



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie  
Département des sciences de la nature et de la vie

# MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la nature et de la vie

Filière : Sciences biologiques

Spécialité : Parasitologie

Réf. : .....

---

Présenté et soutenu par :

**LAMECHE Fatma Zahra, GADRI Khadidja, BEKKARI Sabrina et HOUARI Sonia**  
Le: 2023

## Thème

# Valorisation des noyaux de dattes dans la production du biodiesel et son utilisation comme source d'énergie alternative

---

### Jury

Mme. Nabila Yasri	MCB	Université de Biskra	Président
Mme. Nassima Benameure	MCB	Université de Biskra	Rapporteur
Mme. Chrifa Guellati	MCB	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire: 2022 - 2023

## Remerciements

﴿ لَئِنْ شَكَرْتُمْ لَأَزِيدَنَّكُمْ ﴾

*Allah soit loué, car il nous a accordé le courage, la force, la santé et la persévérance pour terminer ce travail malgré toutes les circonstances. Hier, nous avons commencé notre parcours éducatif en regardant le jour de la remise des diplômes comme si c'était un jour lointain.*

*Partant du principe que celui qui ne remercie pas les gens ne remercie pas Allah, j'ai l'honneur et le plaisir d'exprimer ma profonde gratitude et mes sincères remerciements à notre encadreur Mme "Benameur Nassima" pour son aide précieuse, ses conseils et le temps qu'elle a accordé à nous de nous former. Nous adressons également nos sincères remerciements aux membres du jury pour nous avoir fait l'honneur de juger notre travail et d'assister à la soutenance.*

*Enfin, nous tenons à remercier toutes les personnes impliquées dans la préparation de ce mémoire.*

*Merci à tous*

## Dédicace

*Allah soit loué, merci beaucoup, bon et béni.*

*Nous dédions ce travail à ceux qui n'ont cessé de nous soutenir et de nous encourager tout au long de nos années d'études, à notre famille, nos frères et amis, et à tous ceux qui ont prié pour que notre travail aboutisse.*

*Je demande à Allah Tout-Puissant de récompenser chacun avec la meilleure récompense dans ce monde et dans l'au-delà.*

*Qu'Allah vous accorde santé, bonheur et longue vie.*

*Nous remercions du fond du cœur*

*Fatma Sabrina*  
*Khadija Sonia*

## Sommaire

**Remerciements**

**Dédicace**

**Sommaire**

**Liste des Tableaux .....I**

**Liste des Figures..... II**

**Liste des Abréviations .....III**

**Introduction..... 1**

### Synthese Bibliographique

#### Chapitre I Palmiers dattiers et dattes

**I.1. Generalites sur les palmiers dattiers et les dattes..... 3**

#### Chapitre II Noyau de datte

**II.1 Generalite sur le noyau de datte..... 5**

**II.2 Caracteristiques physico-chimiques du noyau de dattes..... 5**

II.2.1 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DU NOYAU DE DATTE ..... 5

II.2.2 COMPOSITION CHIMIQUE DU NOYAU DE DATTE..... 6

II.2.2.1 Composition en matière protéique..... 6

II.2.2.2 Teneur en sucres ..... 6

II.2.2.3 Contenu minéral ..... 6

II.2.2.4 Les acides phénoliques ..... 6

II.2.2.5 Composition en matière grasse ..... 6

**II.3 Valorisation des noyaux de dattes..... 7**

**II.4 L'huile de noyaux de datte..... 7**

II.4.1 COMPOSITION D'HUILE DU NOYAU DES DATTES ..... 7

II.4.1.1 L'antioxydant ..... 7

II.4.1.1.1 Les tocophérols ..... 7

II.4.1.1.2 Les Stérols ..... 8

II.4.1.1.3 Les polyphénols ..... 8

II.4.1.2 Les acides gras..... 8

II.4.2 CARACTERISTIQUES PHYSICOCHIMIQUES D'HUILE DE NOYAUX DE DATTE ..... 8

II.4.2.1 Indice d'iode..... 8

II.4.2.2 Indice de saponification ..... 9

II.4.2.3 Indice d'acidité ..... 9

II.4.2.4 Indice de réfraction ..... 9

II.4.2.5 Viscosité..... 9

II.4.2.6 Couleur et odeur ..... 9

II.4.3 METHODES D'EXTRACTION D'HUILE..... 9

II.4.3.1 Extraction par soxhlet ..... 9

II.4.3.2 Extraction assistée par ultrasons (EAU) .....10

#### Chapitre III Biodiesel

**III.1 Definition du biodiesel..... 12**

<b>III.2 Historique</b> .....	<b>12</b>
<b>III.3 Caracteristiques physicochimiques du biodiesel</b> .....	<b>12</b>
III.3.1 DENSITE .....	12
III.3.2 VISCOSITE .....	12
III.3.3 POUVOIR CALORIFIQUE.....	12
III.3.4 POINT DE TROUBLE.....	12
III.3.5 POINT D'ECOULEMENT .....	12
III.3.6 OXYDATION.....	12
<b>III.4 Methodes de fabrications du biodiesel</b> .....	<b>13</b>
III.4.1 TRANSESTERIFICATION.....	13
<b>III.5 L'utilisation du biodiesel</b> .....	<b>14</b>
<b>III.6 Les avantages et les inconvenient du biodiesel</b> .....	<b>14</b>
III.6.1 LES AVANTAGES .....	14
III.6.2 LES INCONVENIENT .....	14

## **Partie Experimentale**

### **Chapitre IV Extraction d'huile et production du Biodiesel**

<b>IV.1 Materiels et produits</b> .....	<b>17</b>
<b>IV.2 Extraction d'huile de noyaux de dattes</b> .....	<b>18</b>
IV.2.1 ORIGINE ET PREPARATION DE LA MATIERE PREMIERE .....	18
IV.2.2 CALCUL DU TONNAGE .....	18
IV.2.3 PREPARATION D'ECHANTILLON .....	18
IV.2.4 L'EXTRACTION PAR SOXHLET .....	19
IV.2.5 RENDEMENT D'HUILE.....	21
<b>IV.3 Syntheses de Biodiesel</b> .....	<b>21</b>
IV.3.1 TRANSESTERIFICATION.....	21
IV.3.1.1 Réaction.....	22
IV.3.1.2 Décantation.....	22
IV.3.1.3 Lavage .....	23
IV.3.2 RENDEMENT DU BIODIESEL .....	24
<b>IV.4 Parametres Physiques</b> .....	<b>24</b>
IV.4.1 L'INDICE DE REFRACTION .....	24
IV.4.2 LA DENSITE .....	25
IV.4.3 LA VISCOSITE.....	26

### **Chapitre V Resultats et Discussion**

<b>V.1 Calcul du tonnage</b> .....	<b>29</b>
<b>V.2 Extraction de l'huile</b> .....	<b>30</b>
V.2.1 RENDEMENT D'HUILE .....	30
V.2.2 CARACTERISTIQUE PHYSIQUE D'HUILE .....	31
V.2.2.1 Couleur et Odeur .....	31
V.2.2.2 Densité .....	32
V.2.2.3 Viscosités .....	32

---

V.2.2.4 Indice de réfraction.....	33
<b>V.3 Reaction de Transeserfication.....</b>	<b>34</b>
V.3.1 L'INTERPRETATION DE RESULTAT .....	34
V.3.2 LES FACTEURS INFLUENÇANT DE LA REACTION DE TRANSESTERIFICATION.....	34
V.3.2.1 Effet de la nature de l'alcool.....	34
V.3.2.2 Effet de la quantité du catalyseur utilisé.....	35
V.3.2.3 Effet de la nature du catalyseur .....	36
V.3.2.4 Effet de la durée de la réaction de transestérification .....	36
<b>Conclusion .....</b>	<b>38</b>
<b>Liste des références</b>	
<b>RÉSUMÉ</b>	

## Liste des Tableaux

<b>TABLEAU II.1</b> COMPOSITION DES ACIDES GRAS D'HUILE DES NOYAUX DE DATTE EN POURCENTAGE ( <b>BOUSSENA ET KHALI, 2016</b> ) .....	8
<b>TABLEAU III.2</b> EXIGENCES POUR LE PROCESSUS DE TRANSESTERIFICATION. ( <b>MARCHETTI ET AL, 2005 ; NDIAYE, 2012</b> ) .....	13
<b>TABLEAU IV.3</b> LES DIVERS MATERIAUX ET EQUIPEMENTS UTILISES. ....	17
<b>TABLEAU V.4</b> RENDEMENT DE L'HUILE DE NOYAUX DE DATTES SELON LES DIFFERENTES METHODES D'EXTRACTION. ....	31
<b>TABLEAU V.5</b> CARACTERISTIQUES PHYSIQUE DE L'HUILE DES NOYAUX DE DATTES.....	31

## Liste des Figures

<b>FIGURE II.1.</b> LA MORPHOLOGIE DE NOYAU DE DATTE ( <b>SITE WEB1</b> ).....	5
<b>FIGURE II.2</b> MONTAGE DE L'APPAREIL DE SOXHLET ( <b>LUQUE DE CASTRO ET PRIEGO-CAPOTE, 2009</b> ).....	10
<b>FIGURE II.3</b> SCHEMA D'APPAREIL D'ULTRASON; A: BAIN, B: SONDE CH11 P299 ( <b>MRABET ET AL., 2022</b> ).....	10
<b>FIGURE IV.4</b> LES DATTES ET LES NOYAUX DE DATTES VARIETE DEGLET NOUR.....	18
<b>FIGURE IV.5</b> SECHAGE DES NOYAUX.....	19
<b>FIGURE IV.6</b> POUDDRE DE NOYAUX DE DATTE.....	19
<b>FIGURE IV.7</b> LE MONTAGE DE SOXHLET.....	20
<b>FIGURE IV.8</b> L'APPAREIL DE ROTAVAP.....	21
<b>FIGURE IV.9</b> REACTION DE TRANSESTERIFICATION POUR FABRIQUE LE BIODIESEL ( <b>ABBASZAADEH ET AL., 2012</b> ).....	22
<b>FIGURE IV.10</b> L'ETAPE DE SEPARATION PAR AMPOULE A DECANTER.....	23
<b>FIGURE IV.11</b> SCHEMA REACTION DE LA TRANSESTERIFICATION ( <b>ALLOUNE, 2017</b> ).....	23
<b>FIGURE IV.12</b> L'APPAREIL DE REFRACTOMETRE.....	25
<b>FIGURE IV.13</b> MESURE LA DENSITE PAR PYCNOMETRE.....	26
<b>FIGURE IV.14</b> L'APPAREIL DE RHEOMETRE.....	27
<b>FIGURE IV.15</b> POIDS ET DIMENSION DES DATTES ET LEURS NOYAUX.....	29
<b>FIGURE V.16</b> L'HUILE DE NOYAU DE DATTE EXTRAITE.....	30
<b>FIGURE V.17</b> REPRESENTATION GRAPHIQUE DE LA DENSITE.....	32
<b>FIGURE V.18</b> COURBES DE VISCOSITE A 20°C ET 40°C.....	33
<b>FIGURE V.19</b> L'ETAPE DE SEPARATION DE DEUX PHASES.....	34
<b>FIGURE V.20</b> EFFET DE LA NATURE DE L'ALCOOL SUR LE RENDEMENT DE LA TRANSESTERIFICATION ( <b>KHIARI, 2016</b> ).....	35
<b>FIGURE V.21</b> EFFET DE LA QUANTITE DU CATALYSEUR SUR LA TRANSESTERIFICATION ( <b>KHIARI, 2016</b> ).....	35

## Liste des abréviations

**%** : Pourcentage.

**C°**: Degrée Celsius

**C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O**: Ethanol.

**CO<sub>2</sub>**: Dioxyde de carbone.

**CRAPC** : Centre de Recherche d'Analyses Physiques et Chimiques.

**CRSTRA**: Centre de recherche scientifique et technique de régions arides.

**dr**: Densité relative.

**EAU**: Extraction assisté par ultrason.

**FAME**: Fatty acids Méthyle ester (Esters Méthyliques d'acides gras).

**FAO**: Food and Agriculture Organization (Organisation l'alimentation et l'agriculture).

**H<sub>2</sub>O**: Monoxyde de dihydrogène.

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**: Acide sulfurique.

**HCl**: Chlorure d'hydrogène.

**KOH**: Hydroxyde de potassium.

**MB** : Masse du biodiesel.

**MH** : Masse d'huile.

**MI** : Masse de noyaux de datte.

**NaOH**: Hydroxyde de Sodium.

**NO<sub>2</sub>**: Dioxyde d'azote.

**Pa/s**: Pascal par seconde.

**Ph** : Poids d'huile

**R**: Rendement.

**R-COOH** : Acide carboxylique.

**STM**: Société de transport de Montréal.

**TG**: Triglycérides.

**Vs** : Volume d'huile.

# **Introduction**

## Introduction générale

La demande d'énergie augmente chaque année, surtout ces dernières années, en raison de la propagation des épidémies et des crises mondiales. Cette augmentation a entraîné l'épuisement des sources d'énergie non renouvelables telles que les combustibles fossiles, de sorte que l'utilisation de ces derniers a été la cause des changements climatiques, de l'élévation du niveau de la mer, de la perte de biodiversité (**Azad et al., 2015**).

Face à l'aggravation des problèmes environnementaux liés à l'émission de gaz à effet de serre d'une part, et à la hausse des prix du pétrole avec la nécessité pour de nombreux pays d'assurer leur sécurité énergétique d'autre part, les énergies renouvelables sont apparues pour jouer le rôle d'alternative au charbon et au pétrole (**Ayissi et al, 2016**). Ces sources d'énergie renouvelables comprennent la bioénergie en général et les biocarburants, qui sont des carburants dérivés de la biomasse en particulier (biogaz, bioalcool, biodiesel) (**Berna, 2009**).

En Algérie, la valorisation des sous-produits des palmiers dattiers en biocarburant s'inscrit dans une démarche économique et environnementale. Le potentiel phoenicicol algérien a marqué un progrès important de palmier dattier atteignant 18 millions de palmiers sur 350 hectares et plus de 11 millions d'arbres et un tonnage très important d'environ 492 000 tonnes de dattes est produit. De nombreuses études ont démontré que ces déchets riches en matière organique étaient des produits de valeur et constituaient de nouvelles matières premières pour de nombreuses industries (**Kaidi et Touzi, 2001**).

Les biocarburants ouvrent de nouveaux horizons en renforçant la concurrence sur les marchés pétroliers et en garantissant un approvisionnement sain en sources d'énergie alternatives, ce qui contribuera à réduire la dépendance à l'égard des combustibles fossiles, et l'utilisation de carburants plus efficaces dans les transports, qui fait partie intégrante de la stratégie de transport durable (**Poitrat ,2009**).

Les biocarburants sont des liquides dérivés de la biomasse ou des matières premières produites à partir de matières organiques non fossiles et sont considérés comme la partie biodégradable des produits, déchets et résidus de l'agriculture (**Freedman et al., 1984**). Selon la matière première utilisée, on distingue les biocarburants de première, de deuxième et troisième générations. La filière biocarburant dite de première génération utilise les organes de réserve des cultures comme matière première.

Le biodiesel est un biocarburant alternative au carburant diesel à base de pétrole classique (**Moser, 2009**) obtenu par des procédés chimiques à partir d'huiles végétales ou de graisses

animales et un alcool que peut être utilisé seul ou en mélange avec du carburant diesel dans les moteurs diesel (**Alloune et al., 2012**). Le biodiesel provient de la conversion par transestérification de lipides en carburant. Ce processus défini par la réaction chimique catalytique entre l'huile et un alcool dont le produit est un mélange d'un ester et de glycérine (**Richard, 2011**). Les projets de production de biodiesel sont étudiés dans certains pays comme le Canada, les Etats Unis, l'Europe, etc.

Les matières premières pour la production de biodiesel sont les huiles végétales, les graisses animales et les alcools. Ces dernières années, la plupart des biodiesels industriels sont produits à partir de l'huile de matières premières végétales (colza, tournesol, huile de coton, soja, etc.). L'huile de noyau de datte est l'un des huiles les plus importantes actuellement dans les industries dont les domaines d'application incluent les industries pharmaceutique, cosmétique, détergente et lubrifiante (**Soumanou et al., 2005**).

Aucune valorisation industrielle des noyaux de dattes en Algérie, sauf pour une production artisanale comme le café de dattes, ce qui nous a encouragés à évaluer ces noyaux en bioénergie par la création d'un carburant issu de la culture de noyau de palmier dattier.

L'objectif global de cette étude est la production de biodiesel à partir de l'huile des graines des dattes à l'échelle de laboratoire.

Ce travail est divisé en deux parties:

**La première partie compose de 3 chapitres :**

- Chapitre 01: Généralité sur les palmiers dattiers et les dattes.
- Chapitre 02: Noyau de datte.
- Chapitre 03: Biodiesel

**La deuxième partie contenant de 2 chapitres :**

- Chapitre 04: Matériels et méthodes
- Chapitre 05: Résultats et Discussion.

Et enfin une conclusion générale et des perspectives.

# **Synthèse bibliographique**

# **Chapitre I Palmiers**

## **dattiers et dattes**

### I.1. Généralités sur les palmiers dattiers et les dattes

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) est dérivé du mot phénicien «phoenix» signifiant palmier dattier et dactylifera du mot grec «dactylos» signifiant doigt, en raison de la forme du fruit (**Mimouni, 2015**). Le palmier atteint une hauteur de 20 à 30 m, a un tronc cylindrique avec une couronne de feuilles (4 à 7 mètres de long) (**Chniti, 2015**).

Le palmier dattier est une monocotylédone de la famille des Palmaceae, sous-famille des Coryfoïdées selon la classification de **Djouidi (2013)**. **Sall (2007)** montre que le dattier est une plante importante dans les régions chaudes de l'Asie du Sud-Ouest et Afrique du nord. On trouve également dans une moindre mesure au Mexique, en Argentine et en Australie (**Ouamane, 2019**). Les palmeraies d'Algérie sont situées au nord-est du Sahara, sur les hauteurs de l'oasis, avec de bonnes conditions d'eau et de chaleur (**Aboud et al., 2016**). Le palmier a une grande importance écologique et économique dans de nombreux pays (**Chihcheng et Kruege, 2007**), et il est considéré comme la composante principale de l'écosystème oasien selon **Guettouchi (2017)** et couvre environ 3% de superficies cultivées dans le monde selon **Cherif (2022)**.

La datte est l'aliment de base pour les populations du désert (**Noui, 2016**). C'est une baie de forme allongée, la taille est de 1,5 à 8 cm de longueur et le poids est de 2 à 20 g (**Espiard, 2002**), leur couleur va du jaune plus ou moins pâle, ambre translucide, brun, rouge ou noir plus ou moins prononcé selon les espèces (**Brac de la Perrière, 1995 ; Harrak et Boujnah, 2012**).

La datte est constituée de deux parties, une partie comestible « pulpe ou chair » (constituée de: Péricarpe, Mésocarpe, Endocarpe » et une partie non comestible « noyau » (**Chniti, 2015**). Elle contient essentiellement d'eau, sucres, protides, lipides, cellulose, cendres vitamines et enzymes (**Estanove, 1990**). Les dattes sont réparties en trois catégories : dattes molles, dattes demi-molles et dattes sèches (**Benhmed Djilal, 2012**). Selon **Belaroussi (2019)** les stades de maturation de la datte sont: Loulou, Khlal, Bser, Martouba et Tmer.

En Algérie, les régions phoenicoles couvrent 17 Wilayas dont le premier est Biskra qui représente 23%, suivi par El Oued avec 21% et Ouargla avec 15% (**Laouini, 2014**). Il existe plus de 940 cultivars de dattes (**Hannachi et al., 1998**), les principales variétés cultivées sont : Deglet-Nour, Meche-Degla et Degla-Baïda. D'après **Boulal (2017)** les dattes sont le substrat privilégié pour la production de nombreux autres produits tels que le vin, les sirops,....., etc.

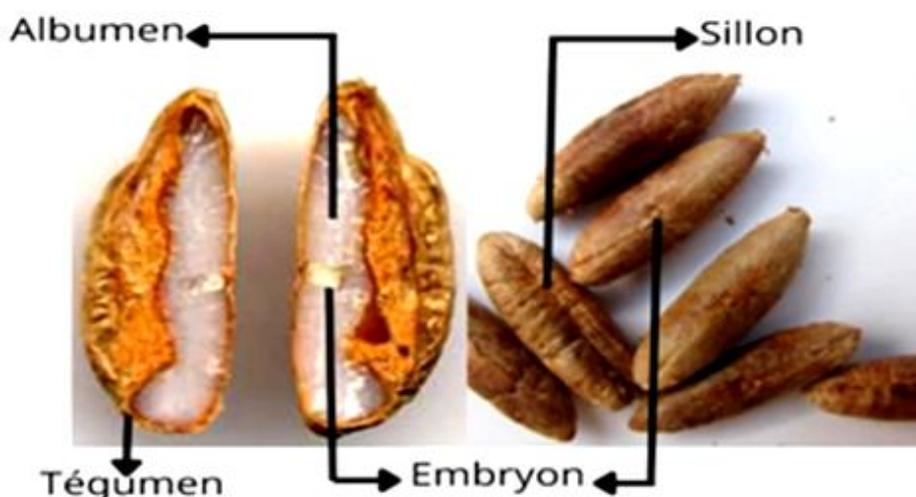
# **Chapitre II Noyau de datte**

## II.1 Généralité sur le noyau de datte

Le noyau est connue comme une forme rectangulaire solide brun, pointue aux extrémités et occupant le centre du fruit, pesant entre 0,5 - 4 g, longueur 12-20 mm, largeur 6-15 mm.

Il est entouré d'un endocarpe parcheminé ; il est allongé, plus ou moins volumineux, lisse ou avec de protubérances latérales en arêtes ou ailettes, avec un sillon ventral; l'embryon est dorsal et sa consistance est dure et cornée (**Dammak et al., 2007**).

Le noyau représente 7 à 30 % de la datte entière. Se compose d'un album en blanc, dur et corné protégé par une enveloppe cellulosique (**Espiard, 2002**)



**Figure II.1.** La morphologie de noyau de datte (**Site web1**).

## II.2 Caractéristiques physico-chimiques du noyau de dattes

### II.2.1 Caractéristiques physiques du noyau de datte

De nombreuses études ont démontrés qu'il existe de grandes différences de diamètre de noyau, de poids et de longueur d'un arbre à l'autre, même si les palmiers en question proviennent de la même culture (**Acourene et Tama, 1997**).

Cette différence peut être due au type de pollen utilisé par les phoeniculteurs. L'étude effectuée a démontré l'effet significatif des pollens sur les caractères morphologiques du noyau (**Khalifa, 1980**).

Selon **Acourene et Tama (1997)**, le poids du noyau du palmier dattier d'Algérie (Ziban) peut varier d'un cultivar à un autre selon différents paramètres : poids : 0,6 – 1,69 g, diamètre : 0,58 – 1 cm et longueur: 2,9 –3,15 cm.

## II.2.2 Composition chimique du noyau de datte

### II.2.2.1 Composition en matière protéique

Les protéines se trouvent au cœur des palmiers dattiers mais varient selon la région et le cultivar. **Djerbi (1994); Al Farsi et al. (2007); Rahman et al. (2007)** ont montré des teneurs allant de 2,3% à 6,0%.

### II.2.2.2 Teneur en sucres

Les noyaux des dattes comportent des sucres réducteurs et non réducteurs. Les études de **Munier (1973); Chaira (2007) ; Rahman et al. (2007)** ont mis en valeur le contenu glucidique des sous-produits de dattes.

**Ishurd et al. (2001) et Ishurd et al. (2003)** ont mis en évidence la présence d'un galactomannane hydrosoluble et un hétéroxylane alcali-soluble dans les noyaux des dattes.

### II.2.2.3 Contenu minéral

La plupart des variétés sont faibles en minéraux, contenant de petites quantités de 1,28% à 3,17% (**Boudechiche et al., 2009**). L'analyse des éléments minéraux révélée par **Besbes et al. (2004) et Chaira et al. (2007)** ont montrés que le potassium est le plus abondant dans le noyau de dattes suivi par le phosphore, le magnésium puis le calcium.

### II.2.2.4 Les acides phénoliques

Les acides phénoliques sont l'une des principales classes de métabolites secondaires contenant un cycle benzénique hydroxylé avec un ou plusieurs groupes carboxyle attachés directement ou indirectement à celui-ci (**Vayalil, 2012; Tang et al., 2013**). En raison de la teneur phénolique la plus élevée, les graines ont des utilisations potentielles dans les aliments fonctionnels, les additifs alimentaires et les industries pharmaceutiques (**Métoui et al., 2018**).

### II.2.2.5 Composition en matière grasse

Les noyaux de dattes sont très riches en matière grasse. La teneur en matières grasses des graines de dattes varie entre 3,01 et 13,5 %. Par ailleurs, les acides gras de l'huile de noyau de dattes selon le type de noyaux se présentent sous deux formes saturés et insaturés (**Hamada et al., 2002 ; Habib, 2009; Alghamdi et al., 2018; Benmeziiane-Derradji, 2019; Salama et al., 2019; AL-Shahib et Marshall (2003). AL-Shahib et Marshall 2003** ont effectué des études sur quatorze variétés de dattes lesquelles montrent que 14 types d'acides gras peuvent exister dans l'huile de noyau.

### II.3 Valorisation des noyaux de dattes

Les noyaux du palmier dattier sont des déchets de beaucoup d'industries de sa transformation (Al-Obaidi et al., 1976; Khatchadourian et al., 1983; Abou Zied et al., 1983, 1991, 1993; Youssif et al., 1990, 1996; Nacib et al., 1997; Al-Hooti et al., 1997; Hobani, 1998; Nacib et al., 1999).

Pour valoriser ces déchets, il serait intéressant d'étendre la recherche à trois thèmes principaux: l'huile de noyaux de dattes pour la cuisson et les biocarburants ; l'extraction de fibres fonctionnelles, et les composants bioactifs fonctionnels pour la santé selon Hossain et al. (2014) ; Araujo (2022).

### II.4 L'huile de noyaux de datte

L'huile de graines de datte est une huile végétale liquide caractérisée par sa couleur jaune. La concentration d'huile dans les graines de différentes variétés varie entre 5,77% et 10,71% (Muzaffar et al., 2022). Il se conserve facilement et plus longtemps grâce à sa grande stabilité oxydative. Il contient 13% d'acides gras, répartis en trois catégories : (Al-Khayri et al., 2021).

⇒ 50% Acides gras mono-insaturés. ⇒ 40% Acides gras saturés. ⇒ 10% Acides gras polyinsaturés.

L'acide oléique est le plus abondant dans chaque catégorie, donc l'huile de noyau de datte est considérée comme sans danger pour l'usage humain (Muzaffar et al., 2022).

Il existe de nombreux domaines d'utilisation de l'huile de graines de datte, tels que les domaines de la nutrition, des cosmétiques et des médicaments, ainsi que dans le domaine de l'énergie renouvelable représenté dans la production de biodiesel.

#### II.4.1 Composition d'huile du noyau des dattes

La plupart des huiles de graines sont composées de triglycérides (TG) et d'autres composants mineurs tels que les phytostérols, les phénols, les caroténoïdes, les tocophérols et les phospholipides. Les différences dans la composition de l'huile de graines de datte peuvent être dues à des différences dans les variétés de datte et les lieux de récolte, ainsi qu'à des différences dans la taille des particules broyées des graines et la méthode d'extraction (Mrabet et al., 2020).

##### II.4.1.1 L'antioxydant

###### II.4.1.1.1 Les tocophérols

Tocophérols ou vitamine E existée dans la partie non saponifiable des huiles végétales. Sa teneur dans l'huile de noyau de datte est de 30 g/100 g (Besbes et al., 2004). Il agit comme un

antioxydant naturel efficace, protégeant l'huile des dommages des radicaux libres qui agissent sur la stabilité et a également des rôles biologiques et sanitaires importants.

#### II.4.1.1.2 Les Stérols

Selon **Mrabet et al. (2020)** les phytostérols présents dans les huiles sous leur forme estérifiée et sont utilisés pour déterminer la qualité de l'huile et détecter les changements (**Halabi et al., 2023**).

#### II.4.1.1.3 Les polyphénols

Comme les autres substances qui l'ont précédé, le phénol était présent dans la fraction insaponifiable (**Boukouada et Yousfi, 2009**) et sa teneur dans l'huile de graines de datte variait de 0,64 à 1,27 mg/g. Les composés phénoliques ont des effets antioxydants et affectent la saveur et la durée de conservation des huiles de graines.

#### II.4.1.2 Les acides gras

Le pourcentage d'huile oléique (monoinsaturé) est le plus élevé comme voire (**Tab.1**) (Voire Annexe 1)

**Tableau II.1** Composition des acides gras d'huile des noyaux de datte en pourcentage (**Boussena et Khali, 2016**)

Acides gras	Deglet nour	Degla Baida	Mech Degla
<b>Saturés</b>			
<b>Caprique (C10:0)</b>	0,35	0,27	0,48
<b>Laurique (C12:0)</b>	17,31	12,77	23,59
<b>Myristique (C14:0)</b>	8,88	6,65	12,16
<b>Palmitique (C16:0)</b>	10,61	10,52	11,42
<b>Stéarique (C18:0)</b>	3,14	2,83	3,64
<b>Caprylique (C8:0)</b>	0,29	0,28	0,44
<b>Monoinsaturés</b>			
<b>Palmitoléique (C16:1)</b>	non détecté	non détecté	non détecté
<b>Oléique (C18:1)</b>	41,61	40,80	41,61
<b>Gadoléique (C20:1)</b>	non détecté	non détecté	non détecté
<b>Polyinsaturés</b>			
<b>Linoléique (C18:2)</b>	15,99		6,65
<b>Linoléinique (C18:3)</b>	non détecté	non détecté	non détecté

## II.4.2 Caractéristiques physicochimiques d'huile de noyaux de datte

### II.4.2.1 Indice d'iode

Est une mesure de l'insaturation de la chaîne des acides gras exprimée en grammes d'iode absorbé par 100 grammes d'échantillon (**Boukouada et Yousfi, 2009**). Selon **Mahmoud A. et al. (2022)**, l'huile de graines de dattes est classée comme non siccative (Indice d'iode inférieur à 100).

#### **II.4.2.2 Indice de saponification**

L'indice de saponification de l'huile de graines de datte variait de 198 à 228 mg de KOH/g en moyenne (**Mahmoud A. et al., 2022**). Il est utilisé pour savoir quels types de triglycérides sont dans l'huile (**Nehadi et al., 2012**).

#### **II.4.2.3 Indice d'acidité**

L'indice d'acidité de l'huile de graine da datte est compris entre 1,35 et 1,38 mg de KOH/g. L'indice d'acide (nombre de neutralisation) est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser l'acide libre dans 1 g de l'échantillon, cette valeur peut être utilisée pour vérification de la pureté de l'huile (**Boukouada et Yousfi, 2009**).

#### **II.4.2.4 Indice de réfraction**

L'indice de réfraction de l'huile de graines de dattes entre 1,4778 et 1,4792, (**Boukouada et Yousfi, 2009**).

#### **II.4.2.5 Viscosité**

Selon **Besbes et al. (2005)** ont indiqué que la viscosité de l'huile de noyaux de datte de la variété Deglet Nour était inférieure à celle de la plupart des huiles végétales, que la viscosité diminue lorsque le poids moléculaire diminue. Et c'est ce qui distingue et encourage l'huile de noyau de datte pour la production de biodiesel (**Al-Mawali et al., 2021**).

#### **II.4.2.6 Couleur et odeur**

La couleur de l'huile de graines de datte varie du jaune-vert au jaune-brun. (**Golshan et al. (2017)**) ont expliqué que le jaunissement de l'huile de graines de palmier dattier est dû à la grande quantité de pigment caroténoïde qu'elle contient, et qu'elle est donc supérieure en couleur à la fois à l'huile de soja et à l'huile de tournesol. Il a également une odeur agréable en raison de sa source de composés phénolique.

### **II.4.3 Méthodes d'extraction d'huile**

#### **II.4.3.1 Extraction par soxhlet**

Appareil Soxhlet qui extrait l'huile des noyaux de dattes à l'aide d'un solvant organique, généralement de l'hexane. Placés 10 mg de poudre de graines de datte dans la cartouche et placés dans l'appareil Soxhlet. L'hexane est versé dans un ballon d'une capacité de 250 ml

connecté au dispositif Soxhlet. Le processus d'extraction dure 8 heures puis l'extrait s'évapore dans un évaporateur rotatif à une température de 70 °C (Mrabet et al., 2022).

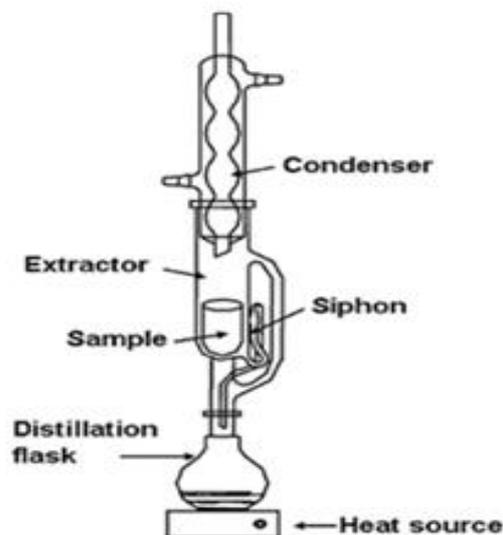


Figure II.2 Montage de L'appareil de soxhlet (Luque de Castro et Priego-capote, 2009)

#### II.4.3.2 Extraction assistée par ultrasons (EAU)

Une méthode nouvelle et innovante d'extraction des huiles végétales, caractérisée par la facilité d'utilisation, la réduction du temps d'extraction et la réduction de l'utilisation de solvants (Mahmoud A. et al., 2022).

Mrabet et al. (2020) a montré qu'il s'agit d'une technologie verte qui a attiré l'attention en raison de son rôle dans la durabilité environnementale. Cette technologie utilise des ultrasons à haute fréquence pour augmenter les vibrations et modifier les propriétés physiques et chimiques des tissus végétaux, ce qui facilite la libération de composés extractibles par le solvant. Mettre la poudre de *Phoenix dactylifera* dans un flacon bouché (250 ml) et ajouter de l'hexane jusqu'à complétée au volume et sonifiée dans un bain à ultrasons.

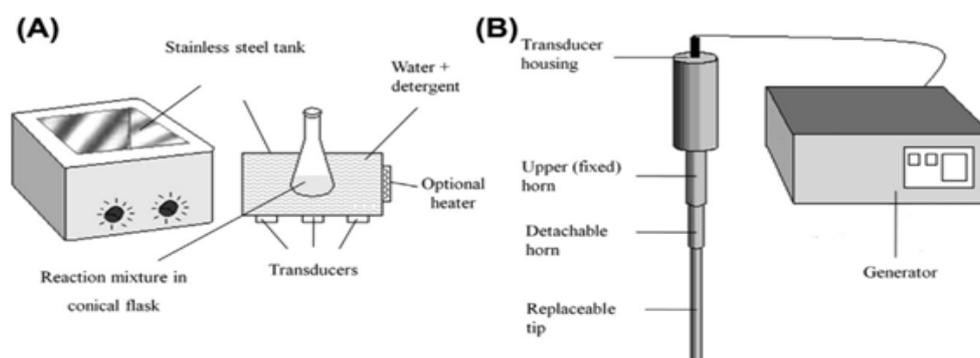


Figure II.3 Schéma d'appareil d'ultrason; A: Bain, B: Sonde ch11 P299 (Mrabet et al., 2022)

# **Chapitre III Biodiesel**

### III.1 Définition du biodiesel

Le biodiesel est une énergie renouvelable, propre et une alternative écologique qui appartient à la première génération de biocarburants utilisés dans les moteurs diesel en raison de sa grande similitude avec le diesel pétrolier. Il résulte de méthodes de réaction chimique d'huiles végétales ou de graisses animales (huiles végétales vierges ou usagées, huiles extraites de microalgues, graisses animales) avec de l'alcool. **(Khairi, 2016)**

### III.2 Historique

En 1912, Mr Rudolf diesel, a déclaré "L'utilisation d'huiles végétales comme combustible peut sembler insignifiante aujourd'hui, mais ces huiles pourraient à terme devenir aussi importantes que le pétrole l'est actuellement". En 1982, la conférence "Vegetable Oil Fuels" à Fargo, où la conférence a traité des problèmes pouvant être causés par l'utilisation des huiles végétales brutes comme carburant et de la solution représentée par transestérification afin de réduire la viscosité des huiles végétales. **Amit (2012)** a été précisé que les auteurs avaient trouvés trois articles datés de 1984 dans lesquels le terme biodiesel était mentionné. Mais qui a utilisé le terme en premier est inconnu.

### III.3 Caractéristiques physicochimiques du biodiesel

#### III.3.1 Densité

La densité du carburant a un impact significatif sur les performances du moteur. Le carburant est dosé en calculant la masse du volume injecté via la densité. Un carburant dense entraîne une plus grande masse de carburant injecté.

#### III.3.2 Viscosité

La viscosité augmente avec le nombre de carbones et diminue avec le degré d'insaturation. **(Knoth et al., 2005)**.

#### III.3.3 Pouvoir calorifique

Le pouvoir calorifique est la quantité d'énergie par unité de masse ou de volume de carburant dans la réaction chimique de combustion complète qui aboutit à la production de CO<sub>2</sub> et de H<sub>2</sub>O **(Sanghare, 2008)**.

#### III.3.4 Point de trouble

Le point de trouble est la température à laquelle le biocarburant perd sa fluidité et commence à former des cristaux lorsque le produit est refroidi dans des conditions standard **(Sary, 2011)**.

#### III.3.5 Point d'écoulement

Le point d'écoulement est la température à partir de laquelle le liquide commence à s'écouler.

#### III.3.6 Oxydation

Le biodiesel peut s'oxyder lorsque le FAME entre en contact avec l'oxygène, se convertissant en peroxyde d'hydrogène, en aldéhydes, en acides et en d'autres composés contenant de l'oxygène qui peuvent former des dépôts dans le moteur (**Knoth et al., 2005**).

### III.4 Méthodes de fabrications du biodiésel

Il existe plusieurs technologies bien établies et acceptées pour la production de biodiesel. Les huiles végétales et les graisses animales peuvent être modifiées afin de réduire leur viscosité afin que le produit puisse être utilisé comme carburant pour les moteurs diesel. Plusieurs techniques pour cette modification telle que l'application directe, le mélange, les microémulsions, la pyrolyse, la transestrification, la dilution.....etc (**Leung et al., 2010**).

#### III.4.1 Transestérification

La transestérification est le processus de réaction d'un triglycéride (huile végétale) avec un alcool à chaîne courte en présence d'un catalyseur pour produire les esters d'acides gras R-COOH et de glycérol (**Ndiaye, 2012**).

- Variables de processus: Température de réaction, Rapport alcool/huile végétale, Quantité de catalyseur, Huiles brutes utilisées, Catalyseur....etc.

**Tableau III.2** Exigences pour le processus de transestérification (**Marchetti et al., 2005 ; Ndiaye, 2012**).

Les exigences	Les types	Les détaille
Les catalyseurs	Homogènes	<b>Basiques</b> : sodium hydroxide (NaOH) , potassium hydroxide (KOH)
		<b>Acides</b> : acides minéraux HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , acides sulfoniques rarement utilisés (moins réactifs, risques élevés de corrosion)
	Hétérogènes	Aluminat de zinc : Zn Al <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
Les alcools	Méthanol	utiliser en raison de se dissolvent facilement et réagissent rapidement avec les triglycérides et le NaOH, et leur faible coût et de leurs avantages physiques et chimiques.
	Ethanol	
L'huile végétale	A partir de 3 générations	Graines de dattes, maïs, canola, arachides, tournesols, soja, olives et palmiers.....

- La réaction est effectuée à une température très élevée pendant deux heures, et le mélange d'alcool et de catalyseur est d'abord dissous, qui est ensuite placé dans un réacteur fermé et de l'huile est ajoutée. (**Ndiaye, 2012**)

- Dans un second temps, du glycérol et du biodiesel (esters) sont produits à la suite de la réaction précédente, mélangés à de l'alcool et séparés par sédimentation par centrifugation.
- Enfin, le biodiesel est purifié par lavage à l'eau chaude pour éliminer les résidus de catalyseur et autres impuretés. En plus d'éliminer l'excès d'alcool par évaporation ou distillation (**site web2**).

### III.5 L'utilisation du biodiesel

La plupart des fabricants autorisent l'utilisation du biodiesel dans les moteurs. Et peut être mélangé biodiesel avec du diesel minéral pour que le biodiesel ait différentes concentrations 2% (B2), 5% (B5), 20 (B20) 100% (B100) (**Yusuf et al., 2011**). Le biodiesel mélangé au diesel a été utilisé comme carburant de transport dans un certain nombre de pays, dont l'Allemagne, l'Italie et la Malaisie. Les autobus urbains de la Société de Transport de Montréal (STM) opèrent actuellement principalement B5 et B20 (**Naylor et Higgins, 2017**).

### III.6 Les avantages et l'inconvénient du biodiesel

#### III.6.1 Les avantages

- ✚ Renouvelable et respectueux de l'environnement et il n'est pas inflammable ou explosif, contrairement au diesel pétrolier. (**Yusuf et al., 2011**)
- ✚ Sa combustion ne produit pas d'odeur désagréable et il est extrait de divers matériaux (**Ong et al., 2021 ; Arshad et al., 2018**).
- ✚ Le biodiesel réduit les émissions de soufre de 30 % et le CO<sub>2</sub> de 10 % et dioxyde d'azote. Il ne contient pas de produits chimiques ou composés aromatiques nocifs (**Huang et al., 2009**).
- ✚ Le biodiesel réduit 90 % de la toxicité de l'air et 95 % des substances cancérigènes.
- ✚ Limiter la propagation des fumées et des hydrocarbures et du réchauffement climatique.
- ✚ Le transport, la manipulation et le stockage plus sécurisée que le diesel conventionnel car il ne produit pas de vapeurs explosives (**Al-Zuhair S., 2007**).

#### III.6.2 L'inconvénients

- ◆ Prix mondiaux élevés des matières premières et pas disponibles facilement pour les consommateurs (**Moser, 2009**).
- ◆ Le coût de production des biocarburants est élevé (la matière première représente 80 % du coût total d'exploitation) (**Abbaszaadeh et al., 2012**).
- ◆ Rendement énergétique plus faibles que le diesel conventionnel.
- ◆ Fonctionne moins à basse température (**Christian et al., 2009**).
- ◆ Viscosité élevée par rapport au diesel pétrolier (**Damien, 2014**).

# **Partie**

# **Expérimentale**

# **Chapitre IV Extraction d'huile et production du biodiesel**

Notre travail consiste principalement à préparer un échantillon de biodiesel en utilisant la réaction de transestérification de l'huile extraite du noyau de datte.

Les travaux ont été réalisés majoritairement au :

- Laboratoire Ecophysiologie des Plantes et Molécules Bioactives dans un Centre de Recherche Scientifique et Technique sur les Régions Arides (CRSTRA) de la ville de Biskra.
- Laboratoire de département de science naturel et de la vie (EL-hadjeb)
- Centre de Recherche d'Analyses Physiques et Chimiques (CRAPC) à Biskra.

#### IV.1 Matériels et produits

Le **TabIV.3** figure les outils et les matériaux utilisés dans les deux phases (extraction et tranestrefucation)

**Tableau IV.3** Les divers matériaux et équipements utilisés.

Matériels	Produits
<b>1. Extraction d'huile de noyaux de dattes</b>	
- Becher	- Hexane
- Boite de pétri	- Eau distillé
- Eprouvette gradué	
- Papier Aluminium	
- Spatule	
- Papier filtre	
- Broyeur	
- Etuve	
- Balance analytique	
- Appareil de Soxhlet de 1L	
- Rotavapeur	
<b>2. Production du biodiesel</b>	
-Erlenmeyer	-Huile extraire
-Eprouvette gradué	-Ethanol (C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O)
-Ampoule à décanter	-Hydroxyde de sodium (NaOH)
-Balance analytique	-Eau distillée
-Agitateur magnétique	
<b>3. Paramètres physiques</b>	
- Refractomètre.	
- Viscosimètre	
- Densimètre (pycnomètre)	

## IV.2 Extraction d'huile de noyaux de dattes

### IV.2.1 Origine et préparation de la matière première

- **Graine de palmier :** Les noyaux de dattes ont été collectés à partir de datte de palmiers dattiers (*Phoenix Dactylifera L.*) par la méthode manuelle de la variété Deglet Nour et El-Ghars de la wilaya de Biskra.



**Figure IV.4** Les dattes et les noyaux de dattes variété Deglet Nour. (Originale)

### IV.2.2 Calcul du tonnage

Le poids d'une graine de datte a été déterminé en considérant 20 dattes, prises au hasard, dans chaque variété. La méthode pour cette opération était de trouver:

- la dimension des dattes et de leurs graines (longueur et largeur), à l'aide d'un pied à coulisse avec une précision de  $\pm 0,1$  cm.
- le poids des dattes, de leurs pulpes et pépins, à l'aide d'une balance analytique de précision d'une précision de  $\pm 0,001$  g se réfère à **Boulal et al. ( 2022)**.

### IV.2.3 Préparation d'échantillon

La pulpe est **séparée** du noyau de la datte à la main.

**Nettoyage:** Après que le noyau a été retiré des dattes, Les échantillons ont été nettoyés par l'eau distillée pour enlever les traces de pulpe.

**Séchage :** Après lavage, les noyaux sont mis à sécher légèrement sur du papier absorbant puis ont été placés dans une étuve de séchage à  $60\text{ C}^\circ$  pendant 24 heures.



**Figure IV.5** Séchage des noyaux. (Originale)

**Broyage:** Le broyage des graines nous a permis d'avoir un substrat homogène, l'opération est réalisée par un broyeur électrique.



**Figure IV.6** Poudre de noyaux de datte. (Originale)

#### IV.2.4 L'extraction par soxhlet

##### Protocole

- ⇒ **Etape 1 :** Pesez 150 g de poudre de graines de datte.
- ⇒ Mettre l'échantillon dans un papier filtre puis dans la cartouche.
- ⇒ Placer la cartouche dans l'appareil extracteur de "Soxhlet".
- ⇒ **Etape 2 :** Verser la quantité nécessaire de solvant d'hexane dans le ballon (1500ml).
- ⇒ Allumer le chauffe-ballon à 70°C, la vapeur montante tomber sur la cartouche, lorsque le ballon est chauffé, le solvant s'évapore et passe à travers le tube adducté, il est condensé par le

fluide frigorigène puis refoulé dans la cartouche pour solubiliser le produit que l'on cherche à extraire du solide. L'appareil soxhlet est plein et la solution siphonne retourne dans le ballon. Le solvant se concentre en produit recherché, alors que le solide de départ s'en appauvrit, ce cycle se répète jusqu'à l'épuisement 6 heures.

### Principe de l'appareil

L'extraction est basée sur le principe suivant : Les composés non polaires tels que les lipides sont insolubles dans les composés polaires tels que l'eau, mais sont solubles dans les solvants non polaires tels que l'hexane. L'hexane a un point de vaporisation plus bas que les graisses et les huiles à extraire, il est donc très facile à chauffer et à séparer (Kragten et al., 2014).

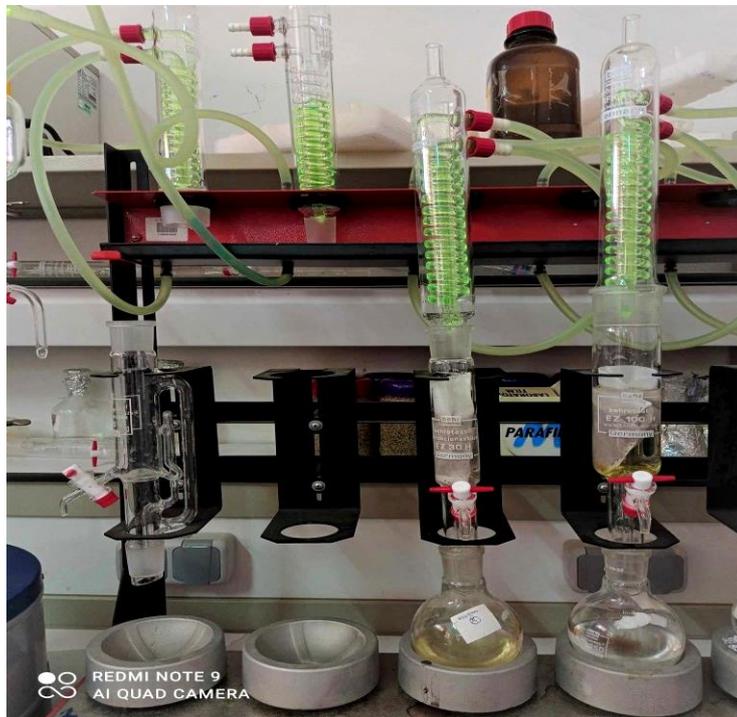
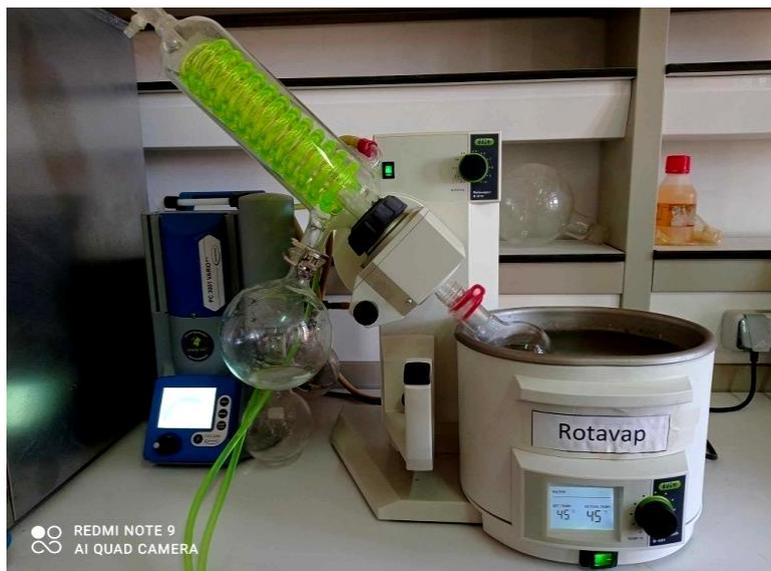


Figure IV.7 Le montage de soxhlet. (Originale)

⇒ **Etape 3:** Après 6 heures, on ajoute l'huile extraire dans l'appareil Rotavapor pour obtenir l'huile et récupérer le solvant.

⇒ Eliminer les dernières traces du solvant en chauffant l'huile dans une étuve pendant 24h à 70°C.



**Figure IV.8** L'appariel de Rotavap. (Originale)

L'évaporateur rotatif (ou rotavap, ou rotavapor) est un appareil permet d'évaporer rapidement un solvant à une température relativement basse. Par évaporation sous vide à l'aide d'une pompe à vide avec une soupape de commande. Lors de l'évaporation, le ballon est retourné et plongé dans le bain liquide chaud. L'appareil est équipé d'un réservoir de condenseur pour recueillir le condensat. La rotation de la bille crée une surface d'échange plus grande et plus roulante, ce qui permet une évaporation et est la méthode la plus rapide et la plus avantageuse adopté par **penchev (2010)**.

#### IV.2.5 Rendement d'huile

Nous avons calculé le rendement d'huile extraite en utilisant la relation n°1 (**Al-Zuhair et al.,2017**)

$$R = \frac{M_H}{M_I} \times 100 \quad (\text{IV. 1})$$

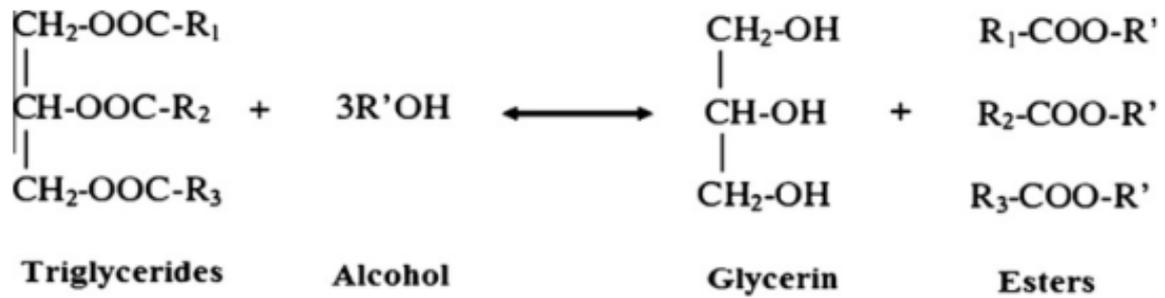
- $M_H$ : Masse d'huile extraite
- $M_I$ : Masse initiale de noyaux de datte avant l'extraction

### IV.3 Synthèses de biodiesel

#### IV.3.1 Transestérification

La transestérification est la technique classique la plus utilisée pour la production de biodiesel. Au cours de cette réaction des huiles végétales, un triglycéride réagit avec un alcool en présence d'un acide ou d'une base forte, produisant un mélange d'esters d'alkyle

d'acides gras et de glycérol (Sercheli et al., 1997). FigIV.9



**Figure IV.9** Réaction de Transestérification pour fabriquer le biodiesel (Abbaszaadeh et al., 2012).

#### IV.3.1.1 Réaction

La réalisation de la réaction de transestérification est effectuée comme suit:

- On verse 20 ml de l'huile dans un erlenmeyer et on chauffe à l'aide d'une plaque chauffante agitée jusqu'à ce que la température atteigne 60°C.
- Dans un autre erlenmeyer dissoudre 0,2 g de d'hydroxyde de sodium avec 6 ml d'éthanol avec agitation et l'échauffement.
- L'huile de noyau de dattes chauffée est mélangée à la solution préparée
- Après 30 mn d'agitation laisser reposer le mélange pour que la séparation s'effectue.

#### IV.3.1.2 Décantation

Après l'achèvement de la réaction, on mit le mélange dans une ampoule à décanter pendant 24 heures afin d'obtenir 2 phases, phase inférieure (Glycérine qui a une densité plus grande que l'ester) et phase supérieure (Biodiesel). Par la suite, verser la glycérine dans un flacon et laisser les esters dans l'ampoule.

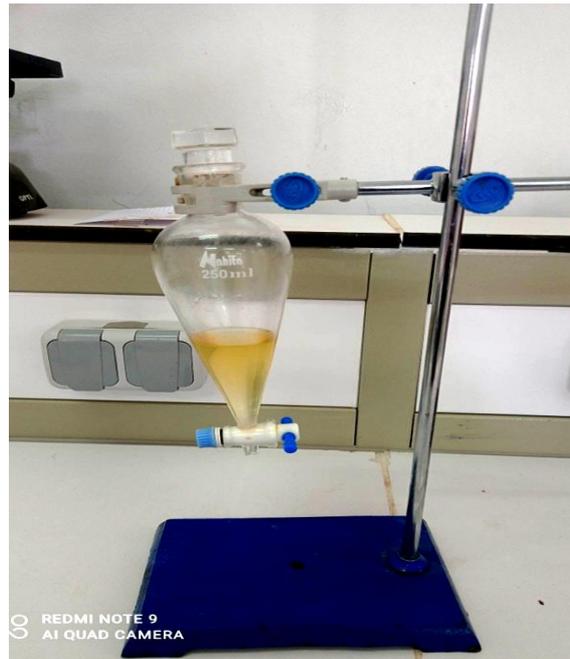


Figure IV.10 L'étape de séparation par Ampoule à décanter. (Originale)

### IV.3.1.3 Lavage

Le biodiesel obtenu doit être lavé pour éliminer l'excès de catalyseur, en ajoutant une quantité d'eau distillée dans l'ampoule de décanter. Ensuite, le biodiesel récupéré est chauffé dans l'étuve à 100 °C afin d'éliminer les traces d'éthanol et de l'eau. Le processus se déroule comme indiqué sur le schéma Fig. IV11

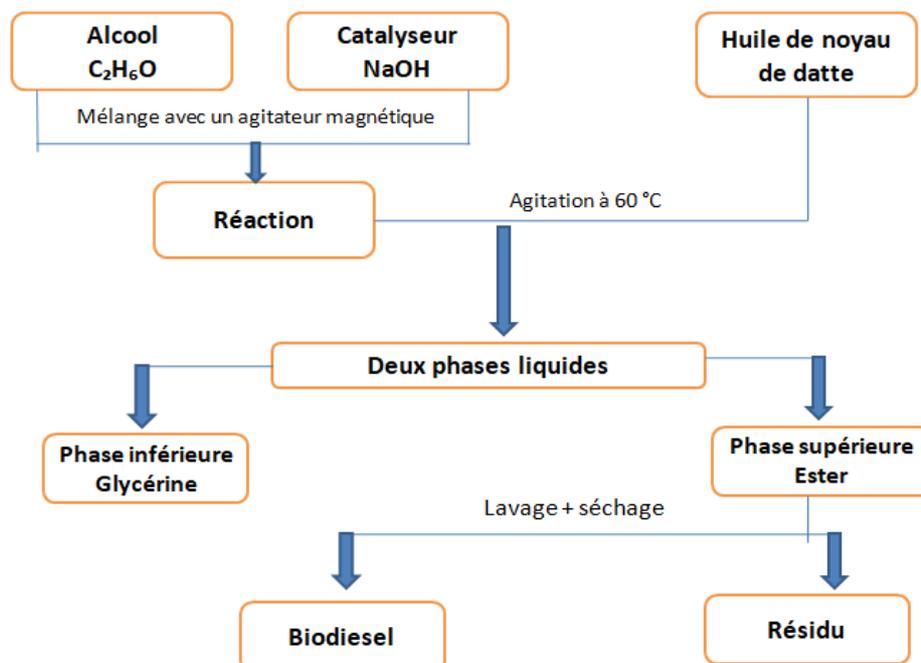


Figure IV.11 Schéma réaction de la transestérification (Alloune, 2017).

### IV.3.2 Rendement du biodiesel

- Le rendement de biodiesel synthétisé est calculé par la relation n°2 (Khelafi et al.,2020).

$$R = \frac{M_B}{M_H} \times 100 \quad (\text{IV. 2})$$

- $M_B$ : Masse du Biodiesel obtenu
- $M_H$ : Masse d'huile utilisée

### IV.4 Paramètres physiques

Des analyses physiques sont appliquées à l'huile de noyau de datte extraite, ainsi qu'au biodiesel.

#### IV. 4.1 L'indice de réfraction

Le réfractomètre est un appareil de mesure qui détermine l'indice de réfraction de la lumière d'une matrice solide ou liquide. Cet indice s'observe par la déviation d'un faisceau lumineux suivant la nature du milieu dans lequel il se propage.

#### Mode opératoire

1. Après nettoyage de l'appareil, mettre une petite quantité d'échantillon sur le prisme.
2. Refermez le volet et regardez dans l'oculaire.
3. Notez la position de l'échelle en bordure et la température de mesure.



Figure IV.12 L'appareil de refractomètre.(Originale)

#### IV.4.2 La densité

La densité est le rapport de la masse volumique d'un liquide à celle de l'eau dans des conditions de pression et de température fixées.

##### Mode opératoire

La méthode consiste à faire une série de quatre pesées a, b, c, d dont on déduit le poids et le volume de l'échantillon. (Voir annexe 4)

- a: le poids du pycnomètre vide (ou fiole de 100ml vide et sec),
- b: le poids de pycnomètre contenant le huile à étudier (15g environ).
- c: le poids de pycnomètre + huile +eau distillée dégagée.
- d: le poids de pycnomètre rempli d'eau.

##### Calcule

$$dr = \frac{Ps}{Vs} \text{ g/cm}^3 \quad (\text{IV. 3})$$

$$dr = \frac{b - a}{(b + d) - (a + c)} \text{ g/cm}^3 \quad (\text{IV. 4})$$



**Figure IV.13** Mesure la densité par pycnomètre. (Originale)

#### IV.4.3 La viscosité

##### Principe de fonctionnement

Le rhéomètre est un appareil permettant de mesurer les propriétés rhéologiques des matériaux. La rhéologie se définit comme l'étude de l'écoulement et la déformation de la matière décrivant l'interrelation entre les forces, la déformation et le temps. Contrairement à un viscosimètre, qui ne peut mesurer la viscosité d'un fluide que dans certaines conditions, un rhéomètre est capable de mesurer la viscosité et l'élasticité de matériaux non newtoniens dans des conditions variées.



**Figure IV.14** L'appareil de Rhéomètre. (Originale)

# **Chapitre V Résultats et Discussion**

### V.1 Calcul du tonnage

La longueur, la largeur et le poids ont été calculés pour vingt dattes et noyaux de dattes pour les variétés Deglet Nour et El-Grass.

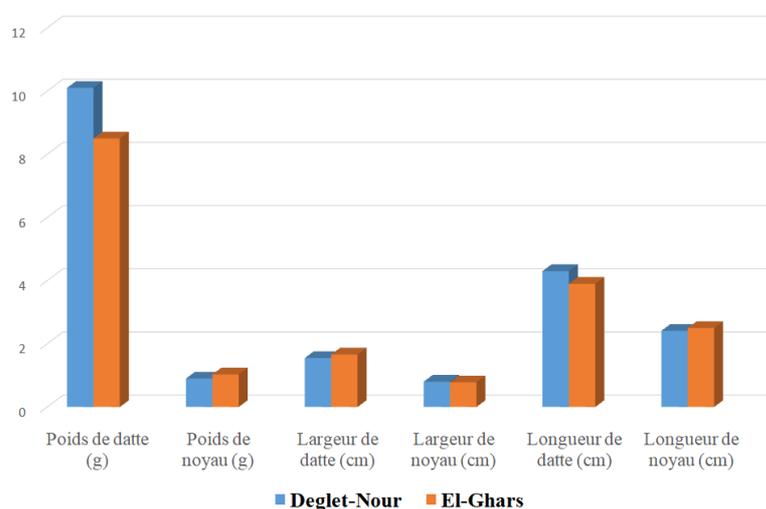


Figure IV.15 Poids et dimension des dattes et leurs noyaux.

- Les résultats obtenus ont montré que le poids des dattes du cultivar Deglet Nour est nettement le plus élevé, suivi par celui des cultivars El-Ghars, ce résultat est trouvé aussi par **Djoud (2013)**.
- Pour le poids des noyaux, nous avons constaté que les dattes des variétés El-Ghars et Deglet Nour étaient presque similaires en poids. Ces valeurs sont les mêmes mesurées par **Acouréne et al.(2001)** sur 58 cultivars Algérie.
- Pour la longueur du noyau, nous avons remarqué que les cultivars DegletNour et El Ghars ont presque la même longueur.
- Le poids entier de la datte Deglet-Nour est plus important que Ghars. Ces valeurs sont supérieures à celles trouvées par **Acourene et Tama (1997)**, pour Deglet- Nour, nos valeurs restent inférieures à celles marquée par **Maatalah (1970)** respectivement de 12g et 10.63g. Le poids de la datte reflète sa bonne qualité.
- Ces différences peuvent s'expliquer notamment par les conditions dans lesquelles les mesures sont réalisées, en plus de la différence dans la région d'échantillonnage.

## V.2 Extraction de l'huile

Après une série d'extractions, l'huile obtenue est présentée dans la **fig. V.16** suivante :



**Figure V.16** L'huile de noyau de datte extraite. (Originale)

### V.2.1 Rendement d'huile

Nous avons calculé le rendement d'huile extraite:

- ✓  $M_H$ : Masse d'huile extraite = **15 g**
- ✓  $M_I$ : Masse initiale de noyaux de datte avant l'extraction = **150 g**

Le rendement de notre huile extraite par soxhlet c'est:

$$\mathbf{R = 10 \%}$$

Le poids moyen d'une graine de palmier est d'environ 10 à 15 % du poids du fruit du palmier. La teneur en huile des graines de palmier dattier était d'environ 10 %. Les résultats de l'extraction est très faible mais acceptable en comparaison avec ceux trouvés par **Lammari et al. (2020)** ; **Ben-Youssef et al.(2017)**; **Khali et Boussena (2016)** ont adaptions la même méthode) avec des taux estimés respectivement à 4,44 % et 8,7% pour ces deux derniers.

Ce résultat varie selon la variété et la méthode d'extraction avec des solvants différents ce qui a influencé sur le rendement de l'huile. Outre que l'influence du solvant, il existe d'autres paramètres qui avaient un effet sur le rendement tels que, la taille des particules, le temps et la température d'extraction.

Le **Tab V.4** montre le rendement de l'huile de noyaux de dattes pour les autres études selon les différentes méthodes d'extraction.

**Tableau V.4** Rendement de l'huile de noyaux de dattes selon les différentes méthodes d'extraction.

Méthode d'extraction	Solvant	Conditions opérationnelles	Pourcentage d'huile	Référence
Soxhlet	Méthyltetrahy-drofurane	15 g	4.04 %	Ben-Youssef, et al., 2017
		8 h		
	Hexane	Poids non indiqué	5,89 %	Nehdi et al., 2018
		8 h		
	Éther de pétrole	Poids non indiqué	5,77 %	Al-Juhaimi et al. 2018
		5 h		
Microonde	Méthyltetrahy-drofurane	15 g	4.74 %	Ben-Youssef, et al., 2017
		30 min		
Ultrason	Hexane	Même	6.18 %	Ben-Youssef, et al., 2017

### V.2.2 Caractéristique physique d'huile

Les résultats obtenus des analyses physiques sont représentés dans le Tab V.6

**Tableau V.5** Caractéristiques physique de l'huile des noyaux de dattes.

Caractérisation	Valeur / Description
Aspect	Liquide peu visqueux
Couleur	Jaune foncé
Odeur	Normale
Densité	0.91 g/cm <sup>3</sup>
Viscosité à 20°C	0.076 Pa/s
Viscosité à 40°C	0.03 Pa/s
Indice de réfraction	1,47

#### V.2.2.1 Couleur et Odeur

La couleur d'une huile est un paramètre très important pour la détermination de sa qualité. L'observation visuelle montre une couleur Jaune foncé, une odeur normale a été relevée. **Besbes et al. (2005)** a relié la couleur jaune à la quantité importante de pigments jaunes (caroténoïdes).

### V.2.2.2 Densité

#### Calcul la densité

La méthode consiste à faire une série de quatre pesées a, b, c, d où:

a: le poids du pycnomètre vide = 43.4883 g

b: le poids de pycnomètre contenant le huile à étudier = 50.0035 g

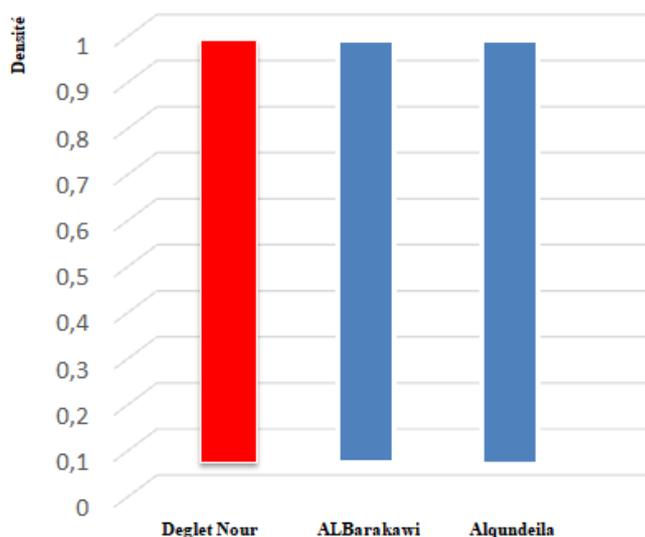
c: le poids de pycnomètre + huile +eau distillée dégagée = 144.5001g

d: le poids de pycnomètre rempli d'eau = 145.1098 g

**donc:  $d_r = 0.91 \text{ g/cm}^3$**

La densité est une propriété physique fondamentale qui peut être utilisée avec d'autres propriétés pour caractériser les huiles lubrifiantes et les carburants. Les acides gras ont une densité inférieure à celle de l'eau ( $0.998 \text{ g/cm}^3$  à  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

La valeur de densité trouvée dans cette étude est de l'ordre de ( $0.91 \text{ g/cm}^3$ ), valeur comparable à l'huile de noyau de datte variété ALBarakawi ( $0.9116 \text{ g/cm}^3$ ) et l'huile de noyau de datte variété Alqundeila ( $0.9174 \text{ g/cm}^3$ ) au soudan selon **EL-Hussein et al., (2012)**. On remarque que la densité se trouve dans l'intervalle fixé par **(Rahmani, 2005)** pour l'huile végétale ( $0,906$  à  $0,919 \text{ g/cm}^3$  à  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

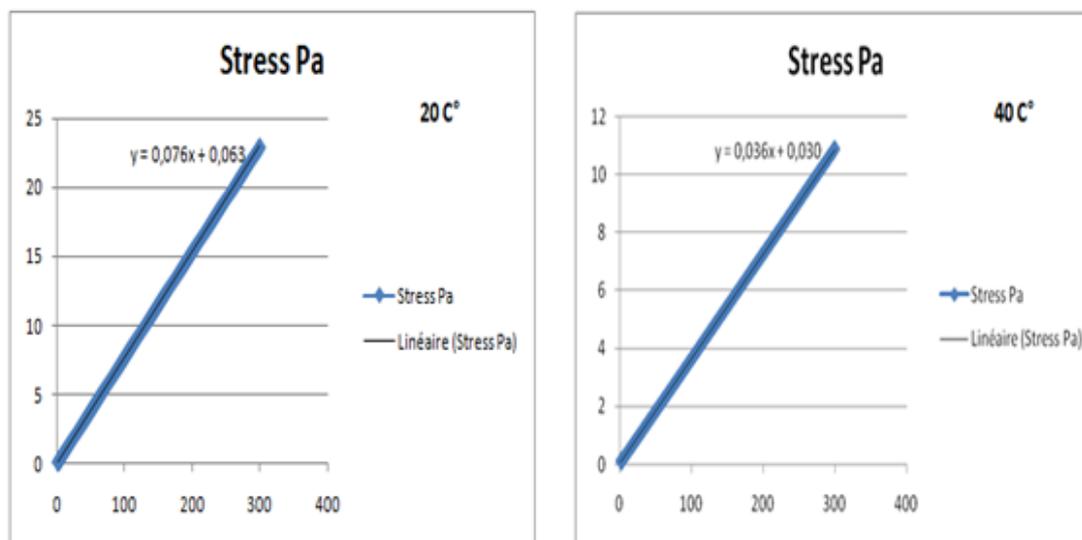


**Figure V.17** Représentation graphique de la densité.

### V.2.2.3 Viscosités

La viscosité de l'huile a été mesurée à  $20^\circ\text{C}$  et à  $40^\circ\text{C}$  ; montre qu'il y a une diminution en fonction de la température ( $0.076 \text{ Pa/s}$  et  $0.03 \text{ Pa/s}$ ). La viscosité trouvée à  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  est inférieure aux valeurs trouvées par **Abdel-Raziq et al.(2014)** ( $0.78$  à  $20^\circ\text{C}$ ) pour l'huile d'olive. La viscosité trouvée à  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  est  $0.03 \text{ Pa/s}$ , elle est supérieure à celle trouvée par **Besbes et al. (2015)** ( $0.02 \text{ Pa/s}$ ) de l'huile de graine DegletNour. Il convient de noter que la

viscosité de l'huile (**0.03 Pa /s**) était inférieure à celle de la plupart des huiles végétales dont (valeur moyenne 0.05-0.1 Pa /s).



**Figure V.18** Courbes de viscosité à 20°C et 40°C

Il y a deux courbes graphiques représentant la valeur de la viscosité en fonction de la stress et de la vitesse à une température de 20 et 40°C (**Fig. V.17**) (Voire Annexe 1et 2) , où l'on note que la pente est une droite passant par le principe (Newtonien), signifiant que la viscosité constante.

La viscosité de l'huile de noyau de datte est très légère à 20°C et diminue encore à 40°C. Nous mentionnons que c'est l'un des avantages de l'huile de noyau de datte dans le reste des huiles, ainsi que cela encourage son utilisation dans la fabrication de biodiesel.

#### V2.2.4 Indice de réfraction

L'indice de réfraction représente aussi un critère de pureté de l'huile. L'indice de réfraction de notre échantillon est de l'ordre de **1,47** à 20°C. Cette valeur est supérieur de celles énoncées par **EL-Hussein et al. (2012)** ou l'indice de réfraction variété ALBarakawi est de l'ordre de 1.444 à 20°C et l'indice de réfraction variété Alqundeila est de l'ordre de 1.458 à 20°C. D'après les résultats qu'on a obtenus, notre huile de noyau de datte est riche en acide linoléique 5, confirme **Pobeda (2012)** qui a classé les huiles qui ont un indice de réfraction entre 1,471 à 1,477 dans la catégorie des huiles riches en acide linoléique.

### V.3 Réaction de Transeserfification

Le succès d'une réaction de transestérification est matérialisé par la présence deux phases. Après une journée de repos, le mélange est resté le même. La **figure V.18** montre que la séparation des esters méthyliques (biodiesel) de la glycérine n'a pas eu lieu, il a formé une phase qui est de la glycérine uniquement, donc le résultat est négatif.



**Figure V.19** L'étape de séparation de deux phases. (Originale)

#### V.3.1 L'interprétation de résultat

Des nombreux facteurs peuvent empêcher la réaction de transestérification se produire tel que :

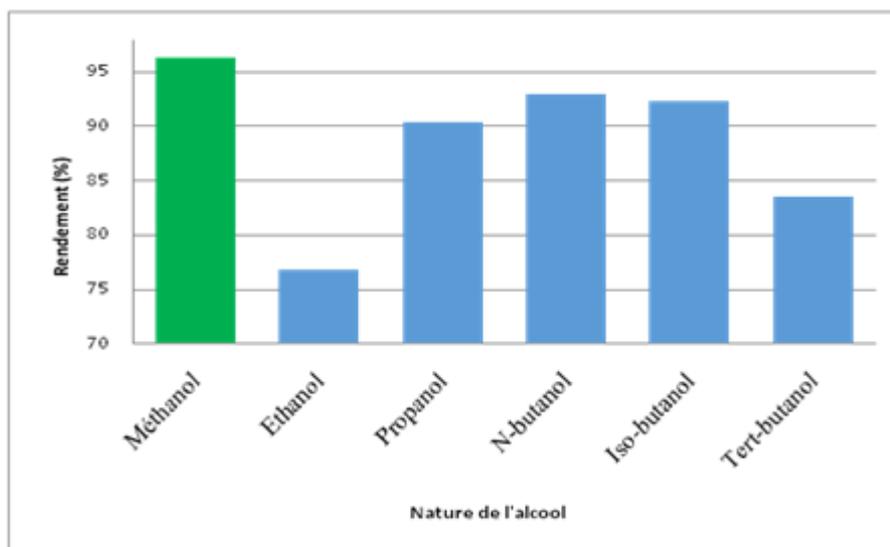
- ✓ Manipulation imprécise des pipettes et des outils de prélèvement de liquide.
- ✓ Utilisation d'outils sales pendant la réaction.
- ✓ Erreur de programmation matérielle.
- ✓ La méthode incorrecte de conservation de l'huile de noyau de datte et les produits utilisés dans la réaction.
- ✓ Utilisation de produits périmés (solvant et catalyseur).
- ✓ Les facteurs influençant de la réaction de transestérification comme le choix de l'alcool, le rapport molaire, la polarité des solvants..... etc.

#### V.3.2 Les facteurs influençant de la réaction de transestérification

##### V.3.2.1 Effet de la nature de l'alcool

L'alcool utilisé pour cette réaction est l'éthanol. L'éthanol est plus soluble mais moins

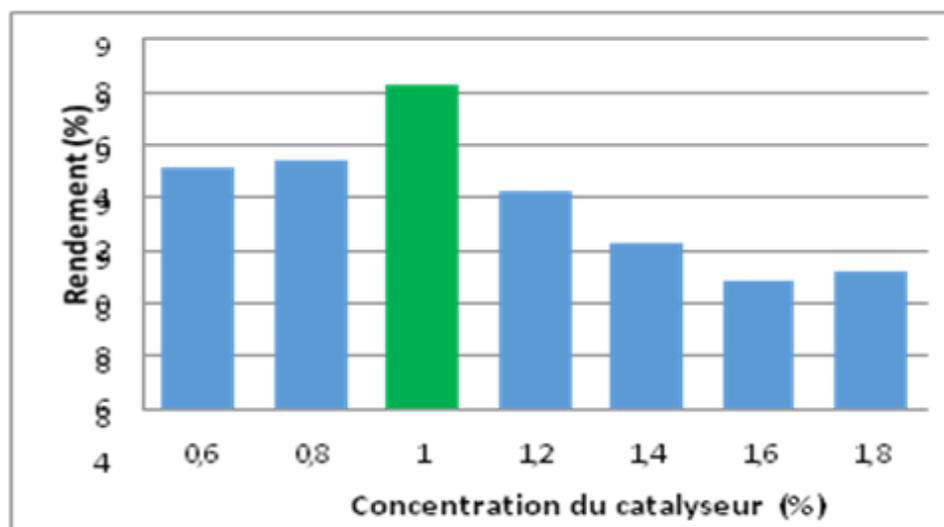
réactif que le méthanol, ce qui a un effet positif sur le rendement mais un effet négatif sur la vitesse. Cet avantage de rendement est également gêné par le fait que le mélange obtenu après réaction avec l'éthanol forme une émulsion forte et est donc difficilement séparable.



**Figure V.20** Effet de la nature de l'alcool sur le rendement de la transestérification (khiari, 2016).

### V.3.2.2 Effet de la quantité du catalyseur utilisé

Après avoir pris en compte d'autres paramètres qui caractérisent le processus de réaction, il est important d'optimiser la quantité de catalyseur utilisée pour le contrôle (en utilisant 1% du catalyseur basique NaOH). Si la quantité de catalyseur est trop petite, la réaction de transestérification sera incomplète, et si la quantité de catalyseur est trop grande, le rendement peut diminuer et la réaction de saponification peut être accélérée.



**Figure V.21** Effet de la quantité du catalyseur sur la transestérification (khiari, 2016).

### V.3.2.3 Effet de la nature du catalyseur

Le rendement du biodiesel peut être influencé par les types de catalyseurs utilisés dans les réactions. Dans cette expérience nous avons utilisé l'hydroxyde de sodium (NaOH) pour la production du biodiesel. Le principal avantage de la transestérification basique par rapport à la catalyse enzymatique ou acide est le temps de réaction. **Hossain et Mazen (2010)** montre que le NaOH donne un meilleur rendement que le KOH. Les catalyseurs NaOH ont donné 71,2 % de rendement de biodiesel alors que seulement 68,9 % de rendement de biodiesel ont été obtenus en utilisant KOH comme catalyseur.

### V.3.2.4 Effet de la durée de la réaction de transestérification

Le taux de conversion des huiles végétales en biodiesel augmente avec le temps de réaction. Dans un premier temps, la réaction se déroule lentement à cause de la forte viscosité du mélange, de la faible solubilité des réactifs et de la dispersion de l'alcool dans l'huile. Après un certain temps, l'huile sera transformée en esters méthyliques. Par contre, une durée de réaction très longue entraîne une baisse du rendement à cause de la réaction inverse de la transestérification, avec une perte d'esters et la formation de savons.

# Conclusion

## Conclusion

Le biodiesel est un carburant de remplacement pour les carburants classiques et l'une des sources d'énergie dont dépendront de nombreuses industries à l'avenir. La production à grande échelle de biodiesel à partir des noyaux de dattes non valorisés et non commercialisés représente une solution intéressante sur le plan socio-économique. Ce travail consiste à étudier la synthèse du biodiesel à partir de l'huile de noyaux de dattes obtenue par la méthode d'extraction de Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant, suivi par une série d'analyse physiques de l'huile et le transformer en biodiesel par la réaction de transestérification. Nous avons obtenu un rendement d'huile de l'ordre de 10 %. L'extraction de l'huile de graines de dattes présente des propriétés physiques très intéressantes: l'indice de réfraction est 1.47 à 20°C, la viscosité a été mesurée à 20°C et à 40°C égale respectivement 0.076 Pa /s et 0.03 Pa /s avec une densité de 0.91 g/cm<sup>3</sup>. La réaction de transestérification a été effectuée en présence de l'éthanol et de l'hydroxyde de sodium afin de transformer l'huile en carburant diesel. Ce processus n'a pas eu lieu alors les analyses physico-chimiques de biodiesel n'ont pas été réalisées. Ces résultats sont dus à nombreuses facteurs, les plus importantes sont les facteurs influençant de la réaction de transestérification comme le choix d'alcool, la quantité de catalyseur nécessaire, ainsi que la température et la durée de la réaction. Pour conclure, la quantité d'huile extraite dans cette étude ne suffit pas pour ce faire toutes les analyses physico-chimiques et synthétisés le biodiesel par différentes manières avec changement d'alcool et de catalyseur.

### Perspectives

- ⇒ Agrandir ce projet à l'échelle industrielle.
- ⇒ Utiliser d'autres méthodes pour extraire l'huile de noyau de datte à moindre coût et en moins de temps
- ⇒ Etudier d'autres paramètres ayant un effet sur le procédé de transestérification.
- ⇒ Recherche d'autres méthodes de production de biodiesel et d'autres matières premières plus efficaces.
- ⇒ Déterminer tous les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de noyaux de dattes ainsi que le biodiesel.
- ⇒ Valoriser le glycérol pour produire des produits à valeur ajoutée.
- ⇒ Améliorer la qualité du biodiesel et l'utiliser dans les moteurs.

# **Références**

# **Bibliographiques**

## Liste des Références

### A

- 1) A. Ali M., A.Al-Hattab T., A.Al-Hydary I., 2015. Extraction of date palm seed oil (*Phoenix dactylifera*) by Soxhlet apparatus, International Journal of Advances in Engineering & Technology, Vol 8, N°(3), 261-271 p261-262.
- 2) A. Mahmoud E., Zaki G., Ismail A., Gaffer k., Mazroua M., 2022. Green valorization of waste date seed oil for biodiesel production, Research Square, p15 et 17-18.
- 3) A. Mrabet., G. Rodríguez-Gutiérrez., R. Guillén-Bejarano., R. Rodríguez-Arcosa, M. Sindich et A. Jiménez-Araujo., 2022. Optimization of date seed oil extraction using the assistance of hydrothermal and ultrasound technologies, GRASAS Y ACEITES 73 (2), p2.
- 4) Abbaszaadeh A., Ghobadian B., Omidkhah M., Gholamhassan N., 2012. Current biodiesel production technologies: A comparative review, Energy Conversion and Management, N° 2012(63)138-148. P138-141.
- 5) Abdel-Raziq I.R., Nierat T.H., Musameh S.M., 2014. Temperature-dependence of olive oil viscosity. Materials science, Vol.11, N° (7), pp 233-238.
- 6) Abou Zied A. A., Abderrahman N., Baghlef A. O., 1991. The formation of oxytetracycline in date-coat medium. Bioresource Technology, Vol.37, p 179-184.
- 7) Abou Zied A. A., Khoja, S.M., 1993. Utilization of dates in the fermentative formation of citric acid by *Candida lipolytica*. Zentral Microbiology, Vol.148, p 213-221.
- 8) Abou Zied A.A., Baghlef A.O., 1983. Utilization of date seeds and cheese whey in production of citric acid by *Candida lipolytica*. Agricultural Wastes, Vol.8, p 131-142.
- 9) Aboud M., Boumella S., Dib N., Kellali N., Lakhdara N., Bererhi E.H., Ramila M.J., Caroo MD et Bouaziz O., 2016. Influence de l'addition des noyaux de dattes sur le gain moyen quotidien des agneaux Ouled Djellal au niveau de la ferme Bouchabaa, Constantine. Options Méditerranéennes, série A.Vol.5, N° (115), 687-690 p.
- 10) Acourene S., Tama M., 1997. Caractérisation physicochimique des principaux cultivars de datte de la région de Ziban. Revue recherche agronomique, Ed. INRAA, N°1, pp 59-66.
- 11) Acourene S., Tama M., 1997. Caractérisation physicochimique des principaux cultivars d'agronomie, I.N.A., Alger, p 120
- 12) AL. Khayri j.M., Join S.M., Johnson D.V. 2021. The date palm genom," Vol. 2 omics and molecular Breeding, 1st edition. Springer: Switzerland, 108pp.
- 13) Al-Farsi M., Alasalvar C., Al-Abid C.M., Al-Shoaily K., Mansorah Al-Amry., Alrawahy F., 2007. Compositional and functional characteristics of dates, syrups, and their byproducts. Food Chemistry, vol.104, pp 943-947.
- 14) Alghamdi A. A., Awadelkarem A.M., Hossain A.B.M. S., Ibrahim N.A., Fawzi, M., & Ashraf S. A., 2018. Nutritional assessment of different date fruits (*Phoenix dactylifera* L.) varieties cultivated in Hail province, Saudi Arabia. Biosci. Biotechnol. Res. Commun, Vol.11, pp 263-269.

- 15) Al-Hooti S., Sidhu J.S., Qabazard H., 1997. Physiochemical characteristics of five date fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. *Plant Food for Human Nutrition*, Vol.50, p 101-113.
- 16) Al-Juhaimi F., Ozcan M.M., Adiamo O.Q., Alsawmahi O.N., Ghafoor K., Babiker E.E., 2018. Effect of date varieties on physico-chemical properties, fatty acid composition, tocopherol contents, and phenolic compounds of some date seed and oils. *Food Processing and Preservation*, Vol.42, N° (7), pp1-6.
- 17) Alloune R. 2012. Etudes comparatives de deux plantes oléagineuses locales pour la production du biodiesel en Algérie, *Revue des Energies Renouvelables SIENR'12 Ghardaïa*. p 19 – 22.
- 18) Alloune Rhiad. 2017. Contribution à la mise au point d'un combustible innovant à base de culture locale non alimentaire pour les moteurs à combustion interne, thèses doctorat en Génie Mécanique. université Sciences de l'Ingénieur mhamed bougaraboumerdes.97p.
- 19) Al-Mawali K., Osman I., Al-Muhtaseb A., Mehta N., Farrukh J., Mjalli F., Vakili-Nezhaad R., W Rooney D., 2011. Life cycle assessment of biodiesel production utilising waste date seed oil and a novel magnetic catalyst: A circular bioeconomy approach, A circular bioeconomy approach. *Renewable Energy*, 170, 832-846, p5 et 11.
- 20) Al-Obaidi Z. S., et Berry D. R., 1976. Scaling up of citric acidfermentation using fermenters. *Date Palm Journal*, Vol.2, 19–33p.
- 21) Al-Zuhair S., 2007. Production of biodiesel: possibilities and challenges. *Biofuels Bioprod Biorefin*;1:57–66.
- 22) Al-Zuhair S., Taher H., Al Dhaheri S., Wajeeh S., Nour M., El-Najjar E., 2017. Biodiesel Production from Oils Extracted from Date Pits. *Journal of Green and Sustainable Chemistry*, Vol.7, 48-56.
- 23) Amit .S., 2021. biodiesel production and propriétés. 1<sup>er</sup> ed, RSC publishing, India, p3 et 7.
- 24) Araujo-jimenez A., 2022. Date Seed Oil. *Encyclopedia Food Science & Technology*, Vol.6, 4,5 pp.Arshad M., Bano I., Khan N., Shahzad M.I., Younus M., Abbas M., Iqbal M., 2018. Electricity generation from biogas of poultry waste : An assessment of potential and feasibility in Pakistan. *Renewable and sustainable Energy Rev*, 81,1241-1246
- 25) Ayissi Z.M., Mohand T., Sary A., Obounou M., Ayina Ohandja L.M., 2016.Elaboration et étude expérimentale des performances d'un biocarburant innovant à base de Deux plantes non comestibles locales. *Sciences, Technologies et Développement*, Edition spéciale, Vol.17, pp. 108 - 112.
- 26) Azad A.K., Rasul M., Khan M.M.K., Sharma S.C., Bhuiya M., 2015. Study on Australian energy policy, socio-economic, and environment issues. *Journal of Renewable and Sustainable Energy*, Vol.7, N° (6), pp. 1-20.

## **B**

- 27) Belaroussi M., 2019. Etude de la production du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) variété Deglet Nour : cas des régions de Oued Mya et Oued Righ. Thèse de doctorat en sciences agronomiques, Université Kasdi Marbah Ouargla.

- 28) Benhmed Djilal, A., 2012. Analyse des aptitudes technologique de poudre de dattes (*phoenix dactylifera* L) améliorées par la spiruline. etude des propriétés rehéologiques, nutritionnelles et antibactériennes. Thèse de doctorat en génie des procédés , Université M'hamed Bougara Boumerdes.
- 29) Benmeziane-Derradji F., 2019. Nutritional value, phytochemical composition, and biological activities of Middle Eastern and North African date fruit: an overview. Euro-Mediterranean Journal for Environmental Integration, Vol.4, N° (1), pp 1-11.
- 30) Ben-Youssef S., Fakhfakh J., Breil C., Albert-Vian M., Chemat, F. et Allouche N., 2017. Green extraction procedures of lipids from Tunisian date palm seeds. Industrial Crops and Products, Vol.108, N° (1), pp 520-525.
- 31) Berna H., 2009. Transestérification des huiles végétales par l'éthanol en conditions douces par catalyses hétérogènes acide et basique. Thèse de doctorat à l'Institut de recherche sur la Catalyse et l'environnement de Lyon, Université Claude Bernard Lyon France, p.10.
- 32) Besbes S., Blecker C., Deroanne C., Drira NE., et Attia H., 2004. Graines de dattier : Composition chimique et profils caractéristiques du lipide fraction. Chimie alimentaire, Vol 84,p 577-584.
- 33) Besbes S., Blecker C., Deroanne C., Lognay G., Drira N., Attia H.,2005. Heating effects on some quality characteristics of date seed oil, Food Chemistry, Vol 91, N°(3), p 469-476.
- 34) Boudechiche L., Araba A., Tahar A., Ouzrout R., 2009. Etude de la composition chimique des noyaux de dattes en vue d'une incorporation en alimentation animale. Institut d'Agronomie Centre Universitaire d'El Tarf, Vol.21, N° (5), 1-10 p.
- 35) Boukouada M., et Yousfi M., 2009. Phytochemical study of date seeds lipids of three fruits (*phoenix dactylifera* l) produced in ouargla region, Annales de la Faculté des Sciences et Sciences de l'Ingénieur Vol. 1 N° (3), p69.
- 36) Boukouada M., Ghiaba Z., Gourine N., Bombardac I., Saidi M., et Yousfi, 2014. Chemical Composition and Antioxidant Activity of Seed oil of Two Algerian Date Palm Cultivars (*Phoenix dactylifera*), Natural Product Communications,Vol.9 N°(12),p1777 – 1780.
- 37) Boulal A., 2017. Contribution a l'etude de la microflore des dattes conservées par des méthodes traditionnelles (btana), et valorisation des dattes de faible valeur marchande. Thèse de doctorat en biologie , Universite Ahmed ben bella d'Oran 1.
- 38) Boulal A., Nouioua A., Benmehdi E., Mebarki R., 2022. Valorization of date kernels for the production of biodiesel, Current Trends in Natural Sciences,Vol 11, N°(21), p16-24.
- 39) Boussena Z., et Khali M., 2016. Extraction and chemical composition of algerian date seeds oil, Société algérienne de nutrition, Vol.05 N°(02), p103.
- 40) Brac de la Perrière R.A.,1995. Le Palmier-dattier.Ed Alif/Edisud, Tunis. pp 1-42.

## C

- 41) Chaira N., Ferchichi A., Mrabet A., Sghairoun M., 2007 Chemical Composition of the Flesh and the Pit of Date Palm Fruit and Radical Scavenging Activity of Their Extracts. Pakistan Journal of Biological Sciences, Vol.10, N° (13), 2202-2207p.

- 42) Cherif S., 2022. Variation de la qualité des dattes en fonction des conditions de conservation et des traitements post-récolte .Thèse de doctorat en cotutelle internationale en productions et biotechnologies Végétales , Université de Sousse, Tunisie, 28p.
- 43) ChihCheng T Chao., Kruege Robert R., 2007. The Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.): Overview of Biologie,Uses,and Cultivation. Hort Science .Vol.42, N° (5),1077 p.
- 44) Chniti S., 2015. Optimisation de la bioproduction d'éthanol par valorisation des refus de l'industrie de conditionnement des dattes. Thèse de doctorat en chimie et ingénierie des procédés, , Université de Rennes 1 France.
- 45) Christian R., João A., Juliana T., et José L., 2008. Determiration of ecological efficiency in internal combustion engines: The use of biodiesel, Applied Thermal Engineering, N°29.1887–1892, p1888.

## D

- 46) Damien H., 2014. les Biocarburants en France et en Europe, Ecole normale supérieure de Lyon, France, p.
- 47) Dammak I., Ben Abdallah F., Boudaya S., Besbes S., Keskes L., El Gaied A., Turki H., Attia H., Hentati B., 2007. Date seed oil limit oxidative injuries induced by hydrogen peroxide in human skin organ. BioFactors, vol. 29, pp 137-145.  
datte de la région des Zibans. Recherche Agronomique, N° 1. Ed. INRAA, 59-66.
- 48) Djerbi M., 1994. Précis de phoeniciculteurs. Ed. FAO, 192 p.
- 49) Djoudi I., 2013. Contribution à l'identification et à la caractérisation de quelques accessions du palmier dattier (*Phoenix Dactylifera* L.) dans la région de Biskra. Thèse de Magister en sciences agronomiques, Université Mohamed Kheider Biskra, 53-54 et 97 p.

## E

- 50) EL-Hussein A.R.M., Abdalla R.S.M., Albasheer A.AL-G, Gadkariem EL-R.A., 2012. Physico-Chemical Characteristics of Date Seed Oil Grown in Sudan. Journal of Applied Sciences, Vol.9, N° (7), pp 993-999.
- 51) Espiard E., 2002. Introduction à la transformation industrielle des fruits.Ed. Ed. Tech et Doc, Lavoisier, 147-149-150-151 p.
- 52) Estanove P., 1990. Note technique: Valorisation de la date. Options Méditerranéennes, Série A.Vol.19, N° (11), 301- 318p.

## F

- 53) Fomuso L. B., Corredig M., Akoh C.C., 2002. Effect of emulsifier on oxidation properties of fish oil-based structured lipid emulsions. Journal of agricultural and food chemistry, Vol.50, N° (10), pp. 2957-2961.
- 54) Freedman B., Pryde E. H., Mounts T. L., 1984. Variables Affecting the Yields of Fatty Esters from Transesterified Vegetable Oils. Journal of the American Oil Chemists Society, Vol.61, N° (10): pp. 1638-1643.

## G

- 55) Gerpen, J.V., 2005 Biodiesel Processing and Production .Fuel PProcess Technology,86,1097-11107.
- 56) Golshan T., Solaimani D., et Yasini A., 2017. Physicochemical properties and applications of date seed and its oil, International Food Research Journal,vol 24,N°(4), 1399-1406,p1402.
- 57) Guttouchi,A. 2017.Caractérisation Botanique et moléculaire du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) de la région de Bou-Saada. Thèse de doctorat en Biotechnologies végétales Université Frères Mentouri Constantine.8p.

## H

- 58) Habib H.M et Ibrahim W.H., 2009. Nutritional quality evaluation of eighteen date pit varieties. International journal of food sciences and nutrition, Vol.60, pp 99-111.
- 59) Halabi Y., Nasri CH., ElGuezzane CH., Harhar H., Gharby S., Bellaouchou A., Warad I., Zarrouk A., Tabyaoui M., 2023. Date palm phoenix dactylifera l. Seed oil: variety effects on physicochemical characteristics, fatty acid composition, sterol and tocol contents, Journal of microbiology, biotechnology and food sciences ,Vol12 N°(4), p2.
- 60) Hamada J.S., Hashim I.B et Sharif F.A., 2002. Preliminary analysis and potential uses of date pits in foods. Food chemistry, Vol.76, pp 135-137.
- 61) Hannachi S., Khitri D., Benkhalifa A., Brac de Perrière R.A., 1998. Inventaire variétal de la palmeraie Algérienne .Ed.URZA/CDARS, pp 225.
- 62) Harrak H., Boujnah M., 2012. Valorisation technologique des dattes au Maroc. Ed INRA, 14-157 p.
- 63) Hobani A. I., 1998. Rheological behavior of date–water concentrates. Journal of Food Engineering, Vol.36, p 349-357.
- 64) Hossain M. Z., Mostafa I. W., Sequeira V., Singh V., Rahman M. S., 2014. Chemical Composition of Date–Pits and Its Potential for Developing Value–Added Product – a Review. Food and nutrition sciences, Vol. 64, N° (4), pp 215-226.
- 65) HossainA.B.M.S.,MazenM.A.,2010.Effects of catalyst types and concentrations on biodiesel production from waste soybean oil biomass as renewable energy and environmental recycling process.Australian journal of Crop Science, Vol.4, N°(7),pp.550-555
- 66) Huang G H., Chen F., Wei D., Zhang XW., et Chen G., 2009. Biodiesel production by microalgal biotechnology, Applied energy, N°87. 38-40.

## I

- 67) Ishrud O., Zahid M., Zhou H., Pan Y., 2001. A water-soluble galactomannan from the seeds of *Phoenix dactylifera* L. Carbohydrate Research, Vol.335, Issue 4, pp 297-301.
- 68) Ishurd O., Ali Y., Wei W., Bashir. F., Ali A., Ashour A., Pan Y., 2003. - An alkali-soluble heteroxylan from seeds of *Phoenix dactylifera* L. Carbohydrate Research, Vol. 338, Issue 15, pp 1609-1612.

## J

- 69) Jafarine J., Control S., 2016. Treatment of sulfur compounds specially sulfur oxides (SO<sub>x</sub>) emissions from the petroleum industry : A review .Chem .Int. 2,242-253.

## K

- 70) Kaidi F., Touzi A., 2001. Production de bioalcool à partir des déchets de dattes. Rev. Energ. Ren. : production et valorisation -Biomasse, Vol.4, pp. 75-78.
- 71) Kamil M., Ramadan K., Olabi Abd-G., Ghenai C., Inayat A. and Rajab M .H., 2019. Desert Palm Date Seeds as a Biodiesel Feedstock:Extraction, Characterization, and Engine Testing. Energies,Vol.20, p 3.
- 72) Khali M., Boussena Z., 2016. Extraction et composition chimique d'huile de noyaux de dattes algériennes. Nutrition et Santé, Vol.5, N°(2), pp 100-106.
- 73) Khalifa A., 1980. Effet of source of pollen on the physical and chemical quality of (Amhat) date variety .date palm Journal,Vol.2, p 88-92.
- 74) Khatchadourian H. A., Sawaya W. N., Khalil J., et Mashadi A. S., 1983. Proce Nacib N., Nacib A., Mostefa G., Larbi L., Adimi L., Remmal M.,et BourdantJ., 1999. Use of date products in production of thermophilic dairy starters strain Streptococcus thermophilus.Bioresource Technology, Vol.67, p 291-295.
- 75) Khatchadourian H. A., Sawaya W. N., Khalil J., et Mashadi A. S., 1983. Processing of five major Saudi Arabian date varieties into Dates butter and dates in syrup. Date Palm Journal, Vol.1, p 103-119.
- 76) Khelafi M., Hadri K., Boulal A., 2020. Valorisation comme catalyseur, des noyaux de dattes de la variété Elgharss, dans le processus de production du biodiesel. Journal of Natural Resources and Environment, Vol.2, N° (2), pp. 30-36.
- 77) Khiari K., 2016. Contribution à l'étude des propriétés thermo-physiques des biocarburants de seconde génération et leur influence sur le comportement des moteurs. Thèse de doctorat en Génie des procédés. Ecole des Mines de Nantes, Français, p 6-11 et 71-79.
- 78) Knothe G. K. H., Gerpen V., 2005 .Voyo biodiesel the bod ese handbook. AOCS Press, Champaign llinoi USA, pp.81-82.
- 79) Kragten S. A., Collomb M., Dubois S., Stoll P., 2014. Composition des acides gras dans l'alimentation animale – méthodes d'analyse. Production animale.Vol.8, N° (9), 330-337 p.

## L

- 80) Lammari, N., et al., Poly (ethyl acrylate-co-methyl Methacrylate-co-trimethylammoniumethyl
- 81) Laouini S., 2014. Etude phytochimique et activité biologique d'extrait de des feuilles de *phoenix dactylifera* L dans la région du Sud d'Algérie (la région d'Oued Souf). Thèse de doctorat en chimie industrielle, Université Mohamed Khider Biskra, 23p.
- 82) Leung DYC, Wu X, Leung MKH, 2010. A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. Appl Energy;87:1083–95.

## M

- 83) M.D.Luque de Castro., F.Priego-Capote, 2009. Soxhlet extraction: Past and present panacea, Journal of Chromatography A, Vol1217, p2383.

- 84) Marchetti JM., Miguel V.U., et Errazu A.F., 2005. Possible methods for biodiesel production, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, N° 11 (2007) 1300–1311. p1303.
- 85) Mattalah S, 1970. Contribution à la valorisation de la datte algérienne, these de doctorat en methacrylate chloride)(Eudragit RS100) Nanocapsules as Nanovector Carriers for *Phoenix dactylifera*L. Seeds Oil: a Versatile Antidiabetic Agent. 2020. 21(11): p. 4442-4456.
- 86) Metoui M., Essid A., Bouzoumita A.,& Ferchichi A., 2019. Chemical Composition, Antioxidant and Antibacterial Activity of Tunisian Date Palm Seed. *Polish Journal of Environmental Studies*, Vol.28, N° (1), 1-8 pp.
- 87) Mimouni Yamina., 2015. Développement de produits diététiques hypoglycémisants à base de dattes molles vanete Ghars la plus répandue dans la cuvette de Ouargla. Thèse de doctorat, Université Kasdi Marbah Ouargla, 4,5p.
- 88) Moser B.R., 2009. Biodiesel production, properties, and feed stocks. *The society for in viteo biology*, p 229-266.
- 89) Mrabet A., Jiménez-Araujo A., Guillén-Bejarano R., Rodríguez-Arcos R., et Sindic M., 2020. Date Seeds: A Promising Source of Oil with Functional Properties, *Foods*, 9, 787, p3-6.
- 90) Munier P., 1973 .Le palmier dattier techniques agricoles et productions tropicales. 24e, éd maison neuve et la rosse. Paris, 221 p.
- 91) Muzaffar K., Ahmad S.S., Mir S.A. 2022. Handbook of fruit wastes and by products, 1st edition. CRC press: Boca Ratou, 60pp.

## N

- 92) N.N.A.N. Yusuf, S.K. Kamarudin et Z. Yaakub, 2018. Overview on the current trends in biodiesel production, *Energy Conversion and Management*, N°7,(52) 2741-2751.p 2741.
- 93) Nacib N., Nacib A., Bourdant J., 1997. Use of waste products in the fermentative formation of Baker's yeast biomass by *Saccharomyces Cervisiae*. *Bioresource Technology*, Vol.60, p 67-71.
- 94) Naylor RL., et Higgins MM., 2017. The political economy of biodiesel in an era of low oil prices, *Renew Sustain Energy Rev*, N°77, 695–705.
- 95) Ndiaye El hadji Ibrahima., 2012. Caractérisation thermophysique des biodiesels : vitesse du son, densité, compressibilité, Thèse de doctorat en énergétique, l'universite de pau et des pays de l'adour, ecole doctorale des sciences exactes et de leurs applications.27-30p.
- 96) Nehdi I., Omri S., Khalil MI., AlResayes SI., 2010. Characteristics and chemical composition of date palm (*Phoenix canariensis*) seeds and seed oil, *Industrial Crops and Products*, N° 3,(32), 360-365,p360-361.
- 97) Nehdi I., Sbihi H., Ping Tan CH., Al-Resayes S., 2012. Garden cress (*Lepidium sativum* Linn.) seed oil as a potential feedstock for biodiesel production, *Bioresource Technology*

- 98) Nehdi I.A., Sbihi H.M., Tan C.P., Rashid U., Al-Resayes S.I., 2018. Chemical composition of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) seed oil from six Saudi Arabian cultivars. *Journal of Food Science*, Vol.83, N° (3), pp 624-630.
- 99) Nikiema J., Hetiz M., le biodiesel ; caractéristiques, atouts et limites, *Rev.can.génie civ* .35 :95-106, CNRC canada, 2008.
- 100) Noui, Y. M. 2016. Fabrication et caractérisation des produits alimentaires élaborés a base de dattes (*phoenix dactyléfira* L). Thèse de doctora en technologie alimentaire, Université de EL'Hadj Lakhdar Batna.

## O

- 101) Ong,H.C. ;Tiong,Y.W. ;Han,B. ;Goh,H. ;Gan,Y.Y. ;Mofijur,M. ;Fattah,I.M.R. ;chong,C.T. ;Alam,A. ;Lee,H.V. ;Silitonga ,A.S. ;Mahlia ,T.M.I. 2021. Recent advances in biodiesel production form Agricultural products and Microalgae using Ionic liquids : Opportunities and challenges .*Energy convers .Manage*.
- 102) Ouamane R., 2019. Effet De La Salinité Des Sols Sur La Production Des Dattes Essai De La Fertilisation Phospho-potassique Sur Le Palmier Dattier Dans La Région Des Ziban. Thèse de doctorat en biologie, Universite Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, Alger, 22 p.

## P

- 103) Penchev petkoivanov., 2010. Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions, Institut National Polytechnique de Toulouse. Thèse en université de toulouse. p52.
- 104) Pobeda M., 2012. Les bienfaits des huiles végétales. Ed. Marabout,p 6. Qualité de datte et identification des cultivars rares de palmier dattier de la région des Zibens,
- 105) Poïtrat E., 2009. Biocarburants. *Techniques de l'ingénieur*, vol.3, N° (13), pp 8550-8562.

## R

- 106) Rahman M.S., Kasapis S., Al-Kharusi N.S.Z., Al-Marhubi I.M., Khan A.J., 2007. Composition characterisation and thermal transition of date pits powders. *Journal of Food Engineering*, vol.80, pp1– 10.
- 107) Rahmani M., 2005. Composition chimique de l'huile d'argan « vierge ». *Cahiers Agricultures*. Vol.14, N° (5), pp 461-465. revue semestrielle de l'INRAA p : 19-39.
- 108) Richard R., 2011. Transestérification éthanolique d'huile végétale dans des microréacteurs : transposition du batch au continu. Thèse de doctorat en Sciences des Agroressources Université de Toulouse France, p.63.

## S

- 109) Salama A.A., Ismael N.M., and Megeed M.M., 2019. Using date seed powder nanoparticles and infusion as a sustainable source of nutraceuticals. *J. Food Nutr. Sci*, Vol.7, pp 39-48.
- 110) Sall Hamath., 2007. Ministère du Développement Rural et de L'agriculture Du Sénégal, Programme Special Biocarburants.

- 111) Sanghare Ya., 2008. Production et caractérisation physico-chimique de biodiesel à partir d'une huile végétale pure. Mémoire de Magister, Université Cheikh Anta Diop, Dakar, Sénégal, p 33.
- 112) Sary Awad., 2011. Contribution à l'étude de la valorisation énergétique des résidus graisseux et de leur combustion dans les moteurs à combustion interne. Thèse de doctorat. Ecole polytechnique de l'Université de Nantes.
- 113) Seblil H., 2019. Contribution à la valorisation du pollen du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.): Etude des propriétés physico-chimiques du pollen et de ses extraits protéiques. thèse de doctorat, Université de Sfax, Tunisie. 1p
- 114) Sercheli R., Schuchardt U., Vargas R. M., 1998. Transesterification of Vegetable Oils. Brazilian Chemical Society, Vol.9, N° (1), pp 199-210.
- 115) Singh, D., Sharma D., Soni S.L., Sharma S., Kumari D., 2019. Chemical compositions, properties, and standards for different generation biodiesel: A review, 253, 60-71.
- 116) Soumanou M. M., Tchobo F. P., Etorh A. P., Accombe G., 2005. Valorisation des huiles végétales d'origine béninoise par alcoolysse enzymatique/ Fondamental OCL, Vol.12, N° (10): pp. 320-325.

## T

- 117) Tang Z.X., Shi L.E., & Aleid S. M., 2013. Date fruit: Chemical composition, nutritional and medicinal values, products. Journal of the Science of Food and Agriculture, Vol.93, N° (10), pp 2351-2361.

## V

- 118) Vayalil P.K., 2012. Date fruits (*Phoenix dactylifera* Linn): an emerging medicinal food. Critical reviews in food science and nutrition, Vol.52, N° (3), pp 249-271.

## Y

- 119) Youssif A. K., Abou Ali M., Bou Idreese A., 1990. Processing, evaluation and storability of date Jelly. Journal of Food Science and Technology, Vol.27, p 264-267.
- 120) Youssif O.M., Osman M.F., Alhadrami G.A., 1996. Evaluation of dates and date pits as dietary ingredients in tilapia (*Oreochromis aureus*) diets differing in protein sources. Bioresource Technology, Vol.57, p 81-85.
- 121)

## Site web

**Site web 1:** <https://www.snv.jussieu.fr/bmedia/> **lien:**

<https://www.snv.jussieu.fr/bmedia/Fruits/datte.htm> **visite le: 05/04/2023 à 10:30.**

**Site web 2:** <https://www.craaq.qc.ca/> **lien:**

[https://www.craaq.qc.ca/data/DOCUMENTS/EVC031.pdf?fbclid=IwAR0Em3-](https://www.craaq.qc.ca/data/DOCUMENTS/EVC031.pdf?fbclid=IwAR0Em3-rLO35X04i_Jn9vpMLHs_FkOZGOAIMM-USf5eykjRhdyEvhS6lGXg)

[rLO35X04i\\_Jn9vpMLHs\\_FkOZGOAIMM-USf5eykjRhdyEvhS6lGXg](https://www.craaq.qc.ca/data/DOCUMENTS/EVC031.pdf?fbclid=IwAR0Em3-rLO35X04i_Jn9vpMLHs_FkOZGOAIMM-USf5eykjRhdyEvhS6lGXg) **visite le: 02/05/2023 à 14:34.**

# **Annexes**

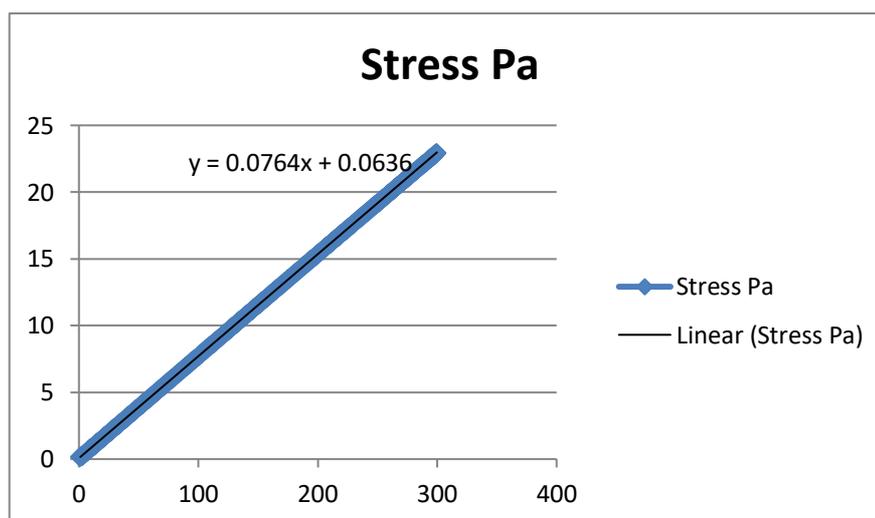
## Annexe 1

**Tableau :** Composition des acides gras d'huile des noyaux de datte en pourcentage  
(Boussena et Khali, 2016)

Acides gras	Deglet noir	Degla Baida	Mech Degla
<b>Saturés</b>			
<b>Caprique (C10:0)</b>	0,35	0,27	0,48
<b>Laurique (C12:0)</b>	17,31	12,77	23,59
<b>Myristique (C14:0)</b>	8,88	6,65	12,16
<b>Palmitique (C16:0)</b>	10,61	10,52	11,42
<b>Stéarique (C18:0)</b>	3,14	2,83	3,64
<b>Caprylique (C8:0)</b>	0,29	0,28	0,44
<b>Monoinsaturés</b>			
<b>Palmitoléique (C16:1)</b>	non détecté	non détecté	non détecté
<b>Oléique (C18:1)</b>	41,61	40,80	41,61
<b>Gadoléique (C20:1)</b>	non détecté	non détecté	non détecté
<b>Polyinsaturés</b>			
<b>Linoléique (C18:2)</b>	15,99		6,65
<b>Linoléinique (C18:3)</b>	non détecté	non détecté	non détecté

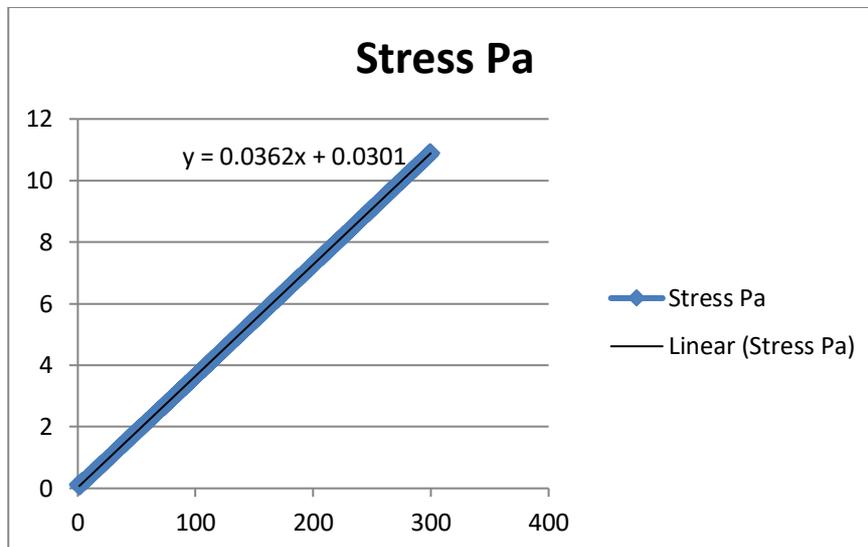
## Annexe 2

**Figure:** Corps graphique de viscosité a 20C°.



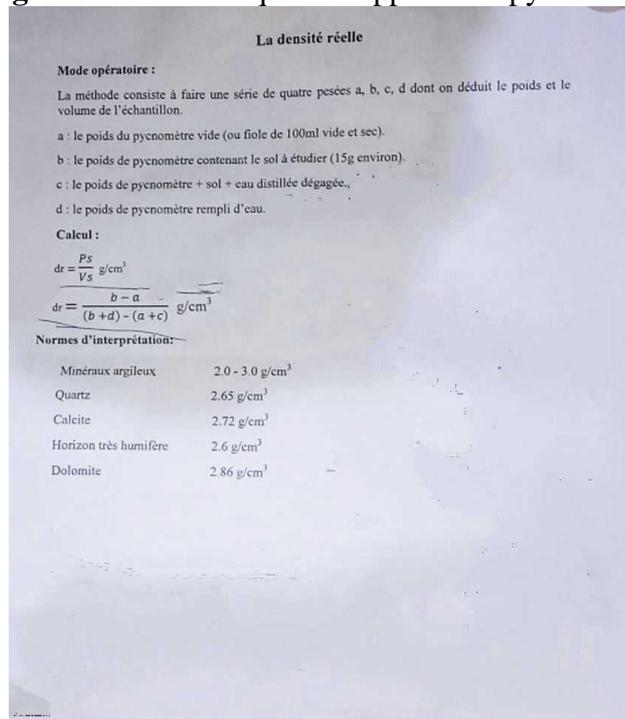
## Annexe 3

Figure: Corps graphique de viscosité a 40C°.



## Annexe 4

Figure: Fiche technique de l'appareil de pycnomètre



# Résumé

## ملخص:

تنتج الأنشطة الزراعية كميات كبيرة من النفايات التي تعتبر غير صالحة للاستهلاك البشري ولأن العالم يواجه أزمة طاقة وانخفاضاً في إنتاج النفط. يمكن تحويل هذه النفايات إلى منتجات قيمة تساعد في تقليل الأزمة وحل مشاكل التلوث. إن استعادة نفايات التمور وإعادة تدويرها إلى وقود حيوي يجعل من الممكن إنشاء جيل جديد من منتجات الطاقة المتجددة والنظيفة التي يتزايد الطلب عليها كل يوم، وهو هدف دراستنا. قمنا باستخراج الزيت من نواة التمر باستخدام جهاز سوكليت ثم يتم تحويل الزيت المستخرج إلى وقود حيوي. أظهرت النتائج أن مردود استخلاص زيت نواة التمر هو 10٪، ويتميز بما يلي: لون أصفر، رائحة مقبولة، كثافة 0.91 جم / سم<sup>3</sup> مع لزوجة 0.076 باسكال / ثانية عند 20 درجة مئوية و0.30 باسكال / ثانية عند 40 درجة مئوية ومعامل انكسار 1.47 عند 20 درجة مئوية.

**الكلمات المفتاحية:** وقود حيوي، الطاقة المتجددة، تثمين، الديزل الحيوي، جهاز سوكليت، زيت نوى التمر، الاسترة التبادلية

## Résumé:

Les activités agricoles produisent des quantités élevées des déchets qui sont considérés comme impropres à la consommation humaine et puisque le monde est confronté à une crise de l'énergie et à une diminution de la production de pétrole. Ces déchets peuvent être transformés en produits de valeur qui contribuent à réduire la crise et à résoudre les problèmes de pollution. La valorisation des déchets de dattes et leur recyclage en biocarburants permet de créer une nouvelle génération de produits énergétiques renouvelables et propres dont la demande augmente chaque jour cela fait l'objectif de notre étude. Dont, nous avons extraire l'huile des noyaux de dattes à l'aide d'un appareil Soxhlet puis l'huile extraite est transformée en biocarburant. Les résultats montrent que le rendement d'extraction de l'huile de noyau de datte est de 10 %, caractérisé par: une couleur jaune, une odeur acceptée, une densité de 0,91 g/cm<sup>3</sup> avec une viscosité de 0,076 Pa/s à 20 °C et 0.30 Pa/s à 40°C et un indice de réfraction de 1,47 à 20°C.

**Mots-clés:** Biocarburant, Energie renouvelable, Valorisation, Biodiesel, Appareil Soxhlet, Huile de noyaux de datte, Transestérification.

## Abstract:

Agricultural activities produce large quantities of waste that is considered unfit for human consumption and as the world faces an energy crisis and declining oil production. This waste can be transformed into valuable products that help reduce the crisis and solve pollution problems. The valorization of date waste and its recycling into biofuels can create a new generation of clean, renewable energy products, the demand for which is growing daily - this is the objective of our study. We extracted the oil from date seeds using a Soxhlet apparatus, and then processed the extracted oil into biofuel. The results show that the extraction yield of date kernel oil is 10%, characterized by: a yellow color, an accepted odor, a density of 0.91 g/cm<sup>3</sup> with a viscosity of 0.076 Pa/s at 20°C and 0.30 Pa/s at 40°C and a refractive index of 1.47 at 20°C.

**Keywords:** Biofuel, Renewable energy, Valorization, Biodiesel, Soxhlet apparatus, Dates seed oil, Transesterification.