savoir stocker l'huile dans un endroit à l'abri de la lumière, où la température est la plus faible possible, où les écarts de température sont minimes et où le contact avec l'air est limité. L'expérience a particulièrement souligné la dégradation de l'huile de jatropha stockée dans un récipient qui n'est pas rempli à sa capacité maximale. Néanmoins, le contenant utilisé n'est pas du tout représentatif des cuves de stockage de l'huile de jatropha. Idéalement, une cuve en caoutchouc dur dont les dimensions sont identiques à la précédente devrait être fabriquée et remplie pour moitié d'huile de jatropha afin de comparer sa stabilité par rapport à la cuve où l'espace d'air présent est minime. Quoiqu'il en soit, lors de futurs pressages de graines de jatropha, le projet ALTERRE, tout comme Teriya Bugu, devra veiller à stocker l'huile dans des cuves remplies au maximum. En ce qui concerne la décantation statique réalisée par Teriya Bugu pendant une durée de trois semaines, il faudra également veiller à ce que l'air présent dans la cuve de décantation soit limité au maximum.

3.2. Mesure de la teneur en huile des graines et tourteaux de jatropha

Outre les deux expériences menées sur l'altération de l'huile de jatropha lors de son stockage, des mesures de teneur en huile des graines et des tourteaux de jatropha sont réalisées. La méthode utilisée afin de doser la teneur en huile d'échantillons solides est l'extraction par solvant à l'aide de l'appareil de Soxhlet⁴¹. La verrerie de l'extracteur ainsi que les cartouches en cellulose proviennent de la firme VWR®. Les analyses sont réalisées au sein du laboratoire FA.MA.B. qui fournit par ailleurs l'hexane nécessaire à l'analyse. Des mesures de teneur en huile sont réalisées sur des échantillons de graines ainsi que de tourteaux de jatropha fournis par Teriya Bugu. Les résultats détaillés sont repris dans l'Annexe J.

3.2.1. Teneur en huile des tourteaux

Mesurer la teneur en huile des tourteaux en sortie de presse est d'un grand intérêt. En effet, doser l'huile résiduelle dans ceux-ci permet d'évaluer la qualité du pressage en fonction des paramètres opératoires du processus d'extraction. Dans le cas présent, les échantillons de tourteaux fournis par Teriya Bugu proviennent d'un pressage de démonstration ayant duré 20 minutes. Des prélèvements en sortie de presse sont effectués en début, milieu et fin de pressage (Tableau 17).

⁴¹ Pour de plus amples informations quant au principe de la méthode, se référer au point 6.2 « Détermination de la teneur en huile des graines de jatropha » dans la deuxième partie.

Tableau 17 : Teneur en huile de tourteaux de jatropha en fonction de la durée de pressage

Moment de prélèvement du tourteau	Teneur en huile (%)
Début de pressage	10,33
Milieu de pressage	6,44
Fin de pressage	7,31

Généralement, plus le temps de pressage augmente, plus la teneur en huile dans les tourteaux diminue et ce, jusqu'à un certain seuil⁴². Néanmoins, dans ce cas-ci, la teneur en huile en fin de pressage est supérieure à celle après 10 minutes de fonctionnement de la presse. Cette observation s'explique par le fait que le prélèvement a eu lieu après ouverture de l'obturateur de la presse. Cette opération est systématiquement réalisée en fin de pressage et induit une chute de pression dans la presse. Par conséquent, l'extraction de l'huile des graines de jatropha est diminuée et le contenu en huile dans les tourteaux augmente.

Afin que cette erreur de prélèvement ne se reproduise plus, une méthodologie d'échantillonnage devra être définie. Celle-ci précisera aussi bien les masses d'échantillons à prélever et les moments de prélèvement que les paramètres de la presse à relever (température de fonctionnement, énergie consommée et rendement par exemple). L'établissement de cette nouvelle méthodologie fera l'objet d'un travail ultérieur au sein du projet ALTERRE.

3.2.2. Teneur en huile des graines

Des mesures du contenu en huile de graines de jatropha récoltées entre septembre et novembre 2009 provenant de différents écotypes ont été réalisées afin de définir quel écotype cultivé à Teriya Bugu produit les graines les plus oléagineuses (Tableau 18). La teneur en huile de graines ramassées durant les récoltes d'années précédentes est également déterminée afin de juger si la durée de stockage influe sur le contenu huileux des graines de jatropha (Tableau 19). Les graines sont fournies par Teriya Bugu et ont été stockées sur place à l'abri de la lumière dans le même hangar.

Tableau 18 : Teneur en huile de graines de jatropha provenant de différents écotypes

Ecotype	Teneur en huile (%)
Mali	34,30
Bénin	34,13
Ghana	36,78
Inde	34,03

D'après les résultats du Tableau 18, l'écotype du Ghana semble produire des graines avec la teneur en huile la plus élevée. La prise d'essai étant constituée d'une centaine de graines pour chacune des analyses, l'échantillon est supposé représentatif de l'écotype. Néanmoins, il serait préférable de répéter l'analyse sur d'autres échantillons afin de confirmer ces dires.

Tableau 19 : Teneur en huile de graines récoltées il y a 1 an et 2 ans

Ancienneté des graines	Teneur en huile (%)
Récolte 2008	35,59
Récolte 2007 et avant	25,30

⁴² La durée de pressage minimale pour une extraction optimale se situe aux alentours de 40 minutes.

En ce qui concerne la teneur en huile de graines récoltées entre septembre et novembre 2008 (Tableau 19), celle-ci semble rester stable par rapport aux valeurs des graines récoltées fin 2009. Néanmoins, une analyse plus rigoureuse consisterait à mesurer la teneur en huile d'un échantillon de graines à un an d'intervalle. Quant aux graines stockées pendant une durée de deux ans et plus, celles-ci voient leur contenu en huile drastiquement diminuer puisqu'il s'établit aux alentours de 25% en masse, soit une diminution d'environ 30% en huile.

Cette diminution du contenu en huile s'observe également lors du stockage d'autres types de graines. Ghasemnezhad a par exemple démontré qu'après 4 mois de stockage, des graines de tournesol à haute teneur en acide oléique voyaient leur contenu lipidique diminuer passant de 55,5% à 53% en masse [74]. Selon l'auteur, l'oxydation est la cause prédominante de la détérioration et de la réduction de l'huile durant le stockage. Deuxièmement, les activités physiologiques des graines de tournesol pourraient également expliquer une réduction du contenu en huile pendant le stockage. En effet, les enzymes impliquées dans ces processus chimiques telles que les lipases, les estérases et les catalases requièrent la présence d'oxygène [75]. Par conséquent, les dégradations hydrolytiques et oxydatives engendrées diminuent le contenu en huile des graines [76].

En conclusion, au regard du contenu lipidique, les graines de jatropha peuvent être pressées un an après leur récolte sans craindre une diminution trop importante de la teneur en huile.

L'acidité de l'huile extraite des graines utilisées dans cette expérience est à présent évaluée afin d'étudier les effets d'une éventuelle oxydation hydrolytique

3.3. Mesure de l'acidité des graines de jatropha

Mesurer l'acidité des graines est intéressant afin de juger de leur état d'altération avant leur trituration. La norme DIN 51605 stipule que l'indice d'acide de l'huile de colza carburant ne peut dépasser 2 mg KOH/g d'huile. Si l'acidité des graines dépasse cette valeur, l'huile obtenue après leur pressage ne peut évidemment pas satisfaire au critère de la norme. La mesure de l'indice d'acide est réalisée selon la norme ISO 660:2009 sur l'huile de jatropha extraite par la méthode Soxhlet. Les valeurs obtenues (Tableau 20 & Tableau 21) se réfèrent donc aux mêmes échantillons que ceux de la section précédente. Cependant, l'analyse n'est pas réalisée pour l'écotype caractéristique du Mali.

Tableau 20 : Indice d'acide des graines de jatropha de différents écotypes

Ecotype	Indice d'acide (mg KOH/g d'huile)
Bénin	0,849
Ghana	0,833
Inde	0,902

Tableau 21 : Indice d'acide des graines de jatropha récoltées il y a un 1 an et plus

Ancienneté des graines	Indice d'acide (mg KOH/g d'huile)
Récolte 2008	6,047
Récolte 2007 et avant	9,219

L'indice d'acide des graines des trois écotypes analysés est inférieur à 1 mg KOH/g d'huile (Tableau 20). L'huile constituant ces graines est par conséquent peu acide. Par contre, l'acidité augmente environ d'un facteur 7 et d'un facteur 10 dans les graines stockées respectivement depuis

plus d'un an et depuis plus de 2ans (Tableau 21). Cette observation indique que les réactions d'hydrolyse des triglycérides durant la durée de stockage ont été importantes.

Une augmentation aussi élevée de l'indice d'acide ne semble pas exceptionnelle si l'on s'attache par exemple à l'expérience menée par Abulude [77]. Des graines de jatropha ont été stockées pendant 4 mois dans différents contenants tels que des bouteilles en verre ou en plastique dans des conditions de température oscillant autour de 30°C et d'humidité d'environ 80%. Des mesures d'indice d'acide ont été réalisées sur l'huile extraite des graines par la méthode Soxhlet avec l'éther de pétrole pour solvant. En ce qui concerne les graines stockées dans une bouteille plastique, l'indice d'acide évalué à 3,50 mg KOH/g au début de l'expérience s'élevait à 6,72 mg KOH/g au terme de 4 mois de stockage.

Afin de limiter au maximum les dégradations de l'huile dans les graines, les conditions de stockage doivent être maîtrisées. En effet, les facteurs humidité, température et exposition à la lumière affectent le plus la qualité des graines. Ainsi, selon Cavaletto qui a étudié les effets de l'humidité et de la température sur la stabilité de noix de macadamia, la teneur en eau des graines semble affecter le plus la qualité de l'huile [78]. Des expériences menées pendant 12 mois sur la qualité de l'huile de noix de pécan ont également montré que la température est le facteur, après l'exposition à la lumière, accentuant le plus les effets de l'oxygène sur la dégradation de l'huile contenue dans les graines [79].

En conclusion, les graines doivent être stockées à l'abri de la lumière après avoir été correctement séchées. Tout comme le stockage de l'huile de jatropha, les graines doivent être conservées à une température la plus basse possible et les écarts de température doivent être évités au maximum. En supposant que les graines de Teriya Bugu ont été correctement stockées, celles-ci doivent être pressées dans l'année de la récolte afin d'éviter une dégradation hydrolytique trop importante telle qu'observée avec les graines récoltées en 2008.

3.4. Conclusions

En conclusion, ces expériences relatives à la dégradation de l'huile et des graines de jatropha ont permis de souligner l'influence importante des conditions du stockage sur le rancissement hydrolytique et oxydatif de l'huile. En ce qui concerne l'huile de jatropha, outre les recommandations classiques de stockage, le projet ALTERRE devra particulièrement veiller à stocker l'huile dans des cuves remplies au maximum. Quant aux graines, leur contenu en huile ne semble diminuer qu'après deux années de stockage. Néanmoins, au regard de l'acidité, il convient de presser les graines dans l'année qui suit leur récolte.

Jusqu'à présent, ce mémoire a mis au point des protocoles d'analyse spécifiques de paramètres physico-chimiques de l'huile de jatropha en vue d'étudier sa qualité. Ces méthodes d'analyse ont été testées et validées au Mali sur base du matériel et des réactifs disponibles sur place. Ensuite, des expériences de dégradation de l'huile de jatropha ont été menées à Koutiala et ont débouché sur une liste de recommandations pour le projet ALTERRE. Parallèlement, les acteurs locaux intervenant de près ou de loin dans l'analyse ont été répertoriés.

Nous allons à présent aborder le troisième et dernier objectif de ce mémoire, à savoir l'élaboration d'un plan d'analyse pour le projet ALTERRE. Cette étape est abordée dans la quatrième partie.

QUATRIEME PARTIE

APPUI A L'ELABORATION D'UN PLAN D'ANALYSE POUR LE PROJET ALTERRE

1. PROBLEMATIQUE

Suite à l'identification des paramètres physico-chimiques critiques de l'huile de jatropha, des protocoles d'analyse normalisés ont été validés au Mali. Dans un même temps, un inventaire des acteurs locaux impliqués dans l'analyse chimique de l'huile de jatropha a été dressé. Le projet ALTERRE fait à présent face à sa problématique initiale: « A qui confier les analyses de l'huile de jatropha ? ».

Les analyses de l'huile de jatropha représentent pour le projet ALTERRE, et donc pour les filières énergétiques qu'il appuie, deux grands enjeux :

- régler et optimiser en phase d'installation les équipements installés (l'unité d'extraction par exemple) ;
- s'assurer par la suite que les produits respectent les règles et normes existantes.

Le premier enjeu suppose de disposer de moyens d'analyse à proximité des lieux de tests (en 2010 à Yorosso) afin de restituer rapidement les valeurs attendues par l'équipe technique. Cela concerne des sujets aussi variés que le stockage des graines, de l'huile et les réglages de la presse. Le second enjeu suppose un respect des méthodes ainsi qu'une fiabilité permettant de valider les obligations légales et de rassurer les utilisateurs. Les cibles sont alors les clients et les agences gouvernementales en charge de ces sujets.

2. POSSIBILITES D'ANALYSES POUR LE PROJET ALTERRE

Afin de réaliser l'analyse d'échantillons d'huile et de graines de jatropha, trois possibilités s'offrent au projet ALTERRE. Tout d'abord, les analyses peuvent être confiées à un laboratoire prestataire de services tels que le laboratoire CERFITEX à Ségou ou le Laboratoire National de la Santé à Bamako. Deuxièmement, le projet peut créer son propre laboratoire afin d'être totalement indépendant. Enfin, les analyses peuvent être effectuées par un laboratoire appartenant à une huilerie de Koutiala. La tâche du projet ALTERRE consiste donc dans ce cas-ci à équiper le laboratoire sélectionné avec du matériel éventuellement manquant. Chacune des trois possibilités est discutée sur base d'une liste de critères de sélection afin de comparer les différents acteurs locaux.

2.1. Critères de sélection

Globalement, les analyses doivent répondre à trois grands critères :

- un financement minimal ;
- une garantie de fiabilité des résultats ;
- un délai d'analyse le plus court possible.

En ce qui concerne la possibilité d'équiper un laboratoire d'une huilerie à Koutiala, des critères plus spécifiques sont pris en compte tels que la disponibilité en matériel et en réactifs, les compétences et disponibilités des laborantins et la sécurité dans le laboratoire.

2.2. Appel à un laboratoire prestataire de services local

2.2.1. A Bamako

A Bamako, deux laboratoires prestataires de service ont été répertoriés : le Laboratoire National de la Santé et la laboratoire P.D.R.M.

Le Laboratoire National de la Santé n'a pas accepté que nous assistions aux manipulations et a également refusé de communiquer les normes d'analyse utilisées. Ce refus est particulièrement problématique étant donné que les résultats d'analyse dépendent de la méthodologie de manipulation utilisée, et que le projet doit être en mesure de justifier de manière transparente ses résultats. Le prix demandé pour analyser l'humidité, l'acidité et l'indice peroxyde d'un échantillon d'huile s'élève à 16 000 francs CFA⁴³.

En ce qui concerne le laboratoire P.D.R.M. spécialisé en chimie pétrolière, un échantillon d'huile de jatropha lui est confié. Des analyses du point éclair, de la teneur en sédiments, de la teneur en eau et de l'acidité de l'huile sont demandées. Le prix demandé pour analyser l'humidité et l'acidité s'élève à plus de 16 000 francs CFA. Parallèlement, une mesure du contenu en eau et de l'indice d'acide sont réalisés sur le même échantillon à Koutiala à l'usine FA.MA.B. afin de comparer les résultats. Néanmoins, les valeurs de la teneur en eau ne peuvent être confrontées étant donné que le thermostat de l'étuve à FA.MA.B est en panne. Quant à l'indice d'acide, la valeur déterminée à FA.MAB. par la méthode ISO 660:2009 s'élève à 11,87 mg KOH/g. En revanche, l'indice d'acide obtenu par le laboratoire P.D.R.M. vaut 19,01 mg KOH/g. Au vu d'une telle différence, une demande auprès de la direction du laboratoire est introduite afin d'assister aux manipulations. Le laboratoire effectue des analyses selon les normes internationales NF T et ASTM. L'indice d'acide est réalisé selon la norme ASTM D 974. Cette méthode préconise de titrer l'échantillon d'huile avec une solution de potasse préparée dans l'éthanol. A ce titre, le laboratoire P.D.R.M. se fournit en KOH alcoolique 0,1 mol/l auprès de VWR Prolabo en Allemagne. D'après la méthode ISO 660 :2009, la solution de potasse est préparée dans l'eau distillée. Les manipulations du laborantin étant correctement réalisées (verrerie nettoyée à l'eau distillée et séchée à l'étuve, burette rincée deux fois par la solution de potasse avant titrage,...), l'hypothèse selon laquelle la matrice alcoolique dans laquelle le KOH est dissout induit une mesure d'acidité différente est avancée. Afin de vérifier cette hypothèse, des mesures d'indice d'acide sont réalisées en Belgique sur un même échantillon d'huile de jatropha avec

⁴³ 1€ = 655, 957 francs CFA au 19 août 2010

des solutions de potasse normalisées et préparées dans de l'eau ou de l'éthanol. La solution de KOH Titrisol[®] 0,1 mol/l préparée dans l'eau distillée est commandée auprès de la firme Merck Chemicals. La solution est diluée 10 fois dans une fiole jaugée de 500 ml. La potasse préparée dans l'éthanol TitriPUR[®] 0,5mol/l est fournie par VWR. La solution est diluée 20 fois dans de l'éthanol absolu NORMAPUR à l'aide d'une fiole jaugée de 500 ml. L'échantillon d'huile de jatropha est titré quatre fois dans les mêmes conditions expérimentales avec les deux solutions de KOH préparées. L'indice d'acide obtenu avec la solution éthanolique vaut 6,01 mg KOH/g tandis qu'il s'élève à 6,24 mg KOH/g lorsque la solution titrante est préparée dans l'eau distillée. Par conséquent, les valeurs d'indice d'acide étant quasiment identiques, les différentes valeurs obtenues pour un même échantillon d'huile au Mali ne peuvent être attribuées à la préparation de la solution de KOH. Ainsi, l'erreur est plutôt imputée à la pureté de la solution de KOH utilisée par le laboratoire P.D.R.M. En effet, la solution a beau être normalisée et commandée auprès d'un fournisseur allemand, celle-ci se dégrade au cours du temps. Or, aucune indication n'est donnée quant à la date de réception de la solution ni depuis quand celle-ci est utilisée pour réaliser des mesures d'acidité. La concentration réelle de la solution de KOH est donc sans doute différente de la concentration originale (0,1 mol/l). En conclusion, même si le laboratoire P.D.R.M. travaille avec des protocoles normalisés, la qualité des réactifs et donc la fiabilité des résultats ne sont pas garantis⁴⁴.

2.2.2. A Ségou

A Ségou, des manipulations en rapport avec des mesures de teneur en phosphore sont réalisées au sein du laboratoire CERFITEX. Les tarifs d'une analyse humidité, acidité et indice peroxyde s'élèvent à plus de 37 000 francs CFA. Par la même occasion, le cahier de protocoles relatifs aux analyses des huiles végétales est consulté. Les méthodes d'analyse, à quelques exceptions près, ne suivent aucune norme internationale ayant pour conséquence d'induire des résultats farfelus. Ainsi, par exemple, les mesures de teneur en eau sont réalisées à l'aide d'un erlenmeyer⁴⁵ de 1l qui est placé pendant quatre heures à l'étuve à 105°C et dans lequel une quantité d'environ 100 ml d'huile est versée. Au terme des quatre heures de séchage, l'étuve est éteinte et l'échantillon d'huile laissé jusqu'au lendemain. En se refroidissant, l'huile capte l'humidité de l'air ambiant. C'est la raison pour laquelle des teneurs en eau nulles voire négatives sont retranscrites dans leur cahier de laboratoire (ce qui ne provoque aucune remise en question de la part du responsable). Le protocole d'analyse de la teneur en phosphore est également erroné étant donné qu'aucune coloration bleue (requis pour la mesure de l'absorbance au spectrophotomètre) induite par la formation d'un complexe à base de molybdate d'ammonium n'est observée.

De plus, la communication des résultats est lente. Ainsi, Teriya Bugu a demandé la première quinzaine du mois de mars 2010 une analyse humidité, acidité et teneur en phosphore d'un échantillon d'huile de jatropha. Lorsque les manipulations liées au protocole de teneur en phosphore ont été conduites fin avril, les résultats n'avaient toujours pas été communiqués.

Enfin, les compétences ainsi que la motivation des laborantins sont minimales. Ainsi, des teneurs en eau négatives ne les interpellent pas. En ce qui concerne la lecture de l'absorbance au spectrophotomètre, ils interprètent des résultats dont les absorbances sont inférieures à 0,1 voire inférieures à l'absorbance de l'échantillon blanc. Or, une absorbance n'est interprétable que si sa valeur est comprise entre 0,3 et 0,8.

⁴⁴ En revanche, les analyses qui ne requièrent pas de réactifs telles que la mesure du point éclair sont à priori fiables.

⁴⁵ L'eau et les matières volatiles s'évaporent donc difficilement.

2.2.3. Conclusions

En conclusion, il est déconseillé au projet ALTERRE de faire appel à un laboratoire prestataire de services pour réaliser à l'avenir des analyses d'huile de jatropha. Tout d'abord, les délais d'analyse s'avèrent parfois trop longs. Ensuite, en supposant qu'une analyse de la teneur en phosphore s'élève à 10 000 francs CFA, la mesure des paramètres humidité, acidité, indice peroxyde et teneur en phosphore coûterait plus de 30 000 francs CFA voire 40 000 francs CFA selon le laboratoire pour un échantillon d'huile unique. Or, il est probable que plus d'une cinquantaine d'échantillons soient analysés au cours des deux prochaines années voire plus pour les analyses d'acidité de l'huile. Enfin, la fiabilité des résultats n'est garantie dans aucun des trois laboratoires en raison de protocoles d'analyse erronés, de la mauvaise qualité des réactifs ou de la formation des laborantins.

2.3. Construction d'un nouveau laboratoire

La deuxième possibilité d'analyse qui s'offre au projet ALTERRE consiste à installer un laboratoire indépendant. En se basant sur un rapport interne rédigé par Teriya Bugu qui a évalué l'investissement en infrastructures, en matériel ainsi qu'en réactifs, le coût de la mise en oeuvre d'un laboratoire s'élèverait à plus de 10 000 000 francs CFA. Qui plus est, cette option ne résout pas un des problèmes rencontrés pour le laboratoire prestataire de services, à savoir trouver un laborantin compétent. En conclusion, au regard du financement exorbitant que coûterait l'installation d'un nouveau laboratoire, cette possibilité n'est pas retenue.

2.4. Equipement d'un laboratoire préexistant

Enfin, une troisième et dernière option est envisagée. Celle-ci consiste à équiper un laboratoire préexistant d'une huilerie à Koutiala avec du matériel manquant pour les analyses de l'huile et des graines de jatropha. Les laborantins travaillant au sein des huileries effectueraient les analyses pour le projet ALTERRE.

Réaliser des analyses dans un laboratoire préexistant permet tout d'abord de bénéficier du matériel et de la verrerie déjà disponibles au sein de celui-ci. Par conséquent, le coût d'investissement au regard du budget alloué à l'équipement d'un nouveau laboratoire d'analyse est moindre. Deuxièmement, en utilisant les services d'un laborantin pour réaliser les analyses de l'huile de jatropha, le projet ALTERRE ne dépend pas du facteur temps tel que celui imposé par les laboratoires prestataires de services. Troisièmement, les manipulations étant réalisées à Koutiala, les laborantins peuvent être dans le même temps formés aux méthodes d'analyse et contrôlés facilement par l'équipe du projet. Cette étape importante du processus qui passe par des échanges d'informations et de connaissances contribue à renforcer les capacités locales d'analyse et à garantir une fiabilité des résultats en formant les laborantins à des méthodes d'analyse normalisées. Enfin, un projet comme ALTERRE cherche à impacter le plus grand nombre d'acteurs possibles. Un tel partenariat permet notamment d'améliorer les conditions d'équipement et de sécurité d'un laboratoire dont les impacts sont également répercutés sur les huileries cotonnières concernées effectuant des analyses au sein de ce laboratoire.

Au vu de ces avantages, à savoir que les analyses sont réalisées avec un financement minimal, une garantie de fiabilité des résultats optimale et un délai d'analyse le plus court possible, l'option « équiper un laboratoire préexistant » se détache nettement des deux autres possibilités évoquées précédemment. Par conséquent, cette alternative est sélectionnée et sert de base à l'établissement de nouvelles conventions de partenariat entre le projet ALTERRE et les laboratoires FA.MA.B et HUICOTRAC à Koutiala.

Dans un premier temps, les compétences des deux laboratoires sont évaluées sur base du matériel disponible, de la disponibilité et de la compétence des laborantins et de la sécurité (Annexe K). Deux possibilités d'analyse se dégagent de cette évaluation et font l'objet de recommandations auprès du projet ALTERRE.

Ainsi, le laboratoire FA.MA.B. n'est pas disposé à réaliser en tant que prestataire de services des analyses telles que l'acidité et l'humidité de l'huile de jatropha. Les laborantins ne réalisent pas de mesure d'indice peroxyde et pourraient être formés à l'analyse. Cependant, il paraît délicat de familiariser les laborantins à cette nouvelle technique d'analyse dont ils n'ont pas besoin dans leurs analyses de routine à l'usine. En outre, le laboratoire FA.MA.B. effectuera des analyses de teneur en huile des graines de jatropha étant donné qu'il a à disposition l'hexane nécessaire à l'extraction par la méthode Soxhlet mais également parce que le laboratoire, climatisé, permet de stocker ce solvant volatil dans des conditions de sécurité optimale. En échange, le projet ALTERRE met à disposition toute la verrerie et les cartouches en cellulose nécessaires à l'analyse⁴⁶.

Quant au laborantin Lacina Dembele travaillant pour l'huilerie HUICOTRAC, celui-ci s'est montré particulièrement motivé et disponible. Le laboratoire réalise déjà des mesures de teneur en humidité, d'indice d'acide et d'indice peroxyde. Cependant, les protocoles utilisés n'étant pas corrects, le laborantin est familiarisé aux méthodes d'analyse normalisées mises au point ainsi qu'aux calculs des résultats. Lacina Dembele étant plus flexible que les laborantins travaillant pour FA.MA.B, il s'avère plus facile pour le projet ALTERRE de louer ses services en vue d'effectuer des analyses sur l'huile de jatropha. Néanmoins, le laboratoire HUICOTRAC est moins bien équipé que celui de FA.MA.B. Ainsi, il manque une balance analytique⁴⁷ précise à $\pm 0,001\text{g}$ près. L'absence de climatisation ainsi que d'une hotte de sécurité obligent également le laborantin à manipuler des solvants volatils toxiques tels que le chloroforme et l'acide acétique sans aucune précaution de manipulation. Par conséquent, le rôle du projet ALTERRE consiste à équiper le laboratoire HUICOTRAC afin que celui-ci réponde aux exigences en terme de matériel ainsi que de sécurité pour le laborantin. Enfin, en ce qui concerne l'analyse de la teneur en phosphore de l'huile de jatropha, celle-ci ne peut être réalisée à Koutiala puisqu'elle requiert l'utilisation d'un four dont la température doit atteindre un minimum de 600°C ainsi que d'un spectrophotomètre. L'analyse est donc également confiée à Lacina Dembele qui effectuera des déplacements au Département de Génie Chimique à la Faculté des Sciences et Techniques de l'Université de Bamako où le matériel requis est disponible. Le laborantin est formé à l'analyse spectrophotométrique et emportera son propre matériel d'analyse à chaque montée sur Bamako. Néanmoins, la méthode d'analyse étant complexe, une vidéo illustrant les différentes étapes du protocole devrait être réalisée en vue de compléter les informations rédigées dans le protocole d'analyse fourni au projet ALTERRE.

2.5. Conclusions

En conclusion, ce mémoire a élaboré un plan d'analyse qui a permis de définir pour le projet ALTERRE le rôle des différents intervenants locaux dans l'analyse future de l'huile de jatropha. Par la même occasion, ce travail a contribué au renforcement des capacités locales d'analyse en formant les laborantins à des protocoles d'analyse normalisés. Les recommandations édictées ont été suivies par

⁴⁶ Les laborantins sont familiarisés à la méthode puisque celle-ci était encore réalisée il y a deux ans. Néanmoins, le matériel ayant cassé et les cartouches en cellulose faisant défaut, l'analyse n'était plus pratiquée.

⁴⁷ Ce matériel est d'autant plus utile que les trois analyses (indice peroxyde, indice d'acide et teneur en eau) reposent sur la mesure de la masse de petits échantillons d'huile de jatropha. Or, l'étape de pesée est une des opérations les moins précises en chimie au regard par exemple des opérations de dilution dans des fioles jaugées.

le projet ALTERRE et ont débouché sur de nouvelles conventions de partenariat entre le projet ALTERRE et les deux laboratoires de Koutiala.

Concrètement, la convention de partenariat signée entre l'huilerie FA.MA.B et le projet ALTERRE a pour but de mutualiser l'utilisation de l'appareil Soxhlet ainsi que de l'hexane nécessaire à l'analyse. En échange du partage du matériel, l'usine FA.MA.B réalisera les futures analyses de teneur en huile des graines ainsi que des tourteaux de jatropha.

La convention de partenariat établie entre l'huilerie HUICOTRAC et le projet ALTERRE a pour but de mutualiser le matériel de laboratoire nécessaire à l'analyse des huiles de coton et de jatropha. Cette convention précise également le partage du savoir faire et des connaissances sur l'analyse des huiles ainsi que les conditions d'utilisation du matériel et des réactifs. De ce fait, les équipements déjà installés dans le laboratoire HUICOTRAC restent la propriété du laboratoire mais leur usage est partagé. Le projet ALTERRE participe de son côté à équiper le laboratoire d'une hotte d'aspiration et de meubles de rangement ainsi qu'à ajuster le plan de travail. Le projet contribue également à fournir une balance de précisions à $\pm 0,001\text{g}$ près ainsi que de la verrerie de base manquante. Le partage des connaissances consiste à fournir au laborantin Lacina Dembele des protocoles d'analyse normalisés ainsi que des manuels d'utilisation rédigés dans le cadre de ce travail. Enfin, le projet ALTERRE s'engage à fournir au laboratoire HUICOTRAC les réactifs nécessaires aux quatre analyses de l'huile de jatropha, à savoir la teneur en eau, l'indice d'acide, l'indice peroxyde et la teneur en phospholipides.

Il reviendra au projet ALTERRE de mettre en œuvre les conventions qui lieront à long terme les acteurs des filières jatropha avec ces deux laboratoires lorsque le projet aura terminé son intervention. En particulier, il pourra être pertinent de travailler sur le coût des prestations et le contrôle des laborantins par une structure tiers.

CINQUIEME PARTIE

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

1. CONCLUSIONS

Dans un contexte de développement économique, de lutte contre le réchauffement climatique et d'autonomie énergétique, les agrocarburants représentent pour les pays en développement une alternative séduisante à l'utilisation des énergies fossiles telles que le pétrole. L'accès à l'énergie est également identifié comme l'un des vecteurs les plus importants de la lutte contre la pauvreté qui affecte en majeure partie les populations en zone rurale. Ainsi, au Mali, près de 50% de la population vit sous le seuil de pauvreté et plus de 80% de la population travaille dans le secteur agricole.

C'est sur cette toile de fond que l'ONG GERES mène au Mali depuis 2007 le projet ALTERRE dans un cadre stratégique de recherche-action. Ce projet vise à promouvoir l'accès à l'énergie pour le développement des activités économiques rurales et à mettre en place des filières énergétiques de proximité agrocarburant à base de jatropha. Ainsi, l'ONG GERES accompagne les paysans dans la production d'huile de jatropha afin de substituer une partie du gazole dans les moteurs diesel par de l'huile végétale de jatropha. En outre, l'objectif du projet consiste à électrifier des zones rurales et à développer des services énergétiques tels que des moulins à céréales en utilisant des moteurs diesel à l'huile de jatropha.

Tel que défini par le cadre logique du projet ALTERRE, ce mémoire contribue à « construire une démarche qualité pour la production et le stockage d'une HVP de "qualité moteur" avec un protocole d'analyse de la qualité de l'huile adapté aux conditions locales ». En effet, étant donné que l'huile de jatropha se substitue au carburant utilisé dans les moteurs diesel, celle-ci se doit de répondre à certains critères de qualité en vue d'être utilisée correctement dans les moteurs. Afin de répondre à cette problématique, le présent travail s'est articulé autour de trois grands objectifs. Premièrement, nous avons élaboré des méthodes de caractérisation de l'huile de jatropha (deuxième partie de ce mémoire). Ensuite, une étude des capacités d'analyse a été menée au Mali et les méthodes d'analyse proposées ont été validées sur place. Ce volet important du travail est synthétisé dans la troisième partie. Enfin, la quatrième partie de ce mémoire a permis d'élaborer un plan d'analyse pour le projet ALTERRE et de déboucher sur de nouveaux partenariats entre le projet et les acteurs locaux.

Concrètement, ce travail s'est tout d'abord focalisé sur l'étude des caractéristiques physico-chimiques de l'huile de jatropha et de son potentiel énergétique en tant qu'agrocarburant. Ensuite, les paramètres critiques de l'huile de *jatropha* influant le plus sur l'utilisation de l'huile dans les moteurs diesel ont été identifiés. A ce titre, cinq propriétés physico-chimiques ont été répertoriées. Parmi elles, quatre ont fait l'objet de protocoles normalisés. Ainsi, des méthodes d'analyse ont été mises au point pour la teneur en eau, l'acidité, la teneur en phospholipides et l'indice peroxyde de l'huile de jatropha. En ce qui concerne la teneur en eau, deux méthodes d'analyse ont été testées. Il ressort de ces expériences que la méthode à l'étuve, moins spécifique que la méthode Karl Fischer, permet d'apprécier correctement la teneur en eau de l'huile de jatropha pour autant que celle-ci n'ait pas subi de rancissement oxydatif trop important. Quant à la mesure de la teneur en phospholipides, celle-ci nécessite un protocole d'analyse spécifique au phosphore. La viscosité est la cinquième propriété jugée hautement influente sur la qualité de l'huile de jatropha. A ce titre, des mesures de viscosité de l'huile ont été réalisées à différentes températures ainsi qu'en mélange avec du gazole afin d'étudier

le comportement de l'huile à s'écouler dans les moteurs diesel. Les valeurs obtenues serviront de base de référence au projet ALTERRE auprès de l'opérateur d'électrification rurale Yéelen Kura ainsi qu'auprès des opérateurs énergétiques locaux tels que les meuniers. Enfin, la qualité de l'huile de jatropha étant également dépendante de la qualité de la graine pressée, une attention particulière a été portée aux mesures de teneur en huile ainsi que de teneur en eau des graines. En ce qui concerne le taux d'humidité, les méthodes à l'étuve et Karl Fischer ont également été testées. Suite aux expériences, la méthode à l'étuve, moins spécifique, est validée puisque plus représentative de la teneur en eau libre responsable des processus hydrolytiques dans la graine.

La troisième partie de ce mémoire s'est attachée à la validation des protocoles d'analyse au Mali ainsi qu'à l'inventaire des acteurs locaux pouvant jouer un rôle dans l'analyse de l'huile de jatropha. Des investigations ont été conduites à Koutiala, Ségou et Bamako et ont permis de recenser des laboratoires annexes à des huileries de coton, des laboratoires prestataires de service ainsi que des fournisseurs de produits chimiques. Le Département de Génie Chimique de la faculté des Sciences et Techniques de l'Université de Bamako fut également contacté. Parallèlement, des expériences portant sur la stabilité de l'huile de jatropha ont permis de souligner l'influence des conditions de stockage sur la dégradation de l'huile et des graines et d'édicter certaines recommandations de stockage.

Enfin, ce mémoire a contribué à l'élaboration d'un plan d'analyse pour le projet ALTERRE et a permis d'identifier le rôle des différents intervenants locaux dans l'analyse future de l'huile de jatropha. Ce travail a également participé au renforcement des capacités d'analyse en formant des laborantins aux protocoles normalisés mis au point mais également en équipant de nouveau matériel deux laboratoires de Koutiala. Les recommandations édictées ont débouché sur de nouveaux partenariats que le projet ALTERRE se chargera de mettre en œuvre.

2. PERSPECTIVES

Grâce à la réalisation de ces trois objectifs, ce mémoire servira de base référentielle à ALTERRE pour valider de nouvelles activités du cadre logique du projet. Ainsi, par la construction d'une démarche qualité pour la production et le stockage de l'huile de jatropha, ce travail permettra de suivre les unités d'extraction et de faire de l'appui-conseil aux différents acteurs impliqués dans le fonctionnement de l'unité d'extraction. Par la même occasion, ce mémoire permettra de définir de bonnes pratiques d'utilisation de l'huile de jatropha dans les moteurs. Ainsi, de futures recherches menées par le CIRAD permettront d'édicter de nouveaux seuils d'utilisation de l'huile de jatropha dans les moteurs moins stricts que ceux édictés par la norme DIN 51 605. Or, l'application de ces nouveaux critères nécessitera d'analyser de manière fiable l'huile de jatropha. Grâce à la mise au point de protocoles normalisés et appliqués par des laborantins formés aux méthodes d'analyse, ce mémoire permettra au projet ALTERRE de répondre à cet objectif.

ANNEXES

A. Cadre logique du projet ALTERRE

Le projet ALTERRE se divise en 9 résultats (R). Ces derniers sont subdivisés en différentes activités (A) qui devront être réalisées pour valider chacun des résultats. Ce mémoire s'inscrit dans le 2^{ème} résultat (R2.) du cadre logique du projet ALTERRE et consiste à accomplir l'activité A.2.5. « Construire une démarche qualité pour la production et le stockage d'une HVP de "qualité moteur" avec un protocole d'analyse de la qualité de l'huile adapté aux conditions locales ».

Tableau 22 : Cadre logique du projet ALTERRE

R1.	Les exploitations agricoles familiales intègrent la culture de Jatropha de façon viable et durable et ont des volumes de production permettant de viabiliser la filière
A1.1	Identifier les facteurs d'élaboration de rendement de Jatropha en collaboration avec la recherche agronomique
A1.2	Accompagner l'introduction de la culture de Jatropha dans le cadre de l'innovation paysanne (dispositif de recherche-action)
A1.3	Soutenir la valorisation des tourteaux comme fertilisant durable des sols et structurer la filière d'approvisionnement
A1.4	Mettre au point les techniques post récolte (décapsulage et conservation) pour les graines de Jatropha
A1.5	Appuyer une dynamique collective, l'organisation et la structuration des producteurs
A1.6	Accompagner la mise en place de plantations de Jatropha au niveau des exploitants agricoles familiaux (installation et entretien)
R2.	Les unités d'extraction d'huile de Jatropha créées dans la zone sont viables
A2.1	Vérifier la faisabilité des standards de qualité attendue d'huile de Jatropha en tenant compte des contraintes techniques et économiques
A2.2	Diagnostiquer les conditions d'installation et de fonctionnement des entrepreneurs dans chaque zone d'intervention
A2.3	Adapter et tester des processus technologiques adaptés au contexte local (décapsulage, tri, pressage, décantation, filtration, stockage, transport)
A2.4	Tester l'utilisation de l'HVP et co-produits huileux issus du Jatropha pour la fabrication de savon
A2.5	Construire une démarche qualité pour la production et le stockage d'une HVP de "qualité moteur" avec un protocole d'analyse de la qualité de l'huile adapté aux conditions locales
A2.6	Concevoir les schémas de financement, de propriété et gestion pour les différentes unités d'extraction
A2.7	Sélectionner l'entrepreneur local, co-réaliser des business plan
A2.8	Installer les unités d'extraction d'huile
A2.9	Suivre les unités d'extraction et faire de l'appui-conseil aux différents acteurs impliqués dans le fonctionnement de l'unité d'extraction
R3.	La substitution HVP/gasoil dans les moteurs de la SSD est validée techniquement et économiquement
A3.1	Tester l'utilisation de l'HVP issue du Jatropha par la SSD en substitution des carburants pétroliers
A3.2	Accompagner techniquement le processus de substitution du gasoil par l'HVP (2011)
A3.3	Alimenter le processus de définition de la stratégie des activités sur les zone d'intervention
A3.4	Accompagner la SSD du point de vue institutionnel (AMADER, FRES) pour valider l'option de bicarburant auprès des actionnaires et autorités.
R4.	L'intégration croissante d'HVP au niveau des services énergétiques existants permet une meilleure maîtrise de leurs coûts d'exploitation.
A4.1	Diagnostiquer des moteurs existants au niveau des services énergétiques sur la base d'une méthodologie ALTERRE
A4.2	Mettre au point des modifications adaptées aux conditions locales (techniquement et économiquement) et tester la consommation des services énergétiques de l'HVP
A4.3	Définir les bonnes pratiques d'utilisation d'HVP dans les moteurs
A4.4	Diffuser les adaptations et les bonnes pratiques d'utilisation d'HVP au niveau des services énergétiques
A4.5	Former les opérateurs à l'utilisation de l'HVP du point de vue technique et économique

R5.	De nouveaux services énergétiques sont installés et répondent au besoin des populations rurales.
A5.1	Identifier les projets de SE potentiels dans la zone d'intervention
A5.2	Réaliser les études de faisabilité de projets spécifiques (en plus du diagnostic énergie général)
A5.3	Animer un espace de démonstration et tester in situ des SE innovant selon un protocole
A5.4	Mobiliser les populations et acteurs économiques sur zone autour de l'implantation de services (innovants ou non)
A5.5	Mettre en place des structures de gestion et installer des services énergétiques
A5.6	Accompagner des opérateurs et les suivre techniquement
R6.	Les relations commerciales de filière de proximité de Jatropha et sous-produits se développent et se structurent.
A6.1	Concevoir des schémas viable de filière HVP Jatropha et co-produits, la stratégie et la méthodologie d'intervention
A6.2	Appuyer l'action collective au sein et entre les organisations locales de producteurs de Jatropha
A6.3	Appuyer l'organisation et la logistique de la commercialisation de graines, d'HVP, sédiments, tourteaux.
A6.4	Constituer des cadres de concertation multi-acteurs économique et institutionnel
A6.5	Accompagner l'élaboration de contrats (prix, quantité, qualité, délai / contrôle, recours) et de mécanismes garantissant leur mise en oeuvre
A6.6	Faire la promotion de l'usage de l'HVP auprès des opérateurs de services énergétiques
A6.7	Faire de la recherche action sur la valorisation des co-produits et appuyer le développement de filières connexes
R7.	A l'échelle de chaque territoire, les acteurs techniques, institutionnels et financiers sont sensibilisés aux enjeux énergétiques et facilitent collectivement l'émergence de solutions adaptées d'accès à l'énergie.
A7.1	Impliquer les collectivités territoriales, les services d'appui technique et organisations professionnelles pour l'accompagnement du développement des filières agrocarburant de proximité
A7.2	Identifier et renforcer un pool d'artisans mécaniciens et fournisseurs pour accompagner le développement des filières agrocarburant de proximité et services énergétiques
A7.3	Concevoir une ébauche de produits financiers adaptés aux besoins des opérateurs (producteurs de Jatropha, extracteurs) en concertation avec les IMF et les banques.
A7.4	Elaborer les documents de projet rendant les filières agrocarburant de proximité éligibles au financement carbone à partir des méthodologies certifiées "gold standard"
A7.5	Proposer des modalités d'accès à la finance carbone et les discuter avec les parties prenantes de la filière HVP
A7.6	Constituer des cadres de concertation multiscale entre les parties prenantes (acteurs économiques et institutionnels) à l'échelle de la zone d'intervention sur les enjeux agronomiques, énergétiques et territoriaux
R8.	Le suivi évaluation continu des expériences de filières agrocarburants de proximité permet le pilotage opérationnel et stratégique du projet
A8.1	Réaliser les études de base pour construire la situation de référence
A8.2	Réaliser le SIG
A8.3	Construire le dispositif de S/E opérationnel et stratégique
A8.4	Conduire le S/E durant toute la durée du programme
A8.5	Conduire des études spécifiques (complément d'étude de base, étude impact thématique) en cours de programme
A8.6	Conduire des évaluations
R9.	Les savoir-faire et les résultats des expérimentations sont connus et renseignent les parties prenantes sur la pertinence des filières de proximité.
A9.1	Cadrage stratégique et plan d'opération
A9.2	Mise en oeuvre du plan de capitalisation et suivi
A9.3	Effectuer une veille scientifique et croisements d'expériences permettant de confronter les résultats des expérimentations à ceux disponibles au plan international
A9.4	Editer et diffuser des produits de capitalisation vers les acteurs publics concernés et les réseaux professionnels spécialisés par le sujet
A9.5	Participer aux réseaux professionnels spécialisés et partage d'expériences

B. Norme DIN 51605

Lorsque l'huile végétale pure est utilisée dans les moteurs, il convient de se référer à la norme allemande DIN 51605 [80]. Cette norme édicte la qualité standard à laquelle l'huile végétale pure de colza doit se conformer pour être utilisée comme carburant dans les moteurs.

Tableau 23 : Norme allemande DIN 51605 relative à l'utilisation de l'huile de colza en tant qu'agrocarburant

Propriétés/Contenu	Unités	Valeurs limites	
		Min	Max
Caractéristiques physiques			
Densité à 15°C	kg m ⁻³	900	930
Viscosité cinématique à 40°C	mm ² /s		36
Indice de cétane	-	39	
Point éclair	°C	220	
Carbone résiduel	%		0,4
Valeur calorifique	MJ/kg	36000	
Teneur en particules	mg/kg		24
Caractéristiques chimiques			
Contenu en soufre	mg Soufre/kg huile		10
Contenu en phosphore	mg Phosphore/kg		12
Indice d'acide	mg KOH/g		2
Indice d'iode	g Iode/100g huile	95	125
Stabilité à l'oxydation	heures	6	
Contenu en magnésium et en calcium	mg/kg		20
Contenu en cendres	%		0,01
Contenu en eau	%		0,075

-L'indice de cétane exprime sur une échelle de 0 à 100 l'aptitude d'un carburant à s'auto-enflammer. Plus cette valeur est élevée, plus le carburant s'enflamme rapidement. L'indice de cétane de l'huile de jatropha (32) est plus faible que celui du gazole (50) [42]. Cette caractéristique peut induire des dépôts dans la chambre de combustion si la température de cette dernière n'est pas suffisamment élevée (>500°C) [47].

-Le point éclair indique la température la plus basse à laquelle le mélange air-vapeur de carburant s'enflamme. Pour des questions de sécurité lors du stockage et de la manutention du produit, cette température doit au minimum dépasser les 50°C pour éviter tout accident. Le point éclair de l'huile de jatropha est de loin supérieur à 50°C (Tableau 6).

C. Détermination de la durée de chauffage de l'huile de jatropha à l'étuve

a) Principe

A l'aide d'une balance de précision ($\pm 0,1$ mg près), environ 10g d'huile de jatropha sont pesés dans un cristalliseur en verre préalablement séché et taré. Le cristalliseur contenant la prise d'essai est placé durant 1h30 dans une étuve thermostatée dont la température est fixée à 103°C et ensuite pesé. L'opération de chauffage est ensuite répétée avec des séjours successifs de 30 minutes. Lorsque la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse plus 0,01 % en masse de la prise d'essai, le temps de séchage optimal est atteint.

Un échantillon d'huile de jatropha ALTERRE est analysé 4 fois, selon les mêmes conditions expérimentales (Tableau 24). Lorsque le temps de séchage est déterminé, le contenu en eau et en matières volatiles d'un deuxième échantillon d'huile ALTERRE est examiné, en guise de vérification.

b) Résultats

Tableau 24 : Teneur en eau d'un échantillon d'huile de jatropha pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec l'huile (g)	Masse d'huile analysée (g)	Masse du cristalliseur (g) après			Teneur eau après 2 heures de séchage (%)
			1h30 de chauffage	2h de chauffage	2h30 de chauffage	
28,8685	39,0543	10,1858	39,0388	39,0366	39,0369*	0,174
26,9148	36,1314	9,2166	36,1172	36,1160	36,1158	0,167
27,3188	37,5223	10,2035	37,5062	37,5049	37,5048	0,170
27,391	38,5111	11,1201	38,4947	38,4936	38,4939*	0,160

*Une augmentation de la masse de prise d'essai peut être observée lors d'un chauffage répété indiquant qu'une auto-oxydation du corps gras a eu lieu. Dans ce cas, la valeur de la masse minimale obtenue est retenue.

Tableau 25 : Teneur moyenne en eau de l'échantillon dosé pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve

Teneur en eau moyenne après 2 heures de chauffage (%)	Ecart-type (%)
0,168	0,006

Les résultats présentés dans le Tableau 25 montrent un écart-type faible ; les résultats de teneur en eau peuvent donc être exploités. Etant donné que la perte de masse du premier, troisième et quatrième réplicat entre 1h30 et 2h de séchage dépasse de 0,01% la masse de prise d'essai, une durée de 1h30 de chauffage ne peut être retenue. En revanche, la perte de masse des quatre réplicats entre 2h et 2h30 de chauffage est minime, voire positive. Le temps de séchage optimal est donc évalué à 2 heures de chauffage à 103°C.

Un deuxième échantillon ALTERRE est placé à l'étuve à 103°C et pesé après 2h et 3h de chauffage (Tableau 26).

Tableau 26 : Teneur en eau d'un 2^{ème} échantillon d'huile de jatropha pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec l'huile (g)	Masse d'huile analysée (g)	Masse du cristalliseur (g) après		Teneur eau après 2 heures de séchage (%)
			2h de chauffage	3h de chauffage	
27,3193	38,6525	11,3332	38,6295	38,6295	0,203
28,8685	42,7921	13,9236	42,7635	42,7638*	0,205
26,9163	40,3692	13,4529	40,3409	40,3413*	0,210
27,3917	41,6925	14,3008	41,6644	41,6645*	0,196

*Une augmentation de la masse de prise d'essai peut être observée lors d'un chauffage répété indiquant qu'une auto-oxydation du corps gras a eu lieu. Dans ce cas, la valeur de la masse minimale obtenue est retenue.

Tableau 27 : Teneur en eau moyenne du 2^{ème} échantillon pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve

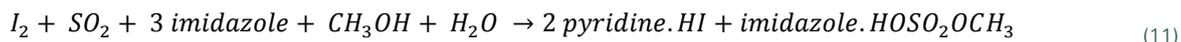
Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
0,204	0,006

Les résultats du Tableau 27 montrent un écart-type faible ; les résultats de teneur en eau peuvent donc être exploités. La perte de masse entre 2h et 3h de chauffage étant nulle voire positive confirme que la durée optimale de séjour à l'étuve d'un échantillon d'huile de jatropha d'environ 10g est de 2h.

D. Dosage coulométrique de la teneur en eau par la méthode Karl Fischer

a) Dosage coulométrique de l'huile de jatropha

L'analyse de Karl-Fischer est une méthode analytique spécifique du dosage de l'eau. Cette méthode se base sur la réaction entre l'eau, l'iode et le dioxyde de soufre. Néanmoins, la réaction est plus complexe que celle exposée (Equation (11)) étant donné que l'amine neutralise les produits acides formés et que l'alcool participe à la réaction en jouant le rôle de solvant.

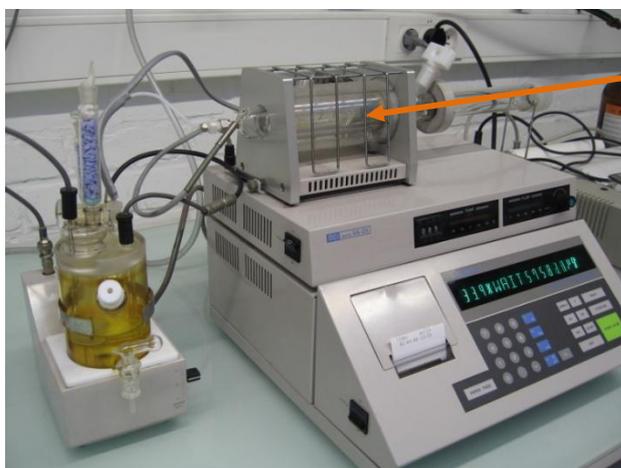


On distingue 2 méthodes de Karl Fischer:

- le titrage volumétrique
- le titrage coulométrique, méthode plus sensible et utilisée pour doser des traces d'eau (< 1% en masse)

En ce qui concerne le dosage coulométrique, l'appareil de Karl Fischer (Figure 28) est composé d'une cellule de titration (Figure 29) dont le compartiment principal contient l'anolyte (I^- ; SO_2 ; méthanol; imidazole) et dans lequel est également introduit l'échantillon à doser.

Un 2^{ème} compartiment plus petit contenant le catholyte (méthanol) est immergé dans l'anolyte et séparé de celui-ci par une membrane perméable à l'iode (I_2).

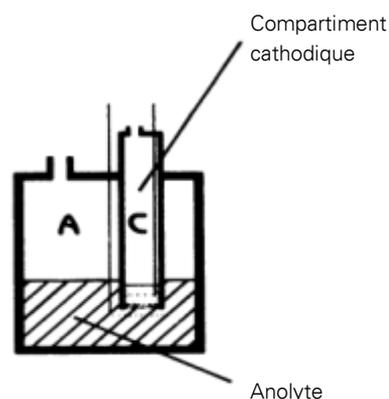


Four Karl Fischer

Figure 28 : Appareil de Karl Fischer (méthode coulométrique)



Injection de l'échantillon d'huile de jatropha



Compartiment cathodique

Anolyte

Figure 29 : Cellule de titration de l'appareil de Karl Fischer (méthode coulométrique)

Dans cette méthode, le diiode nécessaire au dosage est généré au fur et à mesure par voie électrochimique.

Lorsque le courant circule entre l'anode et la cathode, du diiode (I_2) se forme à l'anode (équation (12))



Ensuite, le diiode réagit avec l'eau présente dans le compartiment anodique selon une stoechiométrie 1:1 (Equation (11)).

La quantité d'eau ayant réagi est calculée suivant la loi de Faraday (Equation (13)):

$$m = \frac{M \cdot Q}{Z \cdot F} \quad (13)$$

où $m =$ masse d'eau (g)

$M =$ masse molaire de l'eau ($\frac{g}{mol}$)

$Q =$ charge électrique (C)

$Z =$ nombre d'électrons échangés = 2

$F =$ constante de Faraday = 96 485 ($\frac{C}{mole}$)

Lorsque toute l'eau est consommée, la réaction (13) ne se déroule plus. Le diiode formé à l'anode est donc réduit à la cathode (Equation (14)).



Par conséquent, le courant augmente et le point de fin de titrage est atteint (Figure 30). Le courant mesuré durant un temps t constituera la charge en ampère/seconde qui est directement proportionnelle à la quantité d'iode générée et donc à la quantité d'eau présente dans l'échantillon.

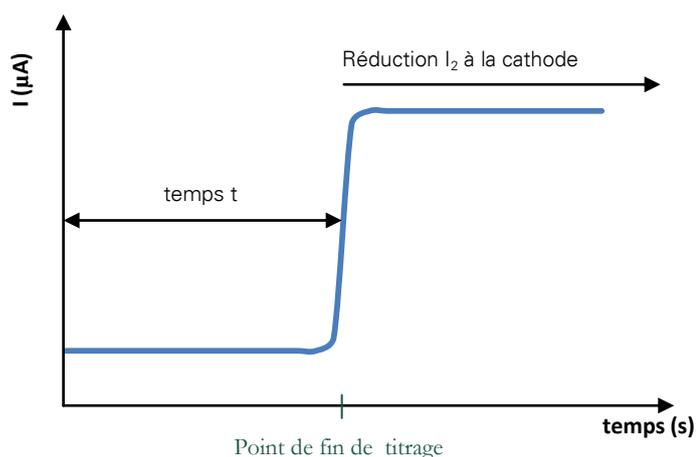


Figure 30 : Expression du courant en fonction du temps

MATERIEL

Outre l'appareil de Karl Fischer, l'analyse requiert :

- Une seringue d'injection de 1ml en verre avec embout
- Une puce magnétique à insérer dans la cathode de l'appareil
- Du sulfate de calcium (CaSO₄) anhydre pour faire office de dessèchant
- Un flacon d'anolyte pour le titrage coulométrique dans les huiles (Hydranal®- Coulomat Oil 500ml)
- Un flacon de catholyte (Hydranal®- Coulomat CG 25ml)
- Un échantillon standard dont la teneur en eau est connue (Hydranal® - Water Standard 0,1% ± 0,003% H₂O)
- Un flacon de méthanol (Hydranal®- méthanol)
- Une balance de précision (± 0,1 mg)

Tous les réactifs utilisés ont été fournis par Fluka® Analytical et Riedel-de-Haën®.

MODE OPERATOIRE

La préparation de l'analyse consiste tout d'abord à placer 100 ml d'Hydranal®- Coulomat Oil dans le compartiment anodique et 5ml d'Hydranal®- Coulomat CG dans le compartiment cathodique. Il convient ensuite d'éliminer les éventuelles traces d'eau présentes dans l'appareil en effectuant le titrage à blanc. Enfin, la teneur en eau d'un standard (Hydranal® - Water Standard) est déterminée par titrage et comparée avec sa valeur réelle (0,1% H₂O).

La préparation de l'échantillon consiste à prélever à l'aide de la seringue en verre environ 1ml d'huile de jatropha. La seringue est ensuite pesée et l'huile injectée dans le compartiment anodique. La seringue vide est ensuite pesée : la masse d'huile injectée est par conséquent connue. En fin de titrage, la teneur en eau obtenue est comparée à la masse d'huile de jatropha injectée.

Lorsque l'analyse des différents échantillons d'huile est accomplie, les réactifs sont récupérés dans un flacon de récupération de déchets organiques et la verrerie de l'appareil de Karl Fischer est nettoyée au méthanol puis séchée à 50°C à l'étuve.

b) Dosage coulométrique des graines de jatropha

Le titrage coulométrique de la teneur en humidité des graines de jatropha se déroule globalement de la même manière que le dosage de la teneur en eau de l'huile de jatropha. Néanmoins, l'analyse requiert dans le cas de la détermination de l'humidité des graines une préparation de l'échantillon (broyage des graines). De plus, l'échantillon n'est pas directement injecté dans le compartiment anodique mais dans un four à 220°C annexe à l'appareil de Karl Fischer (Figure 28). Les matières volatiles dégagées sont emmenées par un flux d'azote sec dans le compartiment anodique et seules les vapeurs d'eau seront titrées étant donné que l'analyse du dosage coulométrique par la méthode Karl Fischer est spécifique à l'eau.

MATERIEL

- Un pilon ainsi qu'un mortier en porcelaine pour broyer les graines
- Une puce magnétique à insérer dans la cathode de l'appareil
- Un petit chariot en verre afin d'y déposer les échantillons solides
- Du sulfate de calcium (CaSO₄) anhydre pour faire office de dessèchant
- Un flacon d'anolyte pour le titrage coulométrique (Hydranal[®]- Coulomat A 500ml)
- Un flacon de catholyte (Hydranal[®]- Coulomat CG 25ml)
- Un étalon solide pour le contrôle du four (Hydranal[®] - Water Standard 5,55 ± 0,05% H₂O)
- Un flacon de méthanol (Hydranal[®]- méthanol)
- Une balance de précision (± 0,1 mg près)

Tous les réactifs utilisés ont été fournis par Fluka[®] Analytical et Riedel-de-Haën[®].

MODE OPERATOIRE

La préparation de l'analyse consiste tout d'abord à placer 150 ml d'Hydranal[®]- Coulomat A dans le compartiment anodique et 5ml d'Hydranal[®]- Coulomat CG dans le compartiment cathodique. Le four est allumé et sa température est fixée à 220°C. Un flux d'azote sec est maintenu constant du four au compartiment anodique durant toute la durée de l'analyse. Les éventuelles traces d'eau présentes dans l'appareil sont ensuite éliminées en effectuant un titrage à blanc. Enfin, une quantité précise de l'étalon solide est placée dans le chariot qui est inséré dans le four. Le contenu en eau de l'étalon obtenu après la fin du titrage est comparé à la valeur réelle (5,55 ± 0,05% H₂O).

La préparation de l'échantillon consiste tout d'abord à broyer quelques graines dans un mortier en porcelaine. Le broyat est ensuite placé dans le charriot en verre et pesé. Le tout est inséré dans le four à 220°C. Lorsque le titrage est terminé, le charriot est rincé, essuyé et pesé. La masse de broyat dosé est par conséquent connue et la fraction massique en eau également. Le charriot en verre est ensuite replacé vide dans le four afin d'effectuer un essai à blanc. En effet, lors de l'insertion du charriot dans le four, ce dernier est en contact avec l'atmosphère ambiante laissant ainsi entrer de l'air contenant une certaine humidité. Il est donc nécessaire de pouvoir doser la fraction d'air humide qui a pénétré l'enceinte du four. Cette teneur en eau dite « teneur à blanc » est soustraite de la teneur en eau de l'échantillon dosé. Lorsque la teneur en eau à blanc est déterminée, le dosage d'un 2^{ème} échantillon de graines peut être effectué.

Lorsque l'analyse des différents échantillons est accomplie, les réactifs sont récupérés dans un flacon de récupération de déchets organiques et la verrerie de l'appareil de Karl Fischer est nettoyée au méthanol puis séchée à 50°C à l'étuve.

E. Résultats détaillés du contenu en eau de l'huile de jatropha

a) Standard Karl-Fischer

Avant la détermination du taux d'humidité d'échantillons d'huile de jatropha, la teneur en eau d'un standard contenant 0,1 % d'eau est évaluée afin de valider le fonctionnement de l'appareil Karl Fischer. Le standard est analysé 5 fois dans les mêmes conditions expérimentales (Tableau 28).

Tableau 28 : Teneur en eau d'un standard (0,1% en eau) par la méthode Karl Fischer

Masse de la seringue avec l'huile (g)	Masse de la seringue après injection (g)	Masse de l'huile injectée (g)	Teneur en eau (µg)	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
14,6238	13,6944	0,9294	919,5	0,098934797		
14,5465	13,7473	0,7992	808,9	0,101213714		
14,6807	13,7557	0,9250	937,0	0,101297297	0,101	0,002
14,6716	13,7496	0,9220	956,2	0,103709328		
14,6238	13,6944	0,9294	919,5	0,098934797		

La teneur en eau de six échantillons d'huile de jatropha est ensuite déterminée. Les résultats détaillés obtenus par la méthode à l'étuve et Karl Fischer sont exposés pour chacun des échantillons.

b) Echantillon Teriya-Bugu

- METHODE A L'ETUVE

Tableau 29 : Teneur en eau de l'échantillon Teriya Bugu (méthode à l'étuve)

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec l'huile(g)	Masse d'huile (g)	Masse du cristalliseur après 2h à l'étuve (g)	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
31,0826	43,1126	12,0300	43,1027	0,082294264		
27,3929	42,2998	14,9069	42,2888	0,073791332	0,075	0,006
28,8705	40,8487	11,9782	40,8403	0,070127398		

- METHODE KARL FISCHER

Tableau 30 : Teneur en eau de l'échantillon Teriya Bugu (méthode Karl Fischer)

Masse de la seringue avec l'huile (g)	Masse de la seringue après injection (g)	Masse de l'huile injectée (g)	Teneur en eau (µg)	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
14,4777	13,7088	0,7689	466	0,060606061		
14,5715	13,7036	0,8679	527	0,060721281		
14,5365	13,688	0,8485	519,6	0,061237478	0,062	0,001
14,5497	13,7059	0,8438	517	0,061270443		
14,5388	13,6912	0,8476	543,8	0,064157622		

c) Echantillon Alterre

- METHODE A L'ETUVE

Tableau 31 : Teneur en eau de l'échantillon ALTERRE (méthode à l'étuve)

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec l'huile(g)	Masse d'huile (g)	Masse du cristalliseur après 2h à l'étuve	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
30,4912	38,3358	7,8446	38,3238	0,152971471		
26,9162	49,1768	22,2606	49,1425	0,154083897	0,151	0,005
27,32	54,5964	27,2764	54,5569	0,144813832		

- METHODE KARL FISCHER

Tableau 32 : Teneur en eau de l'échantillon ALTERRE (méthode Karl Fischer)

Masse de la seringue avec l'huile (g)	Masse de la seringue après injection (g)	Masse de l'huile injectée (g)	Teneur en eau (µg)	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
14,61	13,6819	0,9281	946,5	0,101982545		
14,5771	13,6857	0,8914	906,5	0,101693965		
14,5829	13,693	0,8899	904,1	0,101595685	0,102	0,000
14,6694	13,6827	0,9867	1007	0,102057363		
14,4125	13,6968	0,7157	728,8	0,101830376		

d) Echantillon HUICOTRAC

- METHODE A L'ETUVE

Tableau 33 : Teneur en eau de l'échantillon HUICOTRAC (méthode à l'étuve)

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec l'huile(g)	Masse d'huile (g)	Masse du cristalliseur après 2h à l'étuve	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
28,8688	39,3261	10,4573	39,3079	0,174041100		
30,4876	40,0326	9,5450	40,0164	0,169722368	0,170	0,004
27,3183	36,9623	9,6440	36,9462	0,166943177		

- METHODE KARL FISCHER

Tableau 34 : Teneur en eau de l'échantillon HUICOTRAC (méthode Karl Fischer)

Masse de la seringue avec l'huile (g)	Masse de la seringue après injection (g)	Masse de l'huile injectée (g)	Teneur en eau (µg)	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
14,6542	13,6160	1,0382	782,7	0,075390098		
14,5423	13,6263	0,9160	666,6	0,072772926		
14,5218	13,6278	0,8940	622,3	0,069608501	0,071	0,003
14,3900	13,6206	0,7694	512,8	0,066649337		
14,5475	13,6296	0,9179	638,4	0,06955006		

e) Echantillon Fiole

- METHODE A L'ETUVE

Tableau 35 : Teneur en eau de l'échantillon Fiole (méthode à l'étuve)

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec l'huile(g)	Masse d'huile (g)	Masse du cristalliseur après 2h à l'étuve	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
26,9146	37,6319	10,7173	37,6061	0,240732274		
30,9158	40,1068	9,1910	40,0818	0,272005223	0,265	0,022
31,0798	40,2187	9,1389	40,1928	0,283403911		

- METHODE KARL FISCHER

Tableau 36 : Teneur en eau de l'échantillon Fiole (méthode Karl Fischer)

Masse de la seringue avec l'huile (g)	Masse de la seringue après injection (g)	Masse de l'huile injectée (g)	Teneur en eau (µg)	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
14,6222	13,6592	0,9630	944,0	0,098026999		
14,4076	13,6578	0,7498	743,1	0,099106428		
14,7195	13,6566	1,0629	1060,2	0,099745978	0,099	0,001
14,5589	13,6219	0,9370	918,2	0,097993597		
14,5184	13,6243	0,8941	905,5	0,101275025		

f) Echantillon Coton A3 filtrec

- METHODE A L'ETUVE

Tableau 37 : Teneur en eau de l'échantillon Coton A3 (méthode à l'étuve)

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec l'huile(g)	Masse d'huile (g)	Masse du cristalliseur après 2h à l'étuve	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
31,0989	44,4400	13,3411	44,415	0,187390845		
31,6481	42,6647	11,0166	42,6426	0,200606358	0,204	0,018
31,2848	40,5700	9,2852	40,5492	0,224012407		

- METHODE KARL FISCHER

Tableau 38 : Teneur en eau de l'échantillon Coton A3 (méthode Karl Fischer)

Masse de la seringue avec l'huile (g)	Masse de la seringue après injection (g)	Masse de l'huile injectée (g)	Teneur en eau (µg)	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
14,638	13,6607	0,9773	1037,1	0,106118899		
14,7021	13,6321	1,0700	1178,2	0,11011215		
14,5687	13,6318	0,9369	909,6	0,097086135	0,096	0,012
14,429	13,6528	0,7762	679	0,087477454		
14,7044	13,6484	1,0560	857,7	0,081221591		

G) ECHANTILLON COTON A3 FILTREE (N)

- METHODE A L'ETUVE

Tableau 39 : Teneur en eau de l'échantillon Coton A3 (N) (méthode à l'étuve)

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec l'huile(g)	Masse d'huile (g)	Masse du cristalliseur après 2h à l'étuve	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
27,3192	37,3139	9,9947	37,289	0,249132040		
28,8687	38,9526	10,0839	38,928	0,243953232	0,235	0,020
30,4886	43,8319	13,3433	43,8037	0,211342022		

- METHODE KARL FISCHER

Tableau 40 : Teneur en eau de l'échantillon Coton A3 (N) (méthode Karl Fischer)

Masse de la seringue avec l'huile (g)	Masse de la seringue après injection (g)	Masse de l'huile injectée (g)	Teneur en eau (µg)	Teneur en eau (%)	Teneur en eau moyenne (%)	Ecart-type (%)
14,5718	13,6589	0,9129	1104,8	0,121020922		
14,5693	13,6544	0,9149	1128,4	0,123335884		
14,6099	13,6525	0,9574	1204,4	0,125799039	0,123	0,003
14,5805	13,6535	0,9270	1178,8	0,127162891		
14,4508	13,6678	0,7830	932,9	0,119144317		

F. Résultats détaillés du viscosimètre Hoesppler

a) Principe du viscosimètre Hoesppler

La viscosité dynamique mesurée à l'aide d'un viscosimètre à chute de bille Hoesppler consiste à faire tomber une bille sphérique dans un tube incliné et gradué contenant un liquide visqueux. La durée de la chute de la bille effectuant une distance bien précise est calculée. La viscosité dynamique η peut ainsi en être déduite via l'équation (4).

Le viscosimètre Hoesppler est fourni avec un lot de 5 billes différentes en verre ou métalliques. Il convient d'utiliser une bille dont le temps de chute est suffisamment long afin que la vitesse de la bille soit constante entre les graduations de mesure. En effet, dans un premier temps, la bille est d'abord animée par un mouvement uniformément accéléré. Lorsque la résistance à l'écoulement est égale et opposée au poids, le mouvement de la bille devient rectiligne et uniforme.

La constante k (équation (4)) dépend des caractéristiques de la bille utilisée mais également de la densité du liquide. Pour chaque mesure, outre relever la température, il convient également de déterminer la densité du liquide en pesant un volume précis de liquide. La constante k est calculée d'après le Tableau 41, fourni avec le manuel d'utilisation de l'appareil :

Tableau 41 : Table des valeurs de k en fonction du type de bille et de la densité du liquide considéré

Constante k en fonction du type de bille ($\text{cP}\cdot\text{s}^{-1}$)					
densité	a	b	c	d	e
0,70	0,0331	0,261	1,87	17,4	286
0,75	0,0321	0,253	1,86	17,3	284
0,80	0,0311	0,246	1,85	17,2	282
0,85	0,0302	0,238	1,83	17,1	280
0,90	0,0292	0,230	1,82	16,9	278
0,95	0,0282	0,223	1,81	16,8	276
1,00	0,0273	0,215	1,79	16,7	274
1,05	0,0263	0,208	1,78	16,6	272
1,10	0,0253	0,200	1,77	16,5	270
1,15	0,0244	0,192	1,75	16,3	268
1,20	0,0234	0,185	1,74	16,2	265
1,25	0,0224	0,177	1,73	16,1	263
1,30	0,0215	0,170	1,71	16,0	261
1,35	0,0205	0,162	1,7	15,8	259
1,40	0,0195	0,154	1,69	15,7	257
1,45	0,0186	0,147	1,67	15,6	255
1,50	0,0176	0,139	1,66	15,5	253
1,55	0,0166	0,131	1,65	15,4	251

Pour des valeurs de densité intermédiaires à celles indiquées dans le tableau, on considère que la variation de la constante k est linéaire. Les valeurs de k peuvent par conséquent être déterminées par interpolation linéaire.

b) Résultats détaillés

- ETUDE DE LA VISCOSITE DE L'EAU DISTILLEE A 23°C

Afin de valider l'utilisation du viscosimètre, des mesures de viscosité de l'eau distillée à 23°C ont été réalisées (Tableau 42).

Tableau 42 : Mesures de viscosité de l'eau à 23°C à l'aide d'un viscosimètre Hoeppler

Type de bille	Densité de l'eau	Coefficient k (cP.s ⁻¹)	Temps de la chute (s)	Temps moyen de la chute (s)	Viscosité (cP)
a	0,9973	0,027354	36,15	37,70	1,0312
			37,00		
			37,21		
			39,02		
			38,52		
			38,28		

Idéalement, il faudrait utiliser une autre bille dont la durée de chute est plus longue. En effet, la détermination du temps de chute étant manuelle (déclenchement et arrêt du chronomètre manuel) et dépendante de l'expérimentateur (détermination visuelle du franchissement par la bille de la zone de mesure), des erreurs peuvent se produire. Ceci pourrait expliquer l'écart de mesure entre la valeur expérimentale et la valeur réelle de la viscosité dynamique de l'eau à 23°C (0,933 cP)⁴⁸.

- ETUDE DE LA VISCOSITE D'UN MELANGE HUILE DE JATROPHA / GAZOLE EN FONCTION DE LA TENEUR EN DIESEL

La viscosité de différents mélanges d'huile de jatropha/diesel avec des teneurs en diesel variables est déterminée en Belgique. Les résultats détaillés sont repris dans le Tableau 43.

Tableau 43 : Mesures de viscosité de mélanges huile de jatropha/gazole à 23°C

Proportion de diesel (%)	Type de bille	Densité	Coefficient k (cP.s)	Temps de chute (s)	Temps de chute moyen (s)	Viscosité (cP)
0	b	0,9127	0,2283	269,56	272,15	62,14
				271,97		
				274,93		
10	b	0,9056	0,2293	201,59	200,54	45,98
				200,60		
				199,43		
20	b	0,8944	0,2309	148,23	145,79	33,66
				145,58		
				143,52		
40	b	0,8810	0,2330	83,39	83,08	19,36
				83,21		
				82,65		

⁴⁸ Valeur obtenue via la table des caractéristiques physiques de l'eau (http://www.thermexcel.com/french/tables/eau_atm.htm)

50	b	0,8788	0,2334	60,79 59,61 60,22	60,21	14,05
60	b	0,8596	0,2364	44,54 44,10 44,68	44,44	10,51
80	a	0,8400	0,0304	194,56 194,21 194,28	194,35	5,91
100	a	0,8235	0,0307	117,31 117,19 115,16	116,55	3,58

- ÉTUDE DE LA VISCOSITE DE L'HUILE DE JATROPHA EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

La viscosité de l'huile pure de jatropha est déterminée à différentes températures (Tableau 44). Le coefficient k est calculé sur base de la masse volumique de l'huile de jatropha à 27°C, à savoir $888 \frac{kg}{m^3}$.

Tableau 44 : Viscosité de l'huile de jatropha à différentes températures

Température (°C)	Type de bille	Coefficient k (cP.s ⁻¹)	Temps de chute (s)	Viscosité (cP)
27	b	0,23192	219,58	50,92
31	b	0,23192	175,83	40,80
35	b	0,23192	157,84	36,61
42	c	1,8224	15,36	27,99
46	b	0,23192	95,58	22,16
55	c	1,8224	10,90	19,86
57	c	1,8224	10,23	18,64
64	b	0,23192	63,59	14,75
67	b	0,23192	57,52	13,34

G. Détermination de la durée de chauffage des graines de jatropha à l'étuve

a) Principe

A l'aide d'une balance de précision à 0,01g et à 0,1 mg près, environ 200g et 40g de graines de jatropha broyées sont respectivement pesées dans un cristalliseur en verre préalablement séché et taré. Le cristalliseur contenant la prise d'essai est placé durant 3 heures dans une étuve thermostatée dont la température est fixée à 103°C et ensuite pesé. L'opération de chauffage est ensuite répétée avec des séjours successifs de 1 heure. Lorsque la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse plus 0,1% en masse de la prise d'essai, le temps de chauffage optimal est atteint.

Quatre échantillons de broyat de graines provenant d'un même lot issu d'une haie de jatropha en pourtour d'un champ à Kouniana sont placés à l'étuve (Tableau 45).

b) Résultats

Tableau 45 : Teneur en eau de graines de jatropha pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec le broyat (g)	Masse du broyat (g)	Masse du cristalliseur (g) après			Teneur en eau après 4h de séchage (%)
			3h de chauffage	4h de chauffage	5h de chauffage	
30,4878	41,3617	10,8739	40,5932	40,5867	40,5838	7,127
31,0801	38,2082	7,1281	37,7068	37,6966	37,6956	7,177
107,53	174,03	66,5	169,39	169,36	169,36	7,022
99,79	209,27	109,48	201,7	201,65	201,64	6,960

Tableau 46 : Teneur en eau moyenne de graines de jatropha pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve

Teneur en eau moyenne après 4 heures de chauffage (%)	Ecart-type (%)
7,072	0,098

Les résultats du Tableau 46 montrent un écart-type faible comparativement à la valeur moyenne (écart-type relatif proche de 1%). Les résultats de teneur en eau peuvent donc être exploités. Etant donné que la perte de masse du deuxième réplicat entre 3h et 4h de chauffage dépasse de 0,1% la masse de prise d'essai, une durée de 3h de chauffage ne peut être retenue. En revanche, la perte de masse des quatre réplicats entre 4h et 5h de chauffage est nulle ou inférieure à 0,1% de la masse de prise d'essai. Le temps de séchage optimal est donc évalué à 4 heures de chauffage à 103°C.

H. Résultats détaillés du contenu en eau des graines de jatropha

a) Standard Karl Fischer

Avant la détermination du taux d'humidité présent dans les graines de jatropha, la teneur en eau d'un étalon solide pour le contrôle du four contenant $5,55 \pm 0,05\%$ d'eau est analysée. Le standard est analysé deux fois dans les mêmes conditions expérimentales.

Tableau 47 : Teneur en eau de l'étalon solide pour la méthode Karl Fischer

Masse du chariot vide (g)	Masse du chariot avec l'étalon (g)	Masse de l'étalon solide (g)	Teneur en eau (μg)	Blanc (μg)	Teneur en eau (%)	Teneur moyenne en eau (%)	Ecart-type
19,8624	19,751	0,1114	6185	45,7	5,511	5,512	0,001
19,7523	19,8353	0,083	4595,2	19,3	5,513		

b) Echantillons de graines de jatropha provenant de Kouniana

- METHODE A L'ETUVE

La teneur en eau de huit échantillons de graines broyées dans un mortier en aluminium est déterminée.

Tableau 48 : Teneur en eau de huit échantillons de graines de jatropha par la méthode à l'étuve

Masse du cristalliseur vide (g)	Masse du cristalliseur avec le broyat (g)	Masse de broyat (g)	Masse du cristalliseur après 4h à l'étuve (g)	Teneur eau (%)	Teneur moyenne en eau (%)	Ecart-type
107,5	150,01	42,51	146,79	7,574688309		
104,33	174,5	70,17	169,17	7,595838677		
99,77	184,52	84,75	177,95	7,752212389		
248,32	334,3	85,98	327,52	7,88555478	7,572	0,171
104,33	170,49	66,16	165,53	7,496977025		
99,77	178,45	78,68	172,64	7,384341637		
107,53	195,3	87,77	188,78	7,428506323		
248,31	328,61	80,3	322,62	7,459526775		

- METHODE KARL FISCHER

La teneur en eau de six échantillons de graines broyées dans un mortier en porcelaine est déterminée.

Tableau 49 : Teneur en eau de huit échantillons de graines de jatropha par la méthode Karl Fischer

Masse du charriot vide (g)	Masse du charriot avec le broyat (g)	Masse de broyat (g)	Teneur en eau (μg)	Blanc (μg)	Teneur en eau (%)	Teneur moyenne en eau (%)	Ecart-type
19,7515	19,8749	0,1234	11973,3	480	9,313857374		
19,751	19,8827	0,1317	13923,4	13,1	10,56211086		
19,7519	19,84	0,0881	8355,2	15,2	9,466515323	9,775	0,701
19,7519	19,8495	0,0976	9232,3	13,3	9,445696721		
19,7517	19,8439	0,0922	10086,1	166,3	10,75900217		
19,752	19,8226	0,0706	6437,8	11,4	9,102549575		

I. Résultats détaillés des expériences relatives à l'étude de la stabilité de l'huile de jatropha lors du stockage

Cette annexe reprend les résultats détaillés des deux expériences menées à Koutiala :

- expérience des 3 cuves
- expérience de l'huile de jatropha au contact de l'air

a) Expérience des 3 cuves

Les résultats détaillés de l'indice d'acide de l'expérience des 3 cuves sont repris dans le Tableau 50 et sont calculés sur base de l'équation (1) tandis que le Tableau 51 comprend les mesures concernant l'indice peroxyde. Ce dernier est calculé via l'équation (15) d'après la norme NFT 60 220:

$$\frac{(V_{\text{thiosulfate éch}} - V_{\text{thiosulfate blanc}}) * N_{\text{thiosulfate}}}{m_{\text{huile}}} * 1000 \quad (15)$$

où $V_{\text{thiosulfate éch}}$ = volume de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage de l'échantillon (ml)

$V_{\text{thiosulfate blanc}}$ = volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc (ml)

$N_{\text{thiosulfate}}$ = normalité de la solution de thiosulfate de sodium $\left(\frac{\text{mol}}{\text{l}}\right) = 0,01 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$

m_{huile} = masse d'huile analysée (g)

L'acidité et l'indice peroxyde sont mesurés lors de la mise en place de l'expérience le 14 avril 2010 et valent respectivement 8,44 mg KOH/g et 3,57 méq O₂/kg.

Tableau 50 : Résultats détaillés de l'acidité de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant (« expérience des 3 cuves »)

		Masse d'huile (g)	Volume de KOH (ml)	Concentration [KOH] (mol/l)	Indice d'acide
21-avr	Métal	2,684	20,4	0,02	8,53
	Métal peint	1,928	14,9	0,02	8,67
	Caoutchouc	2,108	16,2	0,02	8,62
28-avr	Métal	2,294	18,7	0,02	9,47
	Métal peint	2,345	18,8	0,02	9,31
	Caoutchouc	1,913	15	0,02	9,11
05-mai	Métal	2,209	16,8	0,02	8,82
	Métal peint	2,232	16,6	0,02	8,62
	Caoutchouc	2,360	17,6	0,02	8,65
12-mai	Métal	2,21	3,4	0,1	8,63
	Métal peint	2,47	3,8	0,1	8,63
	Caoutchouc	2,20	3,45	0,1	8,80

Tableau 51 : Résultats détaillés de l'indice peroxyde de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant ("expérience des 3 cuves")

		Masse d'huile (g)	Volume de thiosulfate (ml)	Blanc (ml)	Indice peroxyde
21-avr	Métal	2,205	0,95	0,1	3,85
	Métal peint	2,102	0,8	0,1	3,33
	Caoutchouc	2,370	1	0,1	3,80
28-avr	Métal	2,18	1,5	0,1	6,42
	Métal peint	2,45	1,6	0,1	6,12
	Caoutchouc	2,37	1,6	0,1	6,33
12-mai	Métal	2,39	1,6	0,1	6,28
	Métal peint	2,43	1,8	0,1	7,00
	Caoutchouc	2,42	1,7	0,1	6,61

Remarques :

- Les masses dont la précision n'excède pas 0,01g indiquent que les mesures ont été effectuées dans le laboratoire de Fanta Madi Keita qui ne dispose que d'une balance précise à 0,01g près.
- Le volume titrant de thiosulfate de sodium étant faible, la précision de l'indice peroxyde peut être affectée. Par conséquent, il a été recommandé au laborantin de Fanta Madi Keita de préparer à l'avenir des solutions de thiosulfate de sodium dont la concentration équivaut à 0,002 mol/l.

b) Expérience de l'huile de jatropha au contact de l'air

Les résultats détaillés de l'indice d'acide de l'expérience de l'huile de jatropha au contact de l'air sont repris dans le Tableau 51 et sont calculés sur base de l'équation (1) tandis que le

Tableau 53 comprend les mesures concernant l'indice peroxyde calculé selon l'équation (15).

L'acidité et l'indice peroxyde sont mesurés lors de la mise en place de l'expérience le 6 avril 2010 et valent respectivement 4,44 mg KOH/g et 5,87 méq O₂/kg. Lors de la première semaine d'analyse, les échantillons sont testés en duplicata. Les valeurs en rouge indiquent des valeurs aberrantes.

Tableau 52 : Résultats détaillés de l'acidité de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant (expérience de « l'huile de jatropha au contact de l'air »)

		Masse d'huile (g)	Volume de KOH (ml)	Concentration [KOH] (mol/l)	Indice d'acide
13-avr	Plastique	1,059	1	0,1	5,30
		2,390	4,6	0,02	2,13
	Plast couvert	2,470	2,1	0,1	4,77
		2,669	9,1	0,02	3,77
	Lait extérieur	2,78	2,4	0,1	4,84
		2,544	7,5	0,02	3,26
	Verre 1/2	1,978	1,7	0,1	4,82
		2,096	10	0,02	5,28
	Verre	2,161	2	0,1	5,19

		2,676	12,2	0,02	5,05	5,12
	Lait intérieur	2,118	1,9	0,1	5,03	
		2,176	10	0,02	5,09	5,06
20-avr	Plastique	2,332	9,5	0,02	4,57	
	Plast couvert	2,411	9,6	0,02	4,47	
	Lait extérieur	2,194	10,25	0,02	5,24	
	Verre 1/2	2,172	10,25	0,02	5,30	
	Verre	2,38	10,9	0,02	5,14	
	Lait intérieur	2,107	9,4	0,02	5,01	
27-avr	Plastique	2,356	9,8	0,02	4,83	
	Plast couvert	2,351	10,6	0,02	5,24	
	Lait extérieur	2,098	10,0	0,02	5,54	
	Verre 1/2	2,557	12,4	0,02	5,63	
	Verre	2,392	10,2	0,02	4,95	
	Lait intérieur	2,186	10,5	0,02	5,58	
04-mai	Plastique	2,254	10,2	0,02	5,25	
	Plast couvert	2,773	12,2	0,02	5,10	
	Lait extérieur	2,508	11,0	0,02	5,08	
	Verre 1/2	2,28	10,2	0,02	5,19	
	Verre	2,272	10,0	0,02	5,20	
	Lait intérieur	2,208	10,0	0,02	5,25	

Tableau 53 : Résultats détaillés de l'indice peroxyde de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant (expérience de « l'huile de jatropha au contact de l'air »)

		Masse d'huile (g)	Volume de thiosulfate (ml)	Blanc (ml)	Indice peroxyde	
13-avr	Plastique	0,995	0,6	0,1	5,03	
		1,498	1,1	0,1	6,68	5,85
	Plast couvert	1,875	1,6	0,1	8,00	
		1,429	1,2	0,1	7,70	7,85
	Lait extérieur	1,892	1,8	0,1	8,99	
		1,833	1,5	0,1	7,64	8,31
	Verre 1/2	2,049	2,8	0,1	13,18	
		2,327	-	0,1	-	13,18
	Verre	2,094	1,2	0,1	5,25	
		1,756	1,2	0,1	6,26	5,76
	Lait intérieur	2,127	1,6	0,1	7,05	
		2,399	1,4	0,1	5,42	6,24
20-avr	Plastique	2,075	0,9	0,1	3,86	
	Plast couvert	2,082	1,6	0,1	7,20	
	Lait extérieur	2,201	2,2	0,1	9,54	
	Verre 1/2	2,19	3,5	0,1	15,53	
	Verre	2,064	1,5	0,1	6,78	
	Lait intérieur	2,107	1,1	0,1	4,75	

27-avr	Plastique	2,29	1,3	0,2	4,80
	Plast couvert	2,30	2,3	0,2	9,13
	Lait extérieur	2,29	2,9	0,2	11,79
	Verre 1/2	2,69	9,4	0,2	34,20
	Verre	2,30	2,4	0,2	9,57
	Lait intérieur	2,47	1,9	0,1	7,29
04-mai	Plastique	2,225	1,7	0,1	7,19
	Plast couvert	1,817	1,6	0,1	8,26
	Lait extérieur	2,394	1,4	0,1	5,43
	Verre 1/2	2,423	10,3	0,1	42,10
	Verre	2,022	2,6	0,1	12,36
	Lait intérieur	1,995	1,8	0,1	8,52

J. Résultats détaillés du contenu en huile des graines et des tourteaux de jatropha

Le Tableau 54 reprend les mesures détaillées des analyses de teneur en huile effectuées sur des échantillons de tourteau à différents moments de pressage. Quant aux mesures de teneur en huile de graines de jatropha de différents écotypes ou récoltées il y a un an et plus, celles-ci sont reprises respectivement dans le Tableau 55 et Tableau 56.

Tableau 54 : Mesures détaillées de la teneur en huile de tourteaux de jatropha en fonction de la durée de pressage

Moment de prélèvement du tourteau	Masse de broyat (g)	Masse du ballon vide (g)	Masse finale du ballon (g)	Teneur en huile (%)
Début de pressage	89,995	160,905	170,205	10,33
Milieu de pressage	89,972	160,858	166,656	6,44
Fin de pressage	77,68	160,889	166,566	7,31

Tableau 55 : Mesures détaillées de la teneur en huile de graines de jatropha provenant de différents écotypes

Ecotype	Masse de broyat (g)	Masse du ballon vide (g)	Masse finale du ballon (g)	Teneur en huile (%)
Mali	70,821	160,9	185,193	34,30
Bénin	80,521	160,984	188,468	34,13
Ghana	94,055	160,917	195,514	36,78
Inde	104,098	160,975	196,396	34,03

Tableau 56 : Mesures détaillées de la teneur en huile de graines récoltées il y a 1 an et plus

Ancienneté des graines	Masse de broyat (g)	Masse du ballon vide (g)	Masse finale du ballon (g)	Teneur en huile (%)
Récolte 2008	97,072	160,925	195,47	35,59
Récolte 2007 et avant	68,392	160,956	178,26	25,30

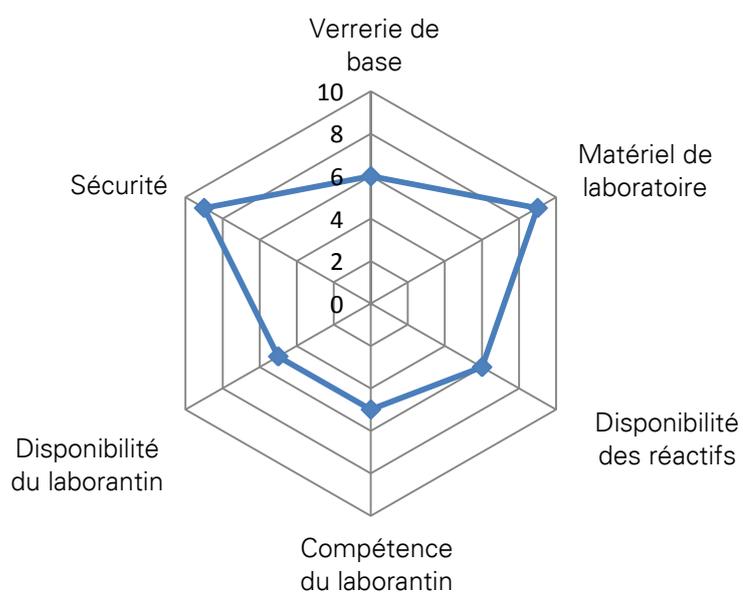
K. Evaluation des compétences du laboratoire FA.MA.B

Les compétences des laboratoires FA.MA.B et HUICOTRAC à Koutiala ainsi que CERFITEX à Ségou font l'objet d'un rapport interne au projet ALTERRE. A titre d'exemple, l'évaluation des compétences du laboratoire FA.MA.B est exposée ci-dessous



EVALUATION DES COMPETENCES DU LABORATOIRE FA.MA.B

Entreprise	FA.MA.B & S.M.O.
Contact	Mr Tieta 76 01 64 73



	+	-
Matériel de laboratoire	Globalement très bien équipé	Quelques éléments de la verrerie de base manquants
Réactifs	Ceux nécessaires à l'huile de coton sont disponibles	Pas de test peroxyde ni phospholipides : tous les réactifs nécessaires à l'analyse de l'huile ne sont donc disponibles
Compétences laborantin	Consciencieux dans leur travail	Le chef du laboratoire "empêche" toute curiosité
Disponibilité laborantin	Disposés à réaliser des teneurs en huile	Aucune ! Former un laborantin aux analyses sur le jatropha semble quasi impossible
Sécurité	Local climatisé avec hotte de sécurité	Arrivée d'eau souvent coupée !

- MATERIEL DE LABORATOIRE

Le laboratoire est bien équipé. Ainsi, il dispose :

- d'une balance analytique (précision à 0,001 près)
- d'une étuve
- d'une centrifugeuse
- de chauffe-ballons
- d'une hotte de sécurité
- d'un dispositif permettant de préparer de l'eau déminéralisée

Néanmoins, en ce qui concerne la verrerie de base, le laboratoire n'en possède pas énormément. Il leur manque notamment une 2^{ème} burette, des matrass pour effectuer des dilutions et des verre-à-pied pour mesurer des volumes avec plus de précisions.

- REACTIFS

Concernant la fourniture en réactifs, une personne de contact est chargée de les acheter sur Bamako. Les réactifs nécessaires à l'analyse de l'huile de coton sont disponibles en suffisance. De toute façon, le laboratoire disposant d'un système de chauffage à reflux, l'éther diéthylique et l'éthanol (solvants pour l'indice d'acide) sont récupérés par distillation.

Cependant, le laboratoire n'effectue pas de mesures d'indice peroxyde ni de teneur en phospholipides.

- COMPETENCE ET DISPONIBILITE DES LABORANTINS

L'usine fonctionnant 24h/24h, une équipe de laborantins se relaie jour et nuit : l'accès au laboratoire ne pose par conséquent aucun problème.

Les laborantins effectuent consciencieusement un petit nombre de manipulations sur l'huile (humidité et acidité) et les graines de coton (humidité et % impuretés, coque, graine et amande). Les laborantins sont peu disponibles, il paraît donc difficile de les former sur de nouvelles analyses telles que l'indice peroxyde

- SECURITE

Elément essentiel, le laboratoire est climatisé. L'usine fonctionnant 24h/24h, 7j/7j, la température du local reste constamment à 20°C, 25°C : le stockage et la manipulation de solvants très volatils tels que l'éther diéthylique et l'hexane se fait donc sans risque. De plus, lors d'une coupure d'électricité, l'usine fonctionne sur groupes électrogènes assurant ainsi une alimentation en courant continue. Néanmoins, il est fréquent que l'arrivée d'eau soit coupée : celle-ci étant utilisée pour le lavage des cuves de l'usine ou tout simplement l'arrosage des fleurs du parterre du Directeur de l'huilerie... Il s'agit par conséquent d'être vigilant lors d'un chauffage à reflux qui nécessite de faire passer un débit d'eau dans la colonne de refroidissement mais également lors du dosage de la teneur en huile par la méthode Soxhlet. Globalement, la sécurité du laboratoire FA.MA.B est relativement élevée.

1. Analyses réalisées

Grâce au matériel disponible au sein du laboratoire, les analyses suivantes ont pu être réalisées sur de l'huile et des graines de jatropha :

- Humidité ;
- Acidité (titrage au KOH) ;
- Indice peroxyde (grâce aux réactifs reçus via Lacina Dembele) ;
- Teneur en huile des graines et des tourteaux.

2. Prévisions

Comment envisager la collaboration à l'avenir avec FA.MA.B durant :

a) La phase test

Idéalement, étant donné que le laboratoire FA.MA.B est très bien équipé, il faudrait qu'une personne chargée d'analyser l'huile de jatropha puisse disposer du laboratoire tout comme cela se déroule actuellement avec mes analyses.

b) La phase normale de production

FA.MA.B ne semble point intéressé de sous-traiter les analyses de jatropha pour ALTERRE. Par conséquent, il convient de fixer avec Mr Lacina Dembélé (laboratoire HUICOTRAC) quels types d'analyses il pourrait réaliser (cf . Evaluation des compétences du laboratoire de Fanta Madi Keita). A défaut, il faudra se rediriger vers un laboratoire d'analyse tel que Serfitex à Ségou ou le Laboratoire National de la Santé à Bamako.

3. Illustrations du laboratoire



BIBLIOGRAPHIE

- [1] UN – United Nations. Déclaration du Millénaire
<http://www.un.org/french/millenaire/ares552f.htm>
- [2] UNDP – United Nations Development Programme. Objectifs du Millénaire
http://hdr.undp.org/en/media/hdr03_fr_overview.pdf
- [3] EC – European Commission. Fiche d'information « Pour répondre ensemble aux défis énergétiques du 21ème siècle »
http://ec.europa.eu/development/icenter/repository/africa_ue_energy_partnership_fiche01_fr.pdf
- [4] A. Brew-Hammond and A. Crole-Rees. 2004
Reducing rural poverty through Increased access to energy services: A review of the multifunctional platform project in Mali. UNDP report.
http://waterwiki.net/images/6/65/Reducing_Rural_Poverty_2004.pdf
- [5] RIAED – Réseau International d'Accès aux Energies Durables
Bilan sur l'accès à l'énergie des pays de l'Afrique subsaharienne.
Séminaire international sur l'accès à l'énergie et la lutte contre la pauvreté
http://www.riaed.net/IMG/pdf/Conf-03_Bilan_Afrique_Subaharienne.pdf
- [6] RIAED – Réseau International d'Accès aux Energies Durables
G. Pallière et S. Fauveaud. 2009
Les enjeux des agrocarburants pour le monde paysan au Mali
<http://www.riaed.net/IMG/pdf/Enjeux-jatropha-paysans-maliens.pdf>
- [7] GERES – Groupe Energies Renouvelables, Environnement et Solidarités
Fiche technique « Les agrocarburants en Afrique de l'Ouest, priorité au développement local »
http://www.geres.eu/images/projets/plaquette_agrocarbu_2009FR.pdf
- [8] GERES – Groupe Energies Renouvelables, Environnement et Solidarités
<http://www.geres.eu>
- [9] INSTAT – Institut de la Statistique (Mali)
<http://instat.gov.ml/>
- [10] CIA – Central Intelligence Agency
<https://www.cia.gov/library/publications/the-world-factbook/index.html>
- [11] Unicef – United Nations Children's Fund
http://www.unicef.org/infobycountry/mali_statistics.html
- [12] Ministère de l'agriculture au Mali
Table ronde sur l'eau et l'agriculture en Afrique, au Proche Orient et dans les petits pays insulaires en développement
<http://www.maliagriculture.org/documents/ministre.html>
- [13] UN – United Nations. Statistics Division
<http://data.un.org/CountryProfile.aspx?crName=Mali>
- [14] FAO – Food and Agriculture Organisation of the United Nations. 2008
The State of food and agriculture. Biofuels : prospect, risks and opportunities
<ftp://ftp.fao.org/docrep/fao/011/i0100e/i0100e.pdf>
- [15] GERES - Groupe Energies Renouvelables, Environnement et Solidarités
Rapport d'activités et financier 2009 ALTERRE Mali

- [16] IPAO – Institut Panos Afrique de l'Ouest
<http://www.panos-ao.org/ipao/spip.php?article3101>
- [17] CIRAD – Centre de coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement (France)
A. Sall et S. Marsan. 2009
La crise du financement agricole en zone cotonnière du Mali
<http://microfinancement.cirad.fr/fr/news/bim/Bim-2009/BIM-09-03-10.pdf>
- [18] Association Inter-réseaux Développement rural
B. Pallière et M. Treboux. 2010
Filières agrocarburant locales au Mali ou comment miser sur l'avenir des territoires ?
<http://www.inter-reseaux.org/revue-grain-de-sel/49-agriculture-et-aleas/article/filieres-agrocarburant-locales-au>
- [19] CASCADE Africa - Carbon Finance for Agriculture, Silviculture, Conservation and Action against Deforestation
<http://www.cascade-africa.org/ManageProjects/tabid/91/ctl/Detail/mid/407/ItemID/58/Source/AreaOfExpertise/language/fr-FR/Default.aspx>
- [20] A. Kumar and S. Sharma. 2008
An evaluation of multipurpose oil seed crop for industrial uses (*Jatropha curcas* L.) : A review
Industrial Crops and Products 28: 1-10
- [21] J. Heller. 1996
Physic nut *Jatropha Curcas* L. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops. Institute of Plant Genetics and Crop Plant Research, Gatersleben and International Plant Genetic Resources Institute, Rome
- [22] R.K. Henning. 2009
The *Jatropha* System : an integrated approach of rural development
<http://jatropha.net/documents/The%20Jatropha%20Book-2009.pdf>
- [23] P. Beerens. 2007
Screw-pressing of *Jatropha* seeds for fuelling purposes in less developed countries
Thesis at Eindhoven University of Technology
- [24] Magazine Ecofriendly
www.ecofriendlymag.com/sustainable-transportation-and-alternative-fuel/the-potential-of-jatropha/
- [25] Wood Explorer. Base de données internet inventariant les espèces commerciales de bois
www.thewoodexplorer.com/maindata/we1654.html
- [26] Martin and Mayeux. 1984
Réflexions sur les cultures oléagineuses énergétiques. II : Le Pourghère (*Jatropha curcas* L.): un carburant possible
Oléagineux 39 (5):283-287
- [27] B. Dehgan and G.L. Webster. 1979
Morphology and infrageneric relationships of the genus *Jatropha* (Euphorbiaceae)
University of California Publications in *Botany*, Vol. 74
- [28] C.H. Aponte. 1978
Estudio de *Jatropha curcas* L. como recurso biotico
Cited by M. Domergue and R. Pirot, *Jatropha curcas* L.: rapport de synthèse bibliographique. 2008. CIRAD & AGROgénération report
- [29] M.C.P. Serra. 1950
O valor da purgueira na economia de Cabo Verde
Revista do Ultramar 3 (17) :9-16
Cited by M. Domergue and R. Pirot, *Jatropha curcas* L.: rapport de synthèse bibliographique. 2008. CIRAD & AGROgénération report

- [30] R.P.S. Katwal and P.L. Soni. 2003
Biofuels: an opportunity for socioeconomic development and cleaner environment.
Indian Forester 129 (8): 939–949.
- [31] J. Heller. 1996
Physic nut *Jatropha Curcas* L. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops.
Institute of Plant Genetics and Crop Plant Research, Gatersleben and International Plant Genetic Resources
Cited by M. Domergue and R. Pirot, *Jatropha curcas* L.: rapport de synthèse bibliographique. 2008.
CIRAD & AGROgénération report
- [32] IPCS - International Programme on Chemical Safety
<http://www.inchem.org/documents/pims/plant/jcurc.htm>
- [33] M. Curade. 2005
Biocarburants, miroir aux alouettes ?
Campagnes solidaires n°202
http://www.confederationpaysanne.fr/images/imagesFCK/file/CS/CS_DOS_202.pdf
- [34] H.P.S. Makkar, K. Becker, F. Sporer and M. Wink. 1997
Studies on nutritive potential and toxic constituents of different provenances of *Jatropha curcas*.
Journal of Agricultural and Food Chemistry 45 (8): 3152-3157.
- [35] B. Schmook, P.L. Serralta. 1997
Jatropha curcas: distribution and uses in the Yucatan Peninsula of Mexico
Proceedings of First International Symposium on Biofuel and Industrial Products from *Jatropha curcas*
and other Tropical Oil Seed Plants, Managua, Nicaragua, 23-27 February, 1997
- [36] G.D.P.S. Augustus, M. Jayabalan, G.J. Seiler. 2002
Evaluation and bioinduction of energy components of *Jatropha curcas*
Biomass and Bioenergy 23 (3): 161-164
- [37] FACT foundation – Fuels from Agriculture in Communal Technology
P. Beerens, N. Ansø, T. Galema, T. Adriaans, J. van Eijck
Applications of *jatropha* products
The *jatropha* handbook: from cultivation to application
http://www.snvworld.org/en/Documents/FACT_Foundation_Jatropha_Handbook_2010.pdf
- [38] E. Ferchau. 2000
Folkecenter for Renewable Energy
www.folkecenter.dk/plant-oil/efdcpos_ef.pdf
- [39] R.D. Abigor, P.O. Uadia. 2001
Lipid composition of *Jatropha curcas* L. seed oil
Rivista Italiana delle Sostanze Grasse 78 (3) : 163-165
- [40] E.T. Akintayo. 2004
Characteristics and composition of *Parkia biglobbosa* and *Jatropha curcas* oils and cakes
Bioresource Technology 92 (3): 307–310
- [41] Dictionnaires et Encyclopédies “Academic”
<http://fr.academic.ru/dic.nsf/frwiki/712035>
- [42] M. Domergue and R. Pirot. 2008
Jatropha curcas L.: rapport de synthèse bibliographique
Rapport CIRAD & AGROgénération
- [43] J. Martinez-Herrera , P. Siddhuraju , G. Francis , G. Davila-Ortiz , K. Becker. 2006
Chemical composition, toxic/antimetabolic constituents, and effects of different treatments on their levels, in four provenances of *Jatropha curcas* L. from Mexico
Food Chemistry 96 (1): 80-89

- [44] A. Emil, Z. Yaakob, M.N. Satheesh Kumar, J.M. Jahim and J. Salimon. 2010
Comparative Evaluation of Physicochemical properties of Jatropha seed oil from Malaysia, Indonesia and Thailand.
Journal of the American Oil Chemists' Society 87 (6): 689-695
- [45] RIAED – Réseau International d'Accès aux Energies Durables
Technologies for Human Development. Novembre 2008
Unité villageoise de trituration. Production d'huile végétale pure de qualité
http://www.riaed.net/IMG/pdf/Note_Unite_de_trituration_villageoise.pdf
- [46] FACT foundation – Fuels from Agriculture in Communal Technology
J. de Jongh, A. & T. Adriaans. 2007
Jatropha oil quality related to use in diesel engines and refining methods: Technical Note
Fact Foundation
- [47] CIRAD.2007 (Gilles Vaitilingom)
Extraction, conditionnement et utilisation des Huiles Végétales Pures Carburant
Conférence Internationale « Enjeux et perspectives des Biocarburants pour l'Afrique »
Ouagadougou 27-29 novembre 2007.
<http://www.biofuel-africa.org/2007/actes/data/VaitilingomHVP.pdf>
- [48] S. Jamil, J.-P. Dufour, E. Deffense. 1998
Procédé de dégommeage d'un corps gras et corps gras ainsi obtenu
<http://www.freepatentsonline.com/EP0703960.pdf>
- [49] K.S. Rao, P.P. Chakrabarti, B.V.S.K. Rao and R.B.N. Prasad. 2009
Phospholipid Composition of Jatropha curcus Seed Lipids
Journal of the American Oil Chemists' Society 86 (2): 197-200
- [50] Michel Ollé. 2002
Analyse des corps gras
Techniques de l'ingénieur
<http://www.techniques-ingenieur.fr/annex/p3325docniv10003/annexe.html>
- [51] T.J.Han. 1995
An improved phosphorus assay for oils without carcinogenic hydrazine sulfate
Journal of the American Oil Chemists' Society 72 (8): 881-885
- [52] F. Shahidi and U.N. Wanasundara. 2002
Methods for measuring oxidative rancidity in fats and oils
Food Lipids. Chemistry, Nutrition and Biotechnology : 387-403
- [53] The World Bank
Utilisations des savoirs locaux sur le jatropha. 2002
Notes sur les connaissances autochtones n°47
<http://www.worldbank.org/afr/ik/french/friknt47.pdf>
- [54] F. Shahidi, F. 2005
Edible oil & fat products: Processing Technologies.
Bailey's Industrial Oil & Fat Products, Volume 5.
Cited by M. Domergue and R. Pirot, Jatropha curcas L.: rapport de synthèse bibliographique. 2008.
CIRAD & AGROgénératiOn report
- [55] J.-P. Poisson and M. Narce. 2003
Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels.
Lipides et corps gras alimentaires. Edition Technique et Documentation. Lavoisier: 1-48.
Cited by N. Nia, Suivi et comparaison des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja raffinée chimiquement et enzymatiquement, produites par Cevital. 2008. Université Abderrahmane Mira de Béjaïa
- [56] Entretien le 3 août 2010 avec le Professeur Pierre Duez, responsable du Service Pharmacognosie, Bromatologie et Nutrition Humaine, ULB

- [57] E.T. Akintayo. 2004
Characteristics and composition of *Parkia biglobbosa* and *Jatropha curcas* oils and cakes
Bioresource Technology 92 (3): 307–310
- [58] K. Pramanik. 2003
Properties and use of *Jatropha curcas* oil and diesel fuel blends in compression ignition engine
Renewable Energy 28 (2): 239-248
- [59] D. Agarwal and A.K. Agarwal. 2007
Performance and emissions characteristics of *Jatropha* oil (preheated and blends) in a direct injection compression ignition engine
Applied Thermal Engineering 27 (13): 2314-2323
- [60] S.K. Haldar, B.B. Ghosh and A. Nag. 2009
Studies on the comparison of performance and emission characteristics of a diesel engine using three degummed non-edible vegetable oils
Biomass and Bioenergy 33 (8): 1013-1018
- [61] D.A. Skoog, D.M. West and F.J. Holler. 1997
Chimie analytique,
De Boeck Université, 7^e édition
- [62] West Virginia Mine Drainage Task Force
<http://wvmdtaskforce.com/proceedings/83/rent/83ren.htm>
- [63] A. Judde. 2004
Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications ?
Oléagineux, Corps Gras, Lipides 11 (6) : 414-418
- [64] M. Rahmani. 2007
Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides
Les technologies de laboratoire 2 (2) : 18-21
- [65] J.I. Gray. 1978
Measurement of lipid oxidation: a review
Journal of the American Oil Chemists' Society 55 (6) : 539-546
- [66] J.A. Waynick. 2005
Characterization of biodiesel oxidation and oxidation products
CRC Project. No. AVFL - 2b.
www.nrel.gov/vehiclesandfuels/npbf/pdfs/39096.pdf
- [67] J. Siddarth and M.P. Sharma. 2010
Stability of biodiesel and its blends : a review
Renewable and Sustainable Energy Reviews 14 : 667-678
- [68] ITERG : Institut des Corps Gras (France)
L'autooxydation des corps gras et les phénomènes de rancissement
<http://www.iterg.com/IMG/pdf/MemoOxydation.pdf>
- [69] O.S. EL Kinawy. 2010
Characterization of Egyptian *jatropha* oil and its oxidative stability.
Energy Sources 32 (2): 119-127
- [70] Entretien avec Mr Toufik Zahaf, chargé de cours à l'ULB auprès du Département de Statistique informatique
- [71] Alter'énergie : lieu de réflexion, d'échange, de co-construction et d'élaboration collective de solutions écologiques (France)
http://www.alterenergies.org/doku.php?id=alterenergies:info:process_hvp

- [72] S.A. Raza, A. Rashid, F.A. Qureshi, M. F. Asim and J. William. 2009
Analytical Investigation of oxidative deterioration of sunflower oil stored under different conditions
Biharean Biologist 3 (2) : 93-97
- [73] G. Pristouri, A. Badeka and M.G. Kontominas. 2010
Effect of packaging material headspace, oxygen and light transmission, temperature and storage time on quality characteristics of extra virgin olive oil.
Food Control 21 (4) : 412-418
- [74] A. Ghasemnezhad, B. Honermeier. 2007
Influence of storage conditions on quality and viability of high and low oleic sunflower seeds.
International Journal of Plant Production 3 (4): 39-47
- [75] R. Staubmann, I. Ncube, G.M. Gubitz, W. Steiner and J.S. Read. 1999
Esterase and lipase activity in *Jatropha curcas* L. seeds
Journal of Biotechnology 75 (2-3): 117-126
- [76] H. Kindle. 1987
B-oxidation of fatty acids by specific organelles.
The Biochemistry of Plants. 9, Lipids : Structure and Function, chapter 2 : 31-53
Cited by A. Ghasemnezhad, B. Honermeier. 2007. Influence of storage conditions on quality and viability of high and low oleic sunflower seeds. *International Journal of Plant Production* 3 (4): 39-47
- [77] F.O. Abulude, M.O. Ogunkoya and R.F. Ogunleye. 2007
Storage properties of oils of two Nigerian oil seeds *Jatropha curcas* (Physic Nut) and *Helianthus annuus* (Sunflower)
American Journal of Food Technology, 2: 207-211.
- [78] C. Cavaletto, A. Dela Cruz, E. Ross and H.Y. Yamamoto. 1971
Factors affecting macadamia nut stability
Journal of Food Science 36 (1): 81-83
- [79] S.F. Mexis, A.V. Badeka, K.A. Riganakos, K.X. Karakostas and M.G. Kontominas. 2009
Effect of packaging and storage conditions on quality of shelled walnuts
Food Control 20: 743-751
- [80] Norme allemande DIN 51605 spécifique à l'huile de colza
http://www.p-m-i.cz/download/e_din_51605_pmi.pdf
http://www.valbiom.be/files/gallery/fiche_huile_colza03_utilisation1196862760.pdf
- [81] La Commission du Codex Alimentarius (FAO)
www.codexalimentarius.net/download/report/314/AI99_17e.pdf

TABLE DES ILLUSTRATIONS

1. TABLE DES FIGURES

Figure 1 : Demande d'énergie primaire totale par source et par région du monde en 2005 .	10
Figure 2 : Implantation de la zone du projet ALTERRE	11
Figure 3 : Représentation des parties du <i>Jatropha curcas</i> L.	15
Figure 4 : <i>Jatropha curcas</i> L. cultivé en champ	16
Figure 5 : Fruits et graines de <i>Jatropha curcas</i> L.	16
Figure 6 : Répartition mondiale du <i>Jatropha curcas</i> L.	16
Figure 7 : Haie vive de <i>Jatropha</i> d'environ 10 ans au	17
Figure 8 : Presse à anneaux	20
Figure 9 : Presse à barreaux à Teriya Bugu	21
Figure 10 : Presse à anneaux utilisée pour les essais.	21
Figure 11 : Filtre presse à plateaux à Teriya Bugu	22
Figure 12 : a. Coupe longitudinale du décanteur lamellaire mis au point par le projet ALTERRE.	23
Figure 13 : Filtre poche	23
Figure 14 : a. Monoglycéride ; b. Diglycéride ; c. Triglycéride	24
Figure 15 : Evolution de la viscosité de l'huile de <i>Jatropha</i> en fonction de la température	34
Figure 16 : Evolution de la viscosité en fonction de la teneur en gazole dans un mélange huile de <i>Jatropha</i> /gazole à 23°C.	35
Figure 17 : Broyat de graines de <i>Jatropha</i> dans	36
Figure 18 : Mortier et pilon en aluminium utilisés	36
Figure 19 : Cartouche en cellulose insérée dans le corps.	39
Figure 20 : Appareil de Soxhlet	39
Figure 21 : Arrachement d'un atome d'hydrogène dans une chaîne aliphatique d'un acide gras insaturé.	42
Figure 22 : Représentation de la cinétique de la phase de propagation lors de l'oxydation des corps gras	43
Figure 23 : Récipients 11,5x11x10 cm constitués de g. à dr.	45
Figure 24 : Cuves Fofy en caoutchouc dur à Teriya Bugu.	45
Figure 25 : Lieu de stockage des trois récipients en caoutchouc et en métal recouvert de peinture anti-oxydante ou non.	46
Figure 26 : Coloration bleue-verte de la solution avant titrage au thiosulfate de sodium lors de l'analyse de l'indice peroxyde	47
Figure 27 : Solution incolore obtenue lors du point de fin de titrage de la mesure de l'indice peroxyde	47
Figure 28 : Appareil de Karl Fischer (méthode coulométrique).	68
Figure 29 : Cellule de titration de l'appareil de Karl Fischer (méthode coulométrique).	68
Figure 30 : Expression du courant en fonction du temps	69

2. TABLE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Données statistiques sur le Mali	10
Tableau 2 : Valeur calorifique des graines et de l'huile de jatropha ainsi que de carburants fossiles conventionnels	19
Tableau 3 : Composition lipidique (%) de l'huile de jatropha	24
Tableau 4 : Composition (%) des acides gras de l'huile de jatropha.....	25
Tableau 5 : Propriétés variables de l'huile de jatropha	26
Tableau 6 : Propriétés constituantes de l'huile de jatropha.....	26
Tableau 7 : Teneur en eau du standard pour le titrage coulométrique dans les huiles par la méthode Karl-Fischer.....	31
Tableau 8 : Teneur en eau de six échantillons d'huile de jatropha par les méthodes à l'étuve et Karl Fischer.....	31
Tableau 9 : Viscosité dynamique d'un mélange huile de jatropha/gazole à teneur en gazole variable	33
Tableau 10 : Viscosité dynamique de l'huile de jatropha en fonction de la température	34
Tableau 11 : Teneur en eau de l'étalon pour le titrage coulométrique d'un solide à l'aide d'un four Karl Fischer	37
Tableau 12 : Teneur en eau d'un lot de graines de jatropha de Kouniana par la méthode à l'étuve et Karl-Fischer.....	37
Tableau 13 : Acidité de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant	46
Tableau 14 : Indice peroxyde de l'huile de jatropha en fonction du temps et du type de contenant	47
Tableau 15 : Acidité de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction des différents contenants	49
Tableau 16 : Indice peroxyde de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction des différents contenants	50
Tableau 17 : Teneur en huile de tourteaux de jatropha en fonction de la durée de pressage.....	52
Tableau 18 : Teneur en huile de graines de jatropha provenant de différents écotypes	52
Tableau 19 : Teneur en huile de graines récoltées il y a 1 an et 2 ans.....	52
Tableau 20 : Indice d'acide des graines de jatropha de différents écotypes.....	53
Tableau 21 : Indice d'acide des graines de jatropha récoltées il y a un 1 an et plus	53
Tableau 22 : Cadre logique du projet ALTERRE.....	63
Tableau 23 : Norme allemande DIN 51605 relative à l'utilisation de l'huile de colza en tant qu'agrocarburant	65
Tableau 24 : Teneur en eau d'un échantillon d'huile de jatropha pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve.....	66
Tableau 25 : Teneur moyenne en eau de l'échantillon dosé pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve	66
Tableau 26 : Teneur en eau d'un 2- échantillon d'huile de jatropha pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve	67
Tableau 27 : Teneur en eau moyenne du 2- échantillon pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve	67
Tableau 28 : Teneur en eau d'un standard (0,1% en eau) par la méthode Karl Fischer.....	72
Tableau 29 : Teneur en eau de l'échantillon Teriya Bugu (méthode à l'étuve)	72
Tableau 30 : Teneur en eau de l'échantillon Teriya Bugu (méthode Karl Fischer)	72
Tableau 31 : Teneur en eau de l'échantillon ALTERRE (méthode à l'étuve)	73
Tableau 32 : Teneur en eau de l'échantillon ALTERRE (méthode Karl Fischer)	73
Tableau 33 : Teneur en eau de l'échantillon HUICOTRAC (méthode à l'étuve)	73
Tableau 34 : Teneur en eau de l'échantillon HUICOTRAC (méthode Karl Fischer).....	73
Tableau 35 : Teneur en eau de l'échantillon Firole (méthode à l'étuve).....	74
Tableau 36 : Teneur en eau de l'échantillon Firole (méthode Karl Fischer)	74
Tableau 37 : Teneur en eau de l'échantillon Coton A3 (méthode à l'étuve).....	74
Tableau 38 : Teneur en eau de l'échantillon Coton A3 (méthode Karl Fischer)	74
Tableau 39 : Teneur en eau de l'échantillon Coton A3 (N) (méthode à l'étuve)	75
Tableau 40 : Teneur en eau de l'échantillon Coton A3 (N) (méthode Karl Fischer).....	75
Tableau 41 : Table des valeurs de k en fonction du type de bille et de la densité du liquide considéré.....	76
Tableau 42 : Mesures de viscosité de l'eau à 23°C à l'aide d'un viscosimètre Hoesppler	77
Tableau 43 : Mesures de viscosité de mélanges huile de jatropha/gazole à 23°C	77
Tableau 44 : Viscosité de l'huile de jatropha à différentes températures	78
Tableau 45 : Teneur en eau de graines de jatropha pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve	79
Tableau 46 : Teneur en eau moyenne de graines de jatropha pour la détermination de la durée de chauffage à l'étuve.....	79
Tableau 47 : Teneur en eau de l'étalon solide pour la méthode Karl Fischer	80
Tableau 48 : Teneur en eau de huit échantillons de graines de jatropha par la méthode à l'étuve	80
Tableau 49 : Teneur en eau de huit échantillons de graines de jatropha par la méthode Karl Fischer	80
Tableau 50 : Résultats détaillés de l'acidité de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant (« expérience des 3 cuves »)	81
Tableau 51 : Résultats détaillés de l'indice peroxyde de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant ("expérience des 3 cuves").....	82
Tableau 52 : Résultats détaillés de l'acidité de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant (expérience de « l'huile de jatropha au contact de l'air»).....	82
Tableau 53 : Résultats détaillés de l'indice peroxyde de l'huile de jatropha au cours du temps en fonction du type de contenant (expérience de « l'huile de jatropha au contact de l'air»)	83
Tableau 54 : Mesures détaillées de la teneur en huile de tourteaux de jatropha en fonction de la durée de pressage.....	85
Tableau 55 : Mesures détaillées de la teneur en huile de graines de jatropha provenant de différents écotypes.....	85
Tableau 56 : Mesures détaillées de la teneur en huile de graines récoltées il y a 1 an et plus.....	85