

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR - ANNABA
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté : TECHNOLOGIE

Département : GENIE DES PROCÉDES

Domaine : SCIENCES ET TECHNOLOGIES

Filière : INDUSTRIES PETROCHIMIQUES

Spécialité : GENIE PETROCHIMIQUE

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Thème :

Etude de la Bioproduction d'Ethanol – Approche Statistique

✓ **Présenté par :** KENOUS Hafida

BOURAS Djoumana

Encadrant : *GUILANE Sarra*

MCB

UBMA

Jury de Soutenance :

KADRI Hadjer	MAB	UBMA	Président
GUILANE Sarra	MCB	UBMA	Encadrant
LARBA Rima	MAB	UBMA	Examineur

Année Universitaire : 2023/2024

RESUME

:

Cette étude avait pour objectif d'optimiser les paramètres opérationnels influençant la production de bioéthanol à partir de betteraves de faible valeur commerciale. Une méthode de plan de surface de réponse de type Box Behnken a été utilisée impliquant trois facteurs clés : le rapport matière végétale/volume d'eau, la température d'extraction et la dose de levure. Quinze expériences ont permis d'établir un modèle mathématique de second degré reliant le rendement en bioéthanol à ces trois facteurs, permettant ainsi un meilleur contrôle du processus de bioproduction. Après la réalisation des essais et l'analyse des données, les conditions optimales pour obtenir un rendement maximal en bioéthanol ont pu être déterminées. Diverses méthodes de caractérisation physique et chimique ont été analysés pour vérifier la qualité de ce biocarburant. Les résultats obtenus étaient conformes aux normes, confirmant la bonne qualité du bioéthanol produit.

Mots clés : betterave ; optimisation ; rendement de production ; surfaces de réponse ; caractérisations physicochimiques.

ABSTRACT

The aim of this study was to optimize the operational parameters influencing the production of bioethanol from beets. A Box Behnken response surface plan method was used involving three key factors: plant matter/volume ratio, heating temperature, and yeast mass. Fifteen experiments have resulted in a second-degree mathematical model linking bioethanol yields to these three factors, thus enabling better control of the extraction process. After testing and data analysis, optimal conditions for achieving maximum bioethanol yields were determined. Various methods of physical and chemical characterization have been used to verify the quality of this biocarburant. The obtained results were in accordance with the standards, confirming the good quality of the bioethanol produced

Keywords: beetle; optimization; yield; response surfaces; physicochemical organoleptic characteristics.

DEDICACE

Je dédie À la plus belle créature que Dieu a créée sur terre,

À cette source de tendresse, de patience et de générosité,

À ma mère BENDJEDDOU Sabrina.

À celui qui à veiller à ce que je ne manque de rien.

À celui qui m'as inculqué les valeurs de la vie

Mon père KENOZ Kheireddine.

À mon frère Hafed qui m'a toujours soutenu et encouragé durant ces années d'études.

À ma chère sœur Serine les mots ne peuvent exprimer mon respect et mon appréciation pour votre soutien, vos encouragements et votre présence à mes côtés.

À mon petit frère à qui je souhaite l'obtention de son baccalauréat.

À mes ami(e)s tout particulièrement Soundes, Amani, Lydia, Ilef, Nada, Wissal.

Et la plus chère à mes yeux Hazar.

Sans oublier mon binôme Djoumana pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout long de ce projet.

Hafida

DEDICACE

Je dédie ce mémoire :

A l'homme , mon précieux offre du dieu , qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect ; mon cher père **Bouras Hamid**

A la femme qui souffert sans me laisser souffrir , qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun pour me rendre heureuse : mon adorable mère **Fellous Fouzia**

A mes frères ; **Abderrahmane ,Oussama ,Amine , Otman** qui m'avez toujours soutenu et encouragé durant ces années d'études

A ma chère sœur : **Lina** aucun langage ne saurait exprimer mon respect et ma considération pour votre soutien et encouragements et votre présence à mes coté

A mes belles sœurs : **Maissa ,Imene , Charazed**

Mon beau-frère : **Mohcene gharbi**

Mes chère neveux : **Bader , Oubaid , Mazen, Iyes , Ghait**

Ma chère nièce : **Maria**

A toutes mes cousins et cousines surtout : **Zahra, Sahar, Belkis, Wafa, Rahil, Safia**

A mes amies: **Soundes , Hazar , Sofia, Lidia**

Merci pour leurs amours et leurs encouragements.

Sans oublier mon binôme **Hafida** pour son soutien moral , sa patience et sa compréhension tout long de ce projet.

Djoumana

REMERCIEMENT

Nous remercions tout d'abord le bon « Dieu », le tout puissant de nous avoir donné la santé le courage, la volonté et la patience de réaliser ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer nos sincères et chaleureux remerciements à notre directrice de mémoire Madame **GUILANE Sarra, Docteur à l'Université Badji Mokhtar- Annaba** qui nous a soutenue, orienter, guider et nous aider au cours de la préparation de ce travail, pour ces conseils prodigieux, ses encouragements, sa responsabilité, sa disponibilité.

Nous remercions Nos Très Chers Parents, qui ont toujours été là pour nous, «Vous avez tout sacrifié pour vos enfants n'épargnant ni santé ni efforts".

Nous remercions Mademoiselle **LAARAFSA Sahar** de nous avoir assisté dans les analyses que nous avons demandées au niveau de l'entreprise - **INPHA-MEDIS Sidi Qasi Al-Tarif**.

Nous tenons également à remercier la doctorante du Laboratoire de Génie Chimique, Mademoiselle **Boufrioua Amira**, pour l'aide et les conseils précieux qu'elle nous a prodigués tout au long de notre stage.

Enfin, nous voudrions remercier tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.

A tous nos amis (es) et les étudiants du département de génie des procédés de la promotion 2023-2024

TABLE DE MATIERE

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEUX

INTRODUCTION GENERALE

PREMIERE PARTIE : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

INTRODUCTION	3
1. LES BIOCARBURANTS	3
1.1. DEFINITION	3
1.2. DIFFERENTS BIOCARBURANTS	3
1.3. LES DIFFERENTES GENERATIONS DE BIOCARBURANTS	4
1.3.1. Biocarburants de première génération	4
1.3.2. Biocarburants de deuxième génération	4
1.3.3. Biocarburants de troisième génération	4
1.3.4. Biocarburants de quatrième génération	4
2. LA BIOMASSE	5
2.1. DEFINITION	5
2.2. COMPOSITION DE LA BIOMASSE	6
2.3. LES SOURCES DE LA BIOMASSE	6
2.4. LES PRINCIPALES SOURCES DE BIOMASSE POUR LE BIOETHANOL	6
2.4.1. Biomasse agricole	6
2.4.2. Biomasse forestière	7
2.4.3. Biomasse issue de déchets	7
2.5. LES VOIES DE CONVERSION DE LA BIOMASSE	7
2.5.1. La voie biochimique	7
2.5.2. La voie thermochimique	7
2.5.3. La voie chimique/physico-chimique	7

3. LE BIOETHANOL	7
3.1. DEFINITION	7
3.2. PROCEDES DE PRODUCTION DE BIOETHANOL	8
3.3. PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DE BIOETHANOL	8
3.4. PROPRIETES CHIMIQUES DE BIOETHANOL	9
3.4.1. Combustion	9
3.4.2. Réactions d'oxydation	9
3.5. TYPES DE GENERATION DE BIOETHANOL	9
3.5.1. Bioéthanol de 1ère génération	10
3.5.2. Bioéthanol de 2ème génération	10
3.5.3. Bioéthanol de 3ème génération	11
3.5.4. Bioéthanol de 4ème génération	12
3.6. AVANTAGES ET INCONVÉNIENTS DU BIOÉTHANOL	12
3.7. DOMAINES UTILISATION DE BIOETHANOL	13
3.8. SYNTHESSES SUR LES ARTICLES	14
4. LES PLANS D'EXPERIENCE	15
4.1. DEFINITION	15
4.2. CONDITION D'APLICATION DES PLANS D'EXPERIENCE	16
4.3. DIFFERENTS TYPES DES PLANS D'EXPERIENCES	16
4.4. QUELQUES EXPERIENCES	16
4.5. PRINCIPAUX AVANTAGES DES PLANS D'EXPERIENCES	18
5. Plan box - Behnken	18
5.1. DEFINITION	18
5.2. PROPRIETES DES PLANS DE BOX-BEHNKEN	19
CONCLUSION	19

DEUXIEME PARTIE : optimisation des paramètres opératoires influençant labioproduction d'éthanol

INTRODUCTION	21
1. MATERIELS ET METHODES	21
1.1. MATERIELS	21
1.2. Réactif	22
1.3. EXTRACTION	22
1.3.1. Betterave	22
1.3.2. Composition physique chimique de betterave	22
1.3.3. Préparation de la matière première betterave	23
1.4. MESURE DE PH	25
1.5. FERMENTATION	26
1.6. LEVURE SACCHAROMYCES CEREVISIAE	26
1.6.1. Préparation de levure (activation)	27
1.6.2. Préparation du milieu réactionnelle	28
1.7. DISTILLATION ALCOOLIQUE	28
2. METHODE D'OPTIMISATION	29
2.1. CHOIX DU PLAN D'EXPERIENCE (BOX BENHKEN)	30
2.2. PARAMETRES OPERATOIRES ET DOMAINES EXPERIMENTAUX	30
2.3. Logiciel d'optimisation	31
2.4. MATRICE D'EXPERIENCE	32
3. VALIDATION STATISTIQUE DU MODELE POSTULE	32
4. EFFETS DES FACTEURS	35
4.1. Estimation des coefficients	35
5. Modelé mathématique retenu	36
6. LES GRAPHIQUES DE CONTOURS	37
7. ETUDE DE LA DESIRABILITE	42

CONCLUSION	43
TROISIEME PARTIE :CARACTERISATION ET CONTROLE DE QUALITEINTRODUCTION	
1. CARACTERISTIQUE PHYSIQUE-CHIMIE	44
2. L'ANALYSE DE L'ETHANOL PAR HPLC	44
2.1. Les Principe étapes de l'analyses du bioéthanol par hplc	45
2.2. RESULTATS ANALYSE DES ECHANTILLONS DE BIOETHANOL PAR HPLC	46
3. Test d'inflammabilité	47
CONCLUSION	48
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	49
Référence	50
ANNEXE	

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1. Composition chimique majeure et structure de la biomasse lignocellulosique	5
Figure 1.2. Schéma de principe de procédé de production de d'éthanol à partir de biomasse lignocellulosique.	8
Figure 1.3. Production de bioéthanol de première génération	10
Figure 1.4. Production de bioéthanol de deuxième génération.	11
Figure 1.5. Production de bioéthanol de troisième génération.	12
Figure 1.6. Les domaines d'utilisation de bioéthanol.	14
Figure 1.7. Plan de Box-Behnken pour 3 facteurs.	19
Figure 2.1. La betterave.	22
Figure 2.2. Betteraves après nettoyage.	23
Figure 2.3. Betteraves râpées.	24
Figure 2.4. Montage de l'extraction.	24
Figure 2.5. Filtrer le jus de betterave.	25
Figure 2.6. Levure après activation.	27
Figure 2.7. Milieu de fermentation.	28
Figure 2.8. Montage de distillation.	29
Figure 2.9. Représentation du rendement théorique en fonction de celui expérimental.	34
Figure 2.10. Profile des effets principaux X1, X2 et X3.	36
Figure 2.11. Diagramme de contour.(m /v)/température	38
Figure 2.12. Surface de réponse pour rapport (m/v)/température d'extraction	38
Figure 2.13. Diagramme de contour pour dose de levure / température.	39
Figure 2.14. Surface de réponse pour dose de levure / température.	40
Figure.2.15. Diagramme de contour pour rapport (m/v) / masse de levure	41

Figure 2.16. Surface de réponse pour rapport (m/v) / masse de levure.	41
Figure 2.17. Diagrammes d'optimisation.	42
Figure 3.1. Échantillon du bioéthanol produit au cours de notre travail.	45
Figure 3.2. Analyse de bioéthanol par HPLC (a) S. Référence / (b) bioéthanol examiné.	47
Figure 3.3. Test d'inflammabilité.	48

LISTE DES TABLEUX :

Tableau 1.1. Les propriétés physico-chimiques du bioéthanol (source : INRS) (MERTENS et ROIZ, 2010).	8
Tableau 1.2. Les avantages et les inconvénients de bioéthanol.	13
Tableau 2.1. Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation de bioéthanol.	31
Tableau 2.2. Matrice de Box-Behnken à trois facteurs.	32
Tableau 2.3 . Analyse de la Variance de Réponses.	33
Tableau 2.4. Récapitulatif du modèle.	34
Tableau 2.5 . Estimation coefficient de régression du rendement.	35
Tableau 3.1. Les résultats d'analyses physicochimique.	44

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

L'utilisation des ressources organiques comme source d'énergie n'est pas nouvelle, les humains brûlaient déjà du bois et exploitaient les plantes par diverses techniques. Cependant, avec la découverte du pétrole, celui-ci est devenu la principale source de matières organiques exploitées en raison de sa facilité d'utilisation. Malheureusement, le pétrole n'est pas une source durable et son utilisation contribue fortement au réchauffement climatique.

Afin de trouver une source d'énergie durable et peu coûteuse, les humains se tournent à nouveau vers l'exploitation de la biomasse organique, en utilisant les nouvelles technologies scientifiques pour produire des carburants alternatifs, de l'énergie et des produits à valeur ajoutée.

Les biocarburants sont des carburants produits à partir de biomasse, c'est-à-dire de matières organiques renouvelables. Il existe plusieurs types de biocarburants, qui se distinguent principalement par leur matière première et leur procédé de fabrication.

La production de bioéthanol est actuellement considérée comme la filière la plus prometteuse et suscite un grand intérêt dans de nombreux pays.

Dans le cadre de cette étude, nous avons mis en œuvre une méthode d'optimisation basée sur l'application du plan de Box-Behnken. Les plans d'expériences sont des méthodes visant à quantifier et optimiser les effets de différents facteurs sur une réponse, dans des domaines expérimentaux bien définis. Ils consistent à réaliser une série d'essais en faisant varier les facteurs de manière organisée, afin d'identifier les conditions permettant d'obtenir la réponse optimale.

Ce travail est structuré en trois parties distinctes :

La première partie consiste en une étude bibliographique approfondie portant d'une part sur les biocarburants, en mettant l'accent sur le bioéthanol, et d'autre part sur les méthodologies d'application des plans d'expériences pour l'optimisation des procédés. La deuxième partie est dédiée à l'étude d'optimisation des paramètres opératoires de production de bioéthanol, à la présentation, l'analyse et la discussion approfondies des résultats obtenus.

Au cours du troisième chapitre, nous allons examiner les différentes méthodes de caractérisation dans l'objectif de vérifier la qualité de l'éthanol obtenu.

PREMIERE PARTIE :
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

PREMIERE PARTIE : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

INTRODUCTION

Faire face aux défis environnementaux et énergétiques actuels nécessite d'explorer de nouvelles sources d'énergie renouvelables et durables. Dans ce contexte, les biocarburants issus de la biomasse représentent une alternative prometteuse aux carburants fossiles conventionnels. Le bioéthanol produit par fermentation de matières végétales occupe une place de choix.

Cependant, la production de bioéthanol à grande échelle soulève de nombreux défis techniques et économiques. Le choix des matières premières, les procédés de transformation, la gestion des résidus sont autant de paramètres clés à optimiser. C'est ici que les plans d'expérience trouvent tout leur intérêt, en permettant d'étudier de manière rationnelle et rigoureuse l'influence de ces différents facteurs.

Dans cette partie, nous dresserons un panorama des principales filières de production du bioéthanol à partir de la biomasse. Nous examinerons les avantages et inconvénients des différentes matières premières comme les plantes saccharifères, amylacées ou lignocellulosiques. Enfin, nous aborderons la méthodologie des plans d'expérience, indispensable pour optimiser les rendements, la productivité et la rentabilité de ces procédés complexes.

1. LES BIOCARBURANTS

1.1. DEFINITION

Les biocarburants sont des énergies renouvelables liquides ou gazeuses fabriquées à partir de biomasse végétale ou animale [1].

Contrairement aux énergies fossiles non renouvelables telles que le pétrole, le charbon ou le gaz naturel, qui sont issues de la décomposition de matières organiques enfouies sur des millions d'années, les biocarburants sont produits à partir de ressources disponibles dans des cycles de temps bien plus courts. Cela fait d'elle une énergie qualifiée de renouvelable [2].

1.2. DIFFERENTS BIOCARBURANTS :

Les dix biocarburants cités par la Commission européenne (directive 2003/30/CE) sont : le bioéthanol, le biodiesel, le biogaz, le bio-méthanol, le bio-diméthyléther, le bio-éthyle-tertio-butyle-éther (bio-ETBE), le bio-méthyl-tertio-butyle-éther (bio-MTBE), les biocarburants synthétiques, le bio-hydrogène et les huiles végétales pures [3].

Les deux principaux candidats à un développement industriel en tant que biocarburants sont l'éthanol et l'ester méthylique d'huile végétale ou le biodiesel.

1.3. LES DIFFERENTES GENERATIONS DE BIOCARBURANTS

1.3.1. Biocarburants de première génération

Les produits issus de cultures agricoles à base de sucre (betterave, canne à sucre) ou d'amidon (céréales, maïs, blé). Le principal biocarburant de cette catégorie est le bioéthanol, qui est produit par fermentation des sucres ou de l'amidon. On peut aussi trouver du biodiesel issu d'huiles végétales comme le colza ou le tournesol [4].

1.3.2. Biocarburants de deuxième génération

Fabriqués à partir de biomasse lignocellulosique non alimentaire, comme les déchets agricoles et forestiers, le bois ou les déchets verts. Il y a 35-50 % de cellulose dans cette biomasse, 20-30 % d'hémicellulose et 15-20 % de lignine [5]. Pour extraire les sucres fermentescibles de la cellulose et de l'hémicellulose, il est essentiel de procéder à des prétraitements afin de produire principalement du bioéthanol cellulosique [6].

1.3.3. Biocarburants de troisième génération

Les produits sont produits à partir de microalgues, des micro-organismes photosynthétiques très efficaces pour diminuer le taux de CO₂. Leur biomasse riche en huile peut être convertie en biocarburants liquides. [7]

1.3.4. Biocarburants de quatrième génération

Issu de matières premières de synthèse obtenues par des procédés biotechnologiques avancés exploitant des organismes comme les bactéries ou des enzymes génétiquement modifiées. L'objectif est de produire des molécules énergétiques renouvelables à partir de différentes sources de carbone. [8]

2. LA BIOMASSE

2.1. DEFINITION

La biomasse est une source d'énergie renouvelable dérivée de la matière végétale et animale, comme le bois, les déchets agricoles et les déchets urbains organiques. Elle peut être utilisée directement comme combustible ou transformée en biocarburants liquides et en biogaz. L'utilisation durable de la biomasse pour l'énergie, combinée à la replantation et à la régénération des plantes, représente un système énergétique neutre en carbone.

2.2. COMPOSITION DE LA BIOMASSE

La biomasse est principalement composée de trois composants majeurs : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. La cellulose est le polymère le plus abondant, constitué d'unités de glucose liées ensemble. Les hémicelluloses sont un groupe de polymères formés de différents sucres. La lignine est un polymère complexe composé d'unités de phénylpropane.

Les pourcentages de ces composants varient selon le type de biomasse, mais en général le bois contient 40-50% de cellulose, 20-35% d'hémicelluloses et 15-30% de lignine.[9]

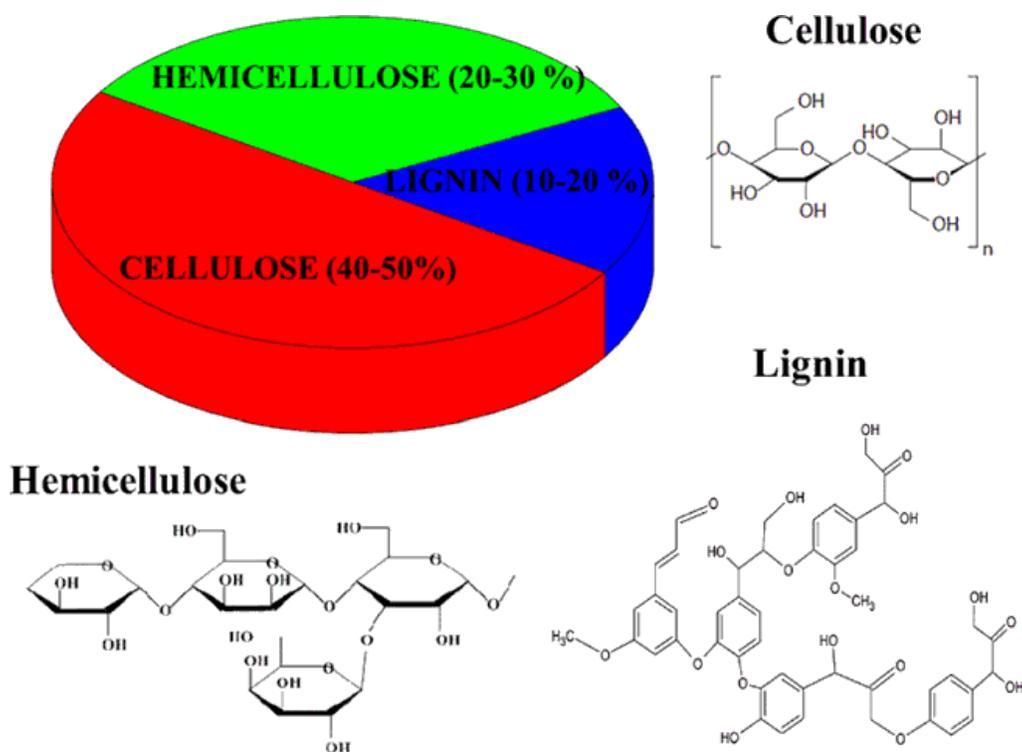


Figure 1.1. Composition chimique majeure et structure de la biomasse lignocellulosique.

2.3. LES SOURCES DE LA BIOMASSE :

Les sources de biomasse peuvent être classées dans les principales catégories suivantes :

- **Les résidus agricoles** : comme la paille de riz, de blé, la bagasse de canne à sucre et les grignons d'olive.
- **Les résidus forestiers** : comme le bois mort, les branches et les feuilles.
- **Les déchets organiques** : comme les déchets urbains, les résidus des industries agroalimentaires et des fermes d'élevage.
- **Les cultures énergétiques** : telles que le maïs, la canne à sucre et les plantes vertes à croissance rapide cultivées spécifiquement pour la production de biocarburants.

La biomasse est une source d'énergie renouvelable. On peut l'utiliser directement comme combustible pour le chauffage ou indirectement pour la production de biocarburants ou d'électricité. [10]

2.4. LES PRINCIPALES SOURCES DE BIOMASSE POUR LE BIOETHANOL

2.4.1. Biomasse agricole

- Cultures de plantes sucrières (betterave, canne à sucre) ou amylacées (maïs, blé, etc.)
- Résidus de récolte (pailles, tiges, feuilles, rafles)

2.4.2. Biomasse forestière

- Résidus d'exploitation forestière (écorces, branches, rémanents)
- Déchets de scieries et d'industries du bois.

2.4.3. Biomasse issue de déchets

- Fraction organique des déchets municipaux solides.
- Boues d'épuration, effluents agro-industriels.
- Graisses animales, huiles végétales usagées

2.5. LES VOIES DE CONVERSION DE LA BIOMASSE :

On distingue trois principales voies de conversion :

2.5.1. La voie biochimique : Elle fait appel à des enzymes et micro-organismes pour dégrader la biomasse. Cela permet notamment la production de bioéthanol par fermentation des sucres ou de biogaz par méthanisation de la matière organique.

2.5.2. La voie thermochimique : Elle utilise la chaleur pour transformer la biomasse par pyrolyse, gazéification ou combustion. On obtient alors des combustibles solides (charbon de bois), liquides (huiles de pyrolyse) ou gazeux (gaz de synthèse).

2.5.3. La voie chimique/physico-chimique : Elle regroupe les procédés comme l'estérification pour produire des biocarburants (biodiesel), ou encore l'extraction/fractionnement pour isoler des molécules d'intérêt biosourcées.

Le choix de la filière dépend de la nature de la biomasse entrante et des produits finaux visés. Ces différentes conversions permettent de valoriser une large gamme de ressources renouvelables en substitution aux énergies fossiles.[11]

3. LE BIOETHANOL

3.1. DEFINITION

Bioéthanol L'éthanol, l'alcool ou encore l'alcool éthylique sont toutes les trois des appellations qui désignent la même molécule qui est composée de deux atomes de carbone (C), six atomes d'hydrogène (H) et d'un atome d'oxygène (O). Les formules brutes et semi-développées de la molécule d'éthanol sont respectivement le C_2H_6O , le C_2H_5OH et le CH_3-CH_2-OH .

L'éthanol bio source ou le bioéthanol, est un liquide incolore et inflammable avec une odeur distinctive. Il a une saveur assez sucrée dans les solutions aqueuses diluées et une sensation de brûlure au goût dans les solutions les plus concentrées.

Le bioéthanol obtenu par la fermentation de matières agricoles riches en sucres provenant de plantes saccharifères (betterave, canne à sucre), amylacées (céréales, pomme de terre) ou lignocellulosiques.

L'éthanol est considéré comme une alternative à l'essence, il est utilisé comme carburant pour les voitures après l'avoir mélangé avec de l'essence dans des proportions variables. L'éthanol est spécialisé et les types les plus largement utilisés sont : 10% d'éthanol et 90% de benzène ou 85% d'éthanol et 15% de benzène.

3.2. PROCEDES DE PRODUCTION DE BIOETHANOL

Tout procédé de production de bioéthanol passe par 3 étapes : conversion de la biomasse en sucres, fermentation et récupération de l'éthanol par distillation.

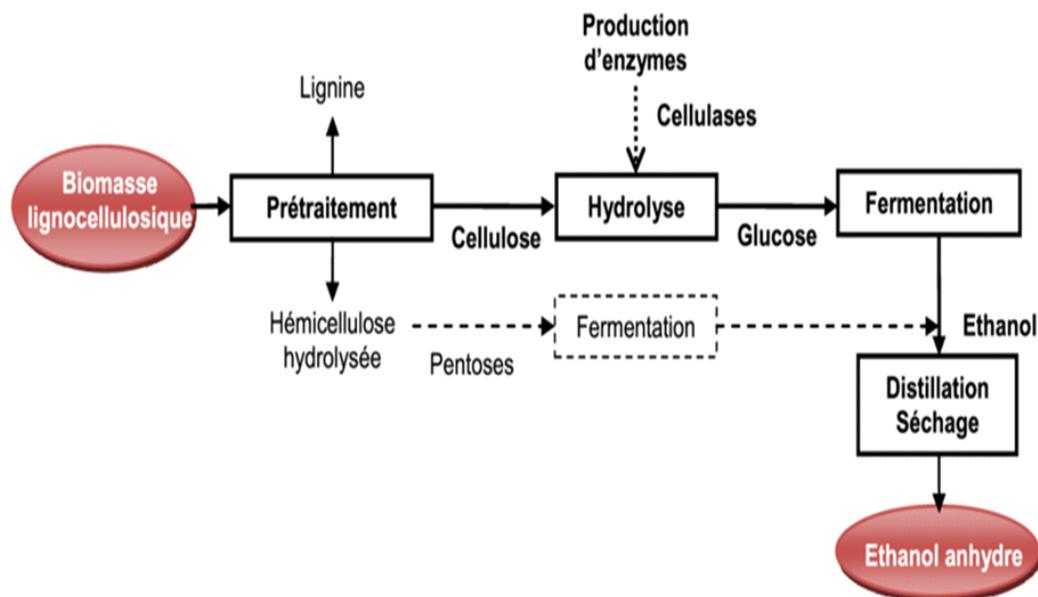


Figure 1.2. Schéma de principe de procédé de production de d'éthanol à partir de biomasse lignocellulosique.

3.3. PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DE BIOETHANOL

Tableau 1.1. Les propriétés physico-chimiques du bioéthanol

Formule chimique	CH ₃ CH ₂ OH
Masse molaire	46.07 g/mol
Point de fusion	-114 °C
Point d'ébullition	78.5 °C
Densité	0.789
Densité de vapeur (air = 1)	1,59
Coefficient de partage octanol/eau	-0,31
Points d'éclair (Coupelle fermée)	12.8 °C
Points d'éclair (Coupelle Ouverte)	16°C
Type de moteur	A combustion

3.4. PROPRIETES CHIMIQUES DE BIOETHANOL :

3.4.1. Combustion

L'éthanol brûle en présence d'oxygène selon l'équation suivante :



3.4.2. Réactions d'oxydation

L'éthanol réagit en présence d'un agent oxydant et d'un milieu acide de la manière suivante :



Les moteurs de voiture doivent apporter des modifications et des ajouts pour pouvoir utiliser L'éthanol, et les constructeurs automobiles, menés par l'américain Ford et le Suédois Volvo, travaillent sur l'éthanol Produire des modèles spéciaux de voitures adaptées à l'utilisation de biocarburants en les dotant de moteurs capables de Reconnaître le type de carburant [12].

3.5. TYPES DE GENERATION DE BIOETHANOL :

Actuellement, la production industrielle de bioéthanol est divisée en trois générations en fonction des types de matières premières utilisées pour la production de bioéthanol. En général, les processus impliqués dans tous les types de génération de bioéthanol sont :

- Prétraitement
- Hydrolyse
- Fermentation
- Déshydratation

Actuellement, nous disposons de 03 technologies éprouvées et des recherches sont en cours pour la génération de bioéthanol de quatrième génération :

3.5.1. Bioéthanol de 1ère génération

Le bioéthanol de première génération provient de la transformation, par fermentation alcoolique, de sucres facilement fermentescibles comme le glucose ou le saccharose [13]. Ces sucres sont soit naturellement contenus dans certaines plantes (la canne à sucre, la betterave sucrière), soit issus de la dégradation enzymatique de l'amidon présent dans les graines de céréales telles que le blé ou le maïs. Dans ce dernier cas, un processus d'hydrolyse permet de casser les longues chaînes d'amidon en sucres simples fermentescibles avant la fermentation alcoolique [14].

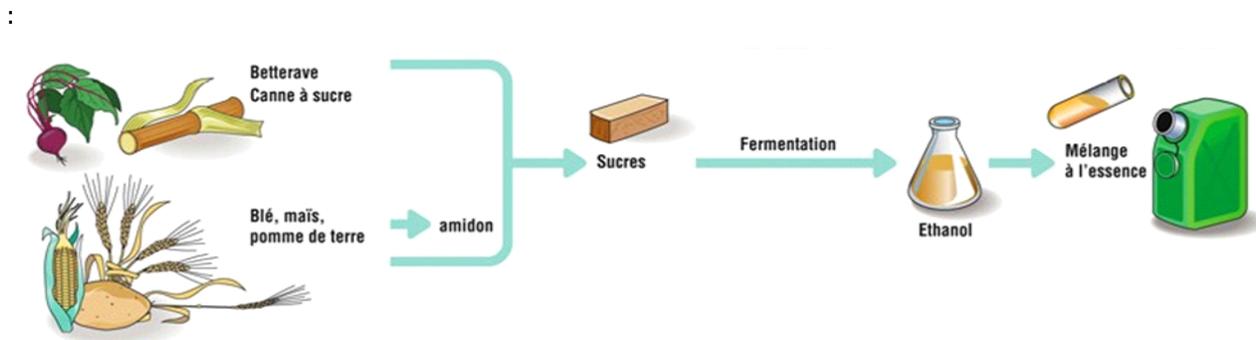


Figure 1.3. Production de bioéthanol de première génération

3.5.2. Bioéthanol de 2ème génération

Le bioéthanol de seconde génération est produit à partir de ressources lignocellulosiques incombustibles, contrairement au bioéthanol de première génération issu de plantes riches en sucres ou en amidon consommables. Les matières premières utilisées proviennent de la biomasse riche en cellulose comme les résidus agricoles (paille), forestiers (bois) ou les sous-produits du travail du bois. On utilise également des cultures dédiées de taillis à croissance rapide, spécialement cultivées dans un but non alimentaire. Cette biomasse lignocellulosique que l'homme ne peut consommer est ainsi valorisée pour fabriquer un biocarburant de seconde génération. Cela permet d'éviter d'entrer en concurrence avec les cultures vivrières, un inconvénient du bioéthanol de première génération issu des plantes sucrières ou amylacées comestibles.

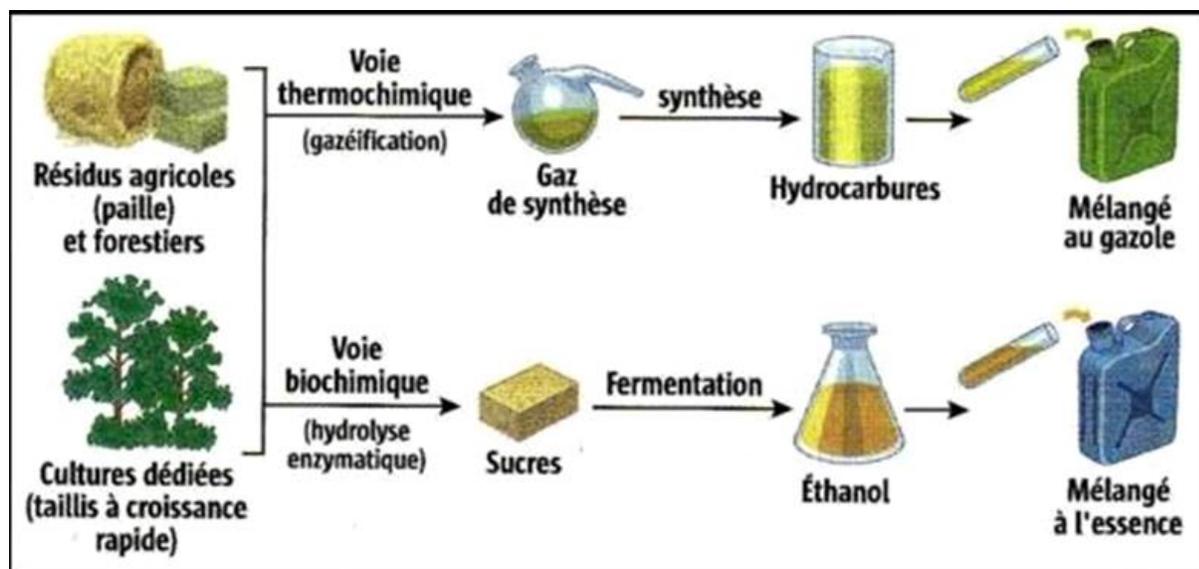


Figure 1.4. Production de bioéthanol de deuxième génération

3.5.3. Bioéthanol de 3ème génération

Les microalgues représentent une matière première prometteuse pour produire le bioéthanol de troisième génération. Leur biomasse peut en effet être directement convertie en biocarburant sous forme d'énergie. Cependant, l'exploitation des algues pour fabriquer du bioéthanol dépend de plusieurs facteurs clés. D'une part, des progrès technologiques sont nécessaires pour mettre au point des procédés de transformation efficaces. D'autre part, le milieu marin dans lequel poussent les microalgues joue un rôle crucial et doit être pris en compte pour assurer le respect de l'environnement dans cette filière. Ainsi, la maturité de la technologie algale et la maîtrise des conditions de culture en milieu aquatique sont déterminantes pour permettre une production à grande échelle de ce bioéthanol de troisième génération issu de la biomasse algale.

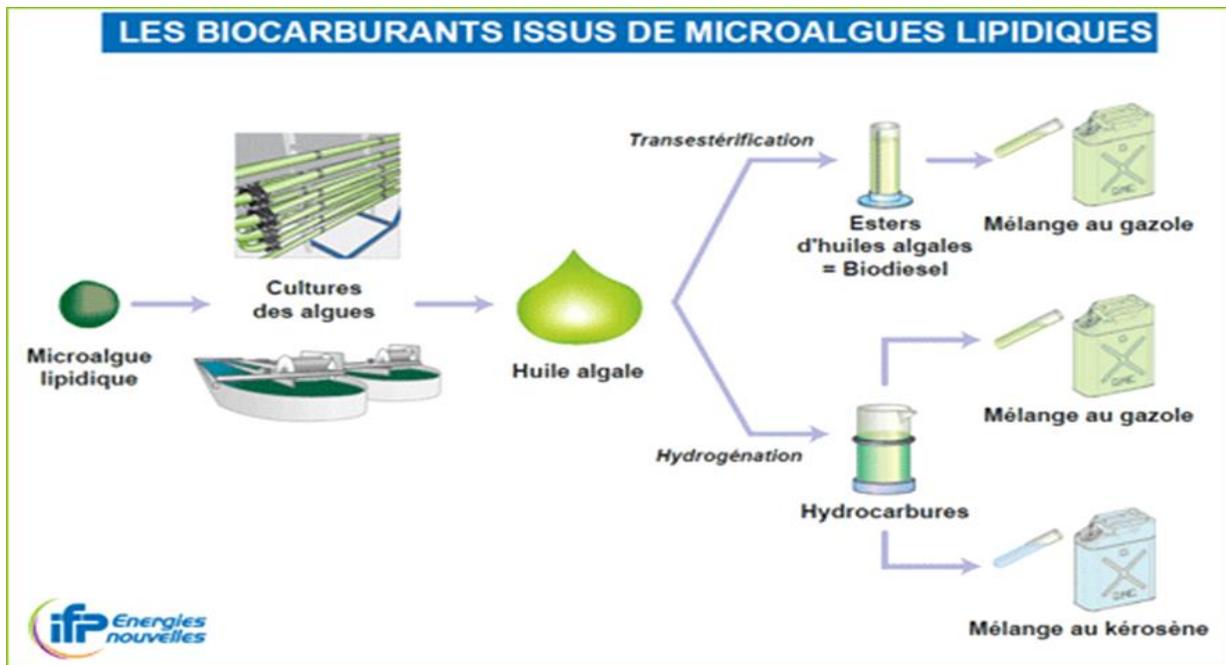


Figure 1.5. Production de bioéthanol de troisième génération.

3.5.4. Bioéthanol de 4ème génération :

Les biocarburants de quatrième génération combinent l'utilisation de micro-organismes dont le génome a été modifié et de matières premières génétiquement modifiées. Les cyanobactéries sont conçues par génie génétique pour augmenter leur rendement en production de composés similaires au pétrole. Ces cyanobactéries génétiquement modifiées sont alors utilisées pour une production plus efficace de bioénergie sous forme de biocarburants liquides.

Cette quatrième génération de biocarburants repose donc sur l'ingénierie métabolique à la fois des micro-organismes producteurs et des plantes ou matières premières qui leur servent de substrat, afin d'optimiser les rendements de production de molécules énergétiques.[15]

3.6. AVANTAGES ET INCONVÉNIENTS DU BIOÉTHANOL

4. Tableau 1.2. Avantage et inconvénients

Avantages	Inconvénients
Un carburant plus respectueux de l'environnement	Prix encore élevé
Diminution des émissions de particules, de soufre, de benzène et de butadiène 1-3	Un coût d'installation important
Diminution de la dépendance au pays producteurs de pétrole	Les véhicules utilisant l'E85 produisent des émissions plus élevées d'oxyde d'azote, d'éthylène et d'acétaldéhyde que les véhicules à essence
Moins cher à la pompe et plus rentable	Corrosion des pièces en contact avec l'éthanol
Diminution des émissions de dioxyde de carbone et meilleur rendement énergétique des moteurs à explosion	La difficulté de trouver des stations-services E85 malgré leurs nombres en constante augmentation
Une production nationale	Concurrence entre alimentation et énergie
Biodégradable	La non compatibilité de certains véhicules

4.1. DOMAINES UTILISATION DE BIOETHANOL

Actuellement, le bioéthanol est principalement utilisé comme un biocarburant pour le transport.

Grâce à son caractère inflammable, il peut remplacer l'essence dans les véhicules équipés de moteurs à combustion interne. On peut aussi le mélanger avec de l'essence ou du diesel pour le fonctionnement de certains types de moteurs.

L'industrie du bioéthanol peut produire plusieurs sous-produits, tels que l'acétaldéhyde (matériel de base pour d'autres produits chimiques par exemple agents fixant pour les peintures et colorants) ; l'Acide acétique (matière première pour les plastiques, agent blanchissant, conservateur) ; l'éthylacetate (peinture, colorant, plastiques, adhésifs), l'éthanol 95% (alimentation, pharmaceutique, carburant, détergent; le Thermol pour le refroidissement des réfrigérateurs et pompe à chaleur; l'Alcool éthylique ou Isopropyl (IPA), l'éthyle acétate (EAC), WABCO-antigel qui est un désinfectant, agent nettoyant pour systèmes électroniques, solvants, Vinasse, sulfate de potassium pour l'alimentation animale ou fertilisant [18].

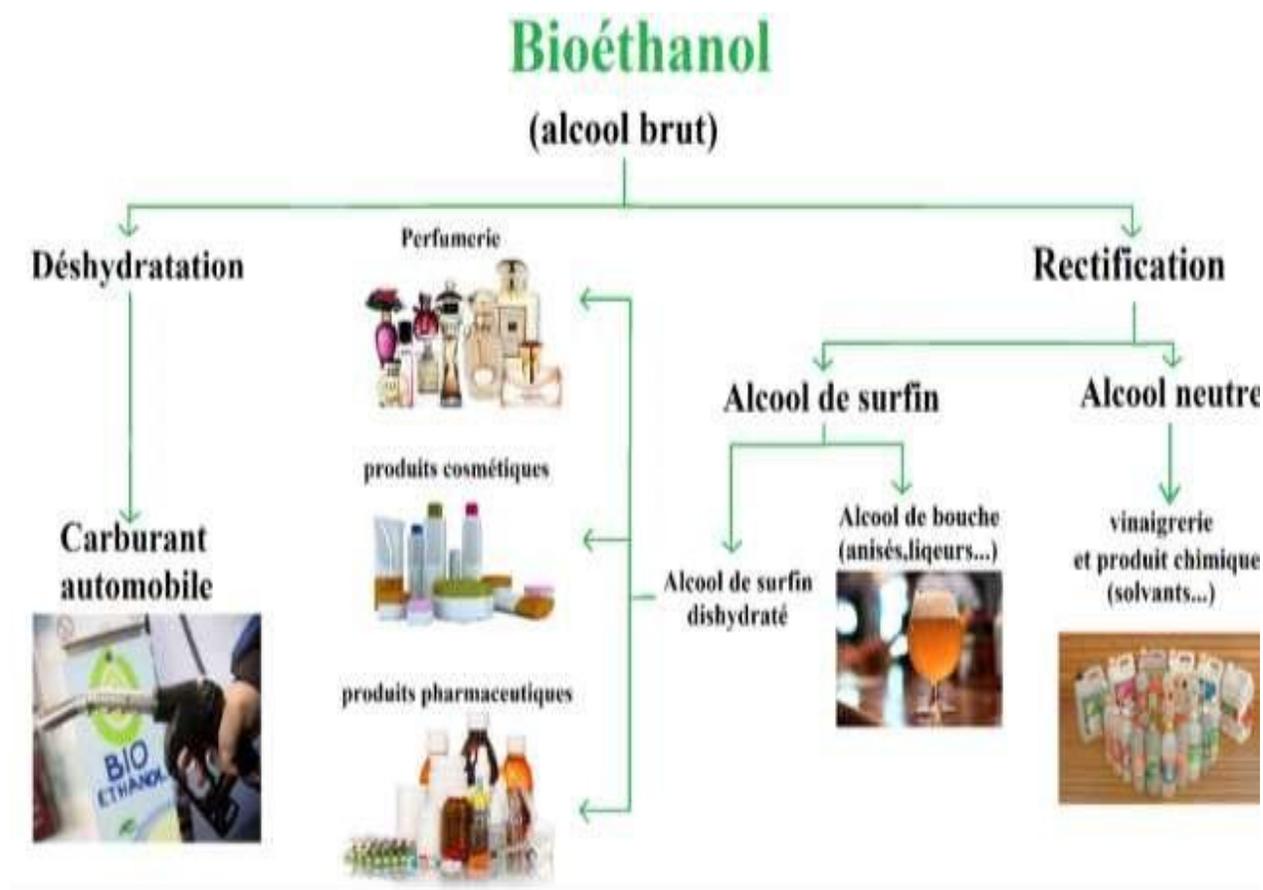


Figure 1.6. Les domaines d'utilisation de bioéthanol.

4.2. SYNTHÈSES SUR LES ARTICLES :

Une synthèse sur les principaux points abordés dans les articles scientifiques concernant la production de bioéthanol à partir de biomasse lignocellulosique [19-24].

Matières premières

- Caractérisation de diverses sources de biomasse (résidus agricoles, bois, cultures dédiées).
- Analyse de leur composition en cellulose, hémicellulose, lignine.
- Identification des défis liés à chaque type de biomasse.

Prétraitements

- Prétraitements physiques : broyage, explosion à la vapeur, extrusion.
- Prétraitements chimiques : acide dilué, bases, oxydants, solvants ioniques.
- Prétraitements biologiques utilisant des enzymes ligninolytiques.
- Effets des prétraitements sur la structure et la réactivité de la biomasse.
- Optimisation des conditions opératoires (température, temps, charges, etc.).

Hydrolyse enzymatique

- Production et caractérisation de mélanges enzymatiques commerciaux/maison.
- Stratégies pour augmenter l'activité enzymatique (charge, supplémentation, etc.).
- Ingénierie des cocktails enzymatiques pour hydrolyser plus efficacement la cellulose/hémicellulose.
- Synergie entre les activités enzymatiques complémentaires.
- Paramètres influençant les rendements d'hydrolyse.

Fermentation

- Performances de fermentation de diverses souches de levures/bactéries.
- Tolérance au stress (éthanol, inhibiteurs, pH, etc.).
- Ingénierie métabolique pour améliorer l'assimilation des pentoses.
- Configurations SSF, SSCF versus SHF.
- Intégration de l'hydrolyse enzymatique et de la fermentation.

Procédés et considérations techno-économiques

- Modélisation, simulation et optimisation des procédés.
- Bilans énergétiques et analyse des utilités.
- Etudes technico-économiques et analyse de sensibilité.
- Défis liés à la mise en œuvre industrielle.

5. LES PLANS D'EXPERIENCE

5.1. DEFINITION

Un plan d'expérience est une méthodologie permettant de planifier et d'organiser les expériences scientifiques et industrielles dans le but d'obtenir les informations nécessaires à la réalisation de l'objectif prédéfini. Son objectif est de recueillir un maximum d'informations avec un minimum d'expérimentations par rapport à l'objectif fixé. Les plans d'expériences sont appliqués dans divers domaines scientifiques. La compréhension de la méthode des plans d'expériences repose sur deux notions fondamentales : l'espace expérimental et la modélisation mathématique des grandeurs étudiées. En général, un plan d'expérience vise à mettre en évidence et à quantifier l'influence existante entre deux types de variables : le facteur et la réponse.

5.2. CONDITION D'APPLICATION DES PLANS D'EXPERIENCE

Trois éléments sont essentiels pour mener à bien cette démarche : la planification rigoureuse des essais, la qualité de l'expérimentation elle-même, ainsi que la maîtrise d'outils mathématiques tels que la régression linéaire multiple et, enfin, l'apport des statistiques pour la validation globale des modèles et la détermination des effets significatifs.

Pour appliquer la méthode des plans d'expériences, deux conditions doivent être remplies :

Condition 1 : La valeur de chaque variable doit être connue avec précision. Cependant, dans un travail expérimental, la présence d'erreurs ne peut être niée. Ainsi, pour satisfaire cette condition, il faut s'assurer que l'erreur induite sur la valeur de la variable soit très faible, voire négligeable par rapport à la variation de cette même variable lorsqu'elle change de valeur.

Condition 2 : La réponse doit être homoscédastique, c'est-à-dire que sa variance doit être constante. Pour cela, il incombe à l'expérimentateur de conserver les mêmes gestes, le même matériel et le même rythme tout au long de la campagne d'expérimentation.

5.3. DIFFERENTS TYPES DES PLANS D'EXPERIENCES

- Plans de mélange.
- Plans de criblage :
 - Plans factoriels complets à deux niveaux.
 - Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux.
 - Les plans de Plackett-Burman.
- Les tables de Taguchi.

- La méthode des surfaces de réponses :
- Les plans composites centrés.
- Les plans de Box-Behnken.

5.4. QUELQUES EXPERIENCES

✓ **Expériences de Stambury et al. (1945-1947) :**

Parmi les premières études sur la production d'éthanol à partir de matières cellulosiques par fermentation, Ont utilisé des plans d'expériences pour optimiser les conditions de pré-traitement acide des substrats lignocellulosiques.[25]

✓ **Travaux de Spindler et al. (1988) :**

Ont appliqué des plans d'expériences factoriels pour étudier l'effet de différents pré-traitements physico-chimiques sur la production d'éthanol à partir de paille de blé.[26]

✓ **Études de Srichuwong et al. (2009) :**

Ont utilisé un plan composite centré pour optimiser les conditions de prétraitement alcalin de paille de riz pour la production d'éthanol [27].

✓ **Recherches de Rasel et al. (2019) :**

Ont employé un plan Box-Behnken pour optimiser la production d'éthanol à partir de déchets de citrouille en utilisant des souches de levures génétiquement modifiées [28].

✓ **Travaux de Saha et al. (2005) :**

Ont utilisé un plan composite central pour optimiser la production d'éthanol à partir de paille de riz en étudiant les effets des pré-traitements alcalins, de la charge d'enzymes et du temps de saccharification [29].

✓ **Études de Senthilraja et al. (2011) :**

Ont appliqué un plan Box-Behnken pour optimiser la production d'éthanol à partir de déchets de pulpe d'orange en étudiant les effets du prétraitement alcalin, de la charge d'enzymes et du temps de saccharification [30].

✓ **Recherches de Dey et Chakrabarti (2017) :**

Ont employé un plan factoriel fractionnaire pour étudier les effets du pré-traitement à la vapeur, de la charge d'enzymes et du temps de saccharification sur la production d'éthanol à partir de résidus de jute [31].

✓ **Expériences de Muktham et al. (2019) :**

Ont utilisé un plan composite central pour optimiser la production d'éthanol à partir de déchets de mangue en étudiant les effets du pré-traitement acide, de la concentration en substrat et de la charge d'inoculum [32].

Ces expériences illustrent l'utilisation de divers plans d'expériences (factoriels, composites centrés, Box-Behnken) pour optimiser les procédés de production de bioéthanol à partir de différentes biomasses lignocellulosiques en étudiant les effets de multiples facteurs tels que les pré-traitements, les souches de micro-organismes, les conditions de fermentation, etc.

5.5. PRINCIPAUX AVANTAGES DES PLANS D'EXPERIENCES :

- Diminution du nombre d'essais.
- Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs.
- Détection des interactions entre facteurs.
- Modélisation des réponses étudiées.
- Une précision optimum des résultats.

6. Plan box - Behnken

5.1. DEFINITION

En 1960, Box et Behnken ont proposé un type différent de plans d'expériences pour les modèles de second ordre, permettant d'estimer certaines interactions. Bien que nécessitant moins de points expérimentaux que les plans composites centrés pour un même nombre de facteurs, les plans Box-Behnken demeurent moins coûteux. Un plan Box-Behnken est une catégorie particulière de plan de surface de réponse ne comportant pas de plan factoriel fractionné. Dans le cas de 3 facteurs, ces plans sont répartis en trois blocs, chacun correspondant à un plan factoriel 2² pour chaque paire de facteurs, tandis que le troisième facteur est maintenu à un niveau central. Ainsi, un plan Box-Behnken à 3 facteurs requiert 15 essais expérimentaux, comprenant 12 points aux arêtes du domaine et 3 points centraux (Figure 7).

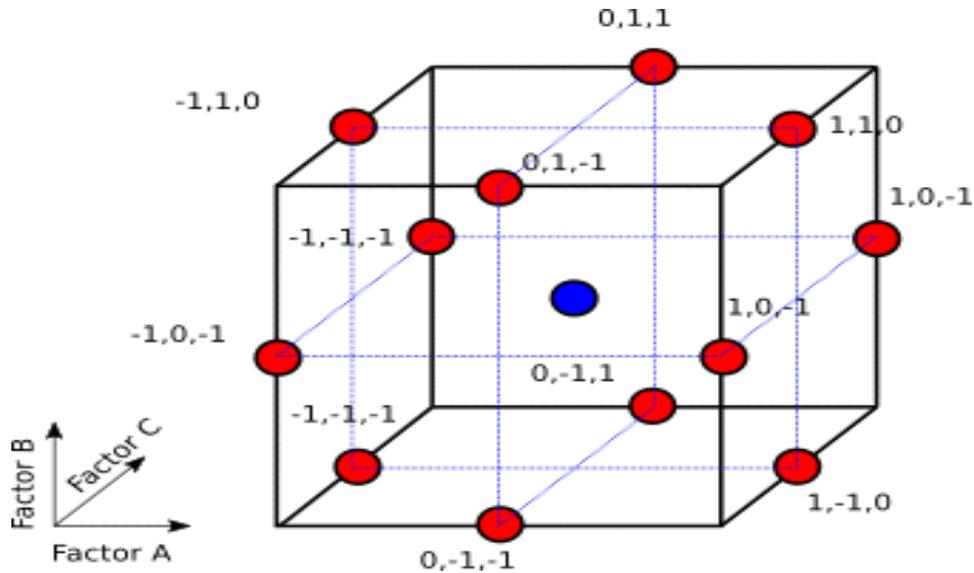


Figure 1.7. Plan de Box-Behnken pour 3 facteurs.

5.2. PROPRIETES DES PLANS DE BOX-BEHNKEN

Les plans de Box-Behnken possèdent les caractéristiques suivantes :

- Ils requièrent trois niveaux pour chaque facteur : -1, 0 et +1, afin d'assurer la condition d'orthogonalité.
- Ils ont la propriété de séquentialité, permettant d'ajouter des points expérimentaux supplémentaires si nécessaire.
- Les erreurs de prédiction sur les réponses calculées à partir de ces plans sont plus faibles que les erreurs expérimentales.

CONCLUSION

Les biocarburants représentent une alternative prometteuse aux combustibles fossiles, étant produits à partir de sources renouvelables comme les cultures agricoles, les forêts et les déchets. L'un des biocarburants les plus répandus est le bioéthanol, obtenu par la fermentation des sucres et de l'amidon.

Afin d'améliorer les procédés de production, les chercheurs utilisent des plans d'expérience statistiques comme le plan Box-Behnken pour étudier l'influence des différents facteurs avec un nombre réduit d'essais. Cela permet d'optimiser les rendements et la qualité des biocarburants. Grâce à leurs matières premières renouvelables, leurs techniques de conversion avancées et leurs

méthodes d'optimisation statistique, les biocarburants peuvent contribuer à la transition énergétique et à la réduction des émissions de gaz à effet de serre.

DEUXIEME PARTIE :
OPTIMISATION DES PARAMETRES OPERATOIRES
INFLUENÇANT LA BIOPRODUCTION D'ETHANOL

INTRODUCTION

Dans le cadre de ce projet de recherche, notre travail a été effectué au laboratoire de Département de Génie des procédés de l'Université Badji Mokhtar-Annaba. L'objectif principal était de mener une étude expérimentale sur la production d'éthanol à partir de la betterave rouge, dans le but d'optimiser le rendement de production.

Cette partie décrit en détail les différentes étapes de cette étude. Dans un premier temps, les matériels végétaux, biologiques et les équipements expérimentaux utilisés seront présentés. Ensuite, les méthodes employées pour l'extraction du jus de betterave, la mesure du pH, la préparation des milieux de fermentation avec la levure *Saccharomyces cerevisiae* et la distillation alcoolique seront détaillées.

Une partie importante sera consacrée à la méthodologie d'optimisation mise en œuvre. L'approche par plan d'expériences de type Box-Behnken sera expliquée, avec la définition des paramètres opératoires clés et la construction de la matrice d'expériences.

Les résultats obtenus lors de cette étude expérimentale, ainsi que leurs analyses et leurs interprétations, permettront d'optimiser le procédé de production d'éthanol à partir de betterave et d'évaluer les performances de cette biomasse comme source de biocarburant en maximisant le rendement.

1. MATERIELS ET METHODES

MATIERE VEGETALE

Betterave sucrière algérienne de moindre qualité.

MATIERE BIOLOGIQUE

Levure *Saccharomyces cerevisiae* (levure de boulangère commerciale).

1.1. MATERIELS

La râpe pour découper les betteraves. ; Balance de précision ; Agitateur magnétique avec barreau aimanté ; Papier filtre ; Thermomètre ; Béchers ; Ballon fond rond ; Éprouvette ; Entonnoir ; Fiole jaugée ; Tubes ; Réfrigérant ; Une seringue ; Un support élévateur ; Un support ; Un chauffe ballon électrique ; Bain marie ; Papiers films ; Papiers aluminiums.

1.2. REACTIFS

Eau distillé au laboratoire ; Acide sulfurique H₂SO₄ commercialisé par PROLABO .

1.3. EXTRACTION

1.3.1. Betterave

La betterave à sucre (*Beta vulgaris*) est une plante dicotylédone appartenant à la famille des Amaranthacées. C'est une espèce bisannuelle qui présente un cycle de vie particulier. Durant la première année, elle accumule des réserves de saccharose dans sa racine charnue suite au processus de photosynthèse réalisé au niveau de ses feuilles. Ce saccharose constitue une source de carbone intéressante pour la production de bioéthanol.

Bien que cultivée initialement pour la production industrielle de saccharose, la betterave à sucre a également été largement exploitée comme matière première pour la fabrication de bioéthanol. Son utilisation reste encore d'actualité dans ce domaine, en raison de sa teneur élevée en sucres fermentescibles facilement convertibles en éthanol par voie fermentaire.



Figure 2.1. La betterave

1.3.2. Composition physique chimique de betterave

Les betteraves sont une espèce de dicotylédones qui renferme entre 25 et 75 % d'eau et 17 % de sucre.

La betterave est caractérisée par les caractéristiques suivantes. La pâte, qui est composée de 5 % de cellulose, d'hémicellulose, de lignines et de pectine, est solide, résistante et insoluble, et est souvent utilisée dans l'alimentation animale.

La partie de 3 % qui ne contient pas de sucre est composée de composés azotés tels que les acides aminés et les protéines.

Il est également constitué d'une partie des minéraux (potassium, sodium, magnésium, calcium). La raffinose, le fructose et le glucose sont également des sucres présents dans les betteraves. Des acides organiques comme les oxalates et les citrates sont également présents dans les betteraves. [33]

1.3.3. Préparation de la matière première betterave :

- Commencez par nettoyer soigneusement les betteraves afin d'éliminer toute trace de terre ou de débris végétaux.



Figure 2.2. Betteraves après nettoyage.

- Râpez finement les betteraves sucrières.



Figure 2.3. Betteraves râpées.

- Ajoutez les betteraves râpées à 500 ml d'eau distillée et mélangez le tout.
- Transférez le mélange obtenu dans un ballon muni d'un réfrigérant à reflux.
- Placez le ballon dans un bain thermostaté avec agitation, et faites chauffer pendant 1h30.



Figure 2.4. Montage de l'extraction.

1 : Réfrigérant ; 2 : ballon fond plat ; 3 : Mélange (Betterave + Eau Distillée) ; Bain thermostat.

- Une fois le temps écoulé, on procède à une étape de filtration du mélange.



Figure 2.5. Filtration du jus de betterave.

1.4. AJUSTEMENT DE pH

La levure *Saccharomyces cerevisiae*, présente l'avantage de croître sur des milieux acides contrairement à la plupart des bactéries.

Mesurer le pH est une étape cruciale pour contrôler le goût, avant et pendant la fermentation. Le suivi des variations de pH nous renseigne sur l'activité métabolique des levures, et donc sur la conversion des sucres en éthanol. Cette mesure s'effectue par une lecture directe au moyen d'un pH-mètre préalablement étalonné.

Dans cette étude, le pH est ajusté entre 4 et 5 par addition d'acide sulfurique afin d'éviter les contaminations bactériennes indésirables. Cette plage de pH acide favorise le développement optimal de la levure *Saccharomyces* tout en inhibant la croissance des bactéries.

1.5. FERMENTATION

La fermentation est en effet l'étape clé qui permet de produire du bioéthanol à partir des sucres présents dans la biomasse végétale. Cette fermentation est catalysée par des micro-organismes, en particulier des levures comme *Saccharomyces cerevisiae*, qui sont capables de métaboliser les sucres en présence d'une activité biologique et de convertir les monosaccharides comme le glucose en éthanol et dioxyde de carbone.

Pendant le processus de fermentation alcoolique, ces levures consomment les sucres simples présents dans le milieu ou issus de l'hydrolyse des sucres complexes comme l'amidon, la cellulose et l'hémicellulose. Leur activité métabolique dégradante permet de produire à la fin de l'étape de l'éthanol.

Cette fermentation alcoolique par les levures représente donc une étape clé pour produire des quantités industrielles d'éthanol à partir de la biomasse végétale. Une attention particulière doit être portée aux conditions favorables à cette activité levurière.

1.6. LEVURE SACCHAROMYCES CEREVISIAE

Les levures sont des micro-organismes eucaryotes unicellulaires appartenant au règne des champignons. Elles ont été découvertes, isolées et identifiées au milieu du XIXe siècle. L'espèce *Saccharomyces cerevisiae*, capable de métaboliser les sucres (d'où son nom « saccharo ») et responsable de la fermentation, a été nommée ainsi par Meyen en 1837.

D'un point de vue morphologique, les levures sont caractérisées par la présence d'un noyau, de mitochondries, d'un appareil de Golgi et de chromosomes. Les cellules végétatives ont généralement une forme ovoïde ou sphérique, avec une taille variante de quelques micromètres à 25-30 micromètres.

En l'absence totale d'oxygène, *S. Cerevisiae* présente un métabolisme fermentaire. L'oxygène n'étant plus l'accepteur final d'électrons, ce rôle est joué par des molécules organiques comme l'acétaldéhyde. Comme dans le métabolisme oxydatif, le glucose est dégradé par la voie de la glycolyse jusqu'au pyruvate. Ensuite, au lieu d'être dirigé vers le cycle de Krebs, le pyruvate est converti en éthanol et CO₂. La première étape est la décarboxylation du pyruvate en acétaldéhyde

par le pyruvate décarboxylase, puis la réduction finale de l'acétaldéhyde en éthanol est catalysée par l'alcool déshydrogénase utilisant le NADH, H⁺ comme coenzyme.

Le métabolisme fermentaire produit beaucoup moins d'énergie que le métabolisme aérobie, et le cycle de Krebs n'a qu'un rôle anabolique (synthèse de précurseurs).

Seule la synthèse d'éthanol permet la production d'énergie nécessaire aux besoins de la cellule et la ré-oxydation du NADH produit lors de la glycolyse Amillastre. Amélioration de la robustesse de souches de levures aux stress technologiques par une stratégie de génie microbologique. Application à la production industrielle de bioéthanol à partir de matières premières agricoles. [34]

1.6.1. Préparation de levure (activation) :

- Peser 12 g de sucre cristallisé et 12 g de levure *Saccharomyces cerevisiae*.
- Mélanger le sucre et la levure avec 100 mL d'eau distillée dans un bécher de 500 mL jusqu'à obtenir un mélange homogène.
- Placer le bécher contenant le mélange sucre/levure/eau dans un bain-marie thermostaté à 33 °C.
- Laisser reposer pendant 30 minutes à cette température de 33 °C pour permettre l'activation de la levure.
- Après les 30 minutes d'activation dans le bain-marie, la préparation de levure activée est prête à être utilisée pour la fermentation.



Figure 2.6. Levure après activation.

1.6.2. Préparation du milieu réactionnelle :

Pour préparer le milieu réactionnel de fermentation, la levure activée *Saccharomyces cerevisiae* est ajoutée au jus de betterave préalablement extrait. Le mélange est ensuite transféré dans un récipient fermé hermétiquement afin de créer un environnement anaérobie, condition nécessaire à la fermentation alcoolique.

L'ensemble est alors incubé à une température contrôlée de 30°C pendant une durée de 72 heures. Le démarrage de la fermentation est indiqué par un dégagement visible de dioxyde de carbone (CO₂), sous-produit de la conversion des sucres en éthanol par les levures.

Le milieu réactionnel ainsi constitué et les conditions opératoires définies (température, anaérobiose, durée) permettent aux levures d'initier et de mener à bien le processus de fermentation pour produire le bioéthanol à partir des sucres présents dans le jus de betterave.



Figure 2.7. Milieu de fermentation.

1.7. DISTILLATION ALCOOLIQUE

Suite à une période de fermentation de 72 heures, le vin élaboré à partir de betteraves est soumis à un processus de distillation dans le but d'en extraire l'éthanol. L'opération de distillation s'effectue à une température avoisinant les 78 °C qui présente la température d'ébullition des vapeurs d'éthanol. Le montage utilisé pour réaliser cette distillation est un dispositif classique, comprenant

un ballon chauffant, des colonnes permettant la réfrigération des vapeurs, ainsi qu'une ampoule dédiée à la récupération du distillat (l'éthanol).



Figure 2.8. Montage de distillation.

1, 2 : Réfrigèrent droit ; 3 : Epreuve graduée 100 mL ; 4 : Ballon à fond plat 500 mL ; 5 : Chauffe ballon

2. METHODE D'OPTIMISATION

Nous avons opté pour la méthode d'optimisation par surface de réponse car elle permet d'obtenir un maximum d'informations à partir d'un minimum d'essais. Or, réaliser des essais est souvent coûteux en temps et en ressources. C'est pourquoi il est indispensable d'utiliser une méthode systématique pour résoudre ce type de problèmes de manière efficace. La méthodologie des surfaces de réponse fait partie des plans d'expériences dédiés à l'optimisation. Cette approche permet de déterminer les combinaisons optimales des facteurs pour obtenir la réponse désirée, tout en réduisant le nombre d'essais nécessaires par rapport à d'autres méthodes d'exploration exhaustive.

2.1. CHOIX DU PLAN D'EXPERIENCE (BOX BENHKEN)

Parmi les différents types de plans d'expériences adaptés à la méthodologie des surfaces de réponse, notre choix s'est porté sur le plan Box-Behnken, plutôt que les plans de Doehlert ou les plans composites centrés qui sont les deux autres options couramment utilisées.

Ce choix du plan Box-Behnken est motivé par plusieurs avantages :

1. **Efficacité expérimentale :** Le Plan Box-Behnken requiert un nombre d'essais expérimentaux réduit comparé aux plans composites centrés, tout en permettant d'estimer les coefficients d'un modèle quadratique avec interactions. Cela permet d'économiser temps et ressources.
2. **Exploration d'un domaine sphérique :** La matrice d'expériences du plan Box-Behnken couvre une région sphérique autour du point central dans l'espace des facteurs. Cette géométrie d'exploration peut être avantageuse pour certains systèmes.
3. **Éviter les combinaisons extrêmes :** Contrairement aux plans composites, le Plan Box-Behnken n'inclut pas les combinaisons de niveaux extrêmes pour tous les facteurs simultanément.

Ainsi, le plan Box-Behnken est considéré comme une option efficace et idéale lorsqu'un modèle quadratique suffit à décrire la surface de réponse étudiée. Son plan d'expériences optimisé permet d'obtenir une quantité d'information maximale sur le système avec un nombre d'essais limité.

2.2. PARAMETRES OPERATOIRES ET DOMAINES EXPERIMENTAUX

Après une lecture approfondie dans la littérature. Les trois paramètres retenus pour l'optimisation sont :

- 1) La température d'extraction du jus de betteraves.
- 2) La masse de levure.
- 3) Le rapport matière végétale/eau.

Facteur Température d'Extraction : La gamme de températures explorée est de 60°C à 70°C, avec trois niveaux : 60°C, 65°C et 70°C. Cette plage vise à optimiser l'efficacité d'extraction des sucres fermentescibles.

Facteur Quantité de Levure : Trois doses de levure seront testées : 3 g/L, 4 g/L et 5 g/L, pour étudier l'impact de la quantité de cette dernière sur la cinétique de fermentation.

Facteur rapport de Betteraves/eau : Le rapport avant extraction, exprimé en Matière végétale/Eau, sera étudié à 3 niveaux : 0,6 M/V, 0,8 M/V et 1,0 M/V. Ceci pour déterminer la concentration optimale en substrat.

2.3. LOGICIEL D'OPTIMISATION

Le logiciel MINITAB version 16 est un logiciel statistique puissant et complet développé par Minitab Inc. C'est un outil largement utilisé dans divers domaines industriels et scientifiques pour l'analyse de données, les études statistiques, le contrôle qualité et la conception d'expériences. Le logiciel Minitab 16 sera utilisé pour construire un plan d'expériences Box-Behnken à 3 facteurs avec les 3 niveaux définis ci-dessus par facteur, soit 15 essais expérimentaux au total. Ce plan permettra d'étudier les effets individuels de chacun des 3 paramètres température d'extraction, quantité de levure et rapport betteraves/eau, ainsi que leurs éventuelles interactions, sur les réponses clés pour optimiser le rendement final de production.

Tableau 2.1. Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation de bioéthanol.

Facteurs	Niveau	Unité	Variable Codée	Niveau Codé
La température d'extraction du jus de betteraves	65	°C	X ₁	-1
	70			0
	75			1
La quantité de levure	3	g	X ₂	-1
	4			0
	5			1
Le rapport de betterave	0,6	M/V	X ₃	-1
	0,8			0
	1			1

2.4. MATRICE D'EXPERIENCE :

Le plan d'expérimentation est basé sur un plan Box-Behnken pour 3 facteurs X1, X2, X3 et constitué de essais répartis en 3 répétitions au centre afin de déterminer l'erreur pure, un total de 15 essais ont été générés (tableau 2.2), consistant en 6 points factoriels et 6 points axiaux.

Tableau 2.2. Matrice de Box-Behnken à trois facteurs.

RunOrder	T °C	R m/v	m lev	R exp	R théo
1	70	1	4	11,37	11,38625
2	60	0,8	5	10,28	10,03625
3	65	0,8	4	10	10,02
4	70	0,8	3	9,28	9,52375
5	70	0,8	5	10,4	10,20625
6	60	0,8	3	9	9,19375
7	60	1	4	10,97	11,03625
8	65	1	3	11,08	10,82
9	65	0,8	4	10,06	10,02
10	65	1	5	11,31	11,4875
11	70	0,6	4	9,45	9,38375
12	65	0,8	4	10	10,02
13	65	0,6	3	9	8,8225
14	65	0,6	5	9,42	9,68
15	60	0,6	4	9,25	9,23375

3. VALIDATION STATISTIQUE DU MODELE POSTULE :

D'après les résultats de l'analyse de la variance (Tableau 2.3) les résultats indiquent que l'effet principal de la régression est significatif puisque la p-value est inférieure à 0,05 (0,006). Le calcul de F pour le terme linéaire R m/v (rapport végétal/eau) donne 89,63, ce qui est environ 11 fois

supérieur à la valeur théorique de F au niveau de confiance considéré (selon le Tableau 2.4 des valeurs critiques).

Comme règle pratique, le modèle est statistiquement significatif si la valeur de F calculée est au moins de trois à cinq fois plus grande que la valeur théorique. Ici, avec un rapport de 11, cela confirme la haute significativité statistique du modèle, principalement portée par l'effet linéaire très prononcé du rapport végétal/eau.

Tableau 2.3. Analyse de la Variance de Réponses.

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	9	9,20782	9,20782	1,02309	12,67	0,006 *
Linear	3	8,52683	8,52683	2,84228	35,19	0,001 *
T °C	1	0,12500	0,12500	0,12500	1,55	0,269
R m/v	1	7,23901	7,23901	7,23901	89,63	0,000 *
m lev	1	1,16281	1,16281	1,16281	14,40	0,013 *
Square	3	0,65556	0,65556	0,21852	2,71	0,156
T °C*T °C	1	0,05767	0,04570	0,04570	0,57	0,486
R m/v*R m/v	1	0,49275	0,45554	0,45554	5,64	0,064 *
m lev*m lev	1	0,10514	0,10514	0,10514	1,30	0,306
Interaction	3	0,02542	0,02542	0,00847	0,10	0,954
T °C*R m/v	1	0,01000	0,01000	0,01000	0,12	0,739
T °C*m lev	1	0,00640	0,00640	0,00640	0,08	0,790
R m/v*m lev	1	0,00902	0,00902	0,00902	0,11	0,752
Residual Error	5	0,40382	0,40382	0,08076		
Lack-of-Fit	3	0,40142	0,40142	0,13381	111,51	0,009
Pure Error	2	0,00240	0,00240	0,00120		
Total	14	9,61164				

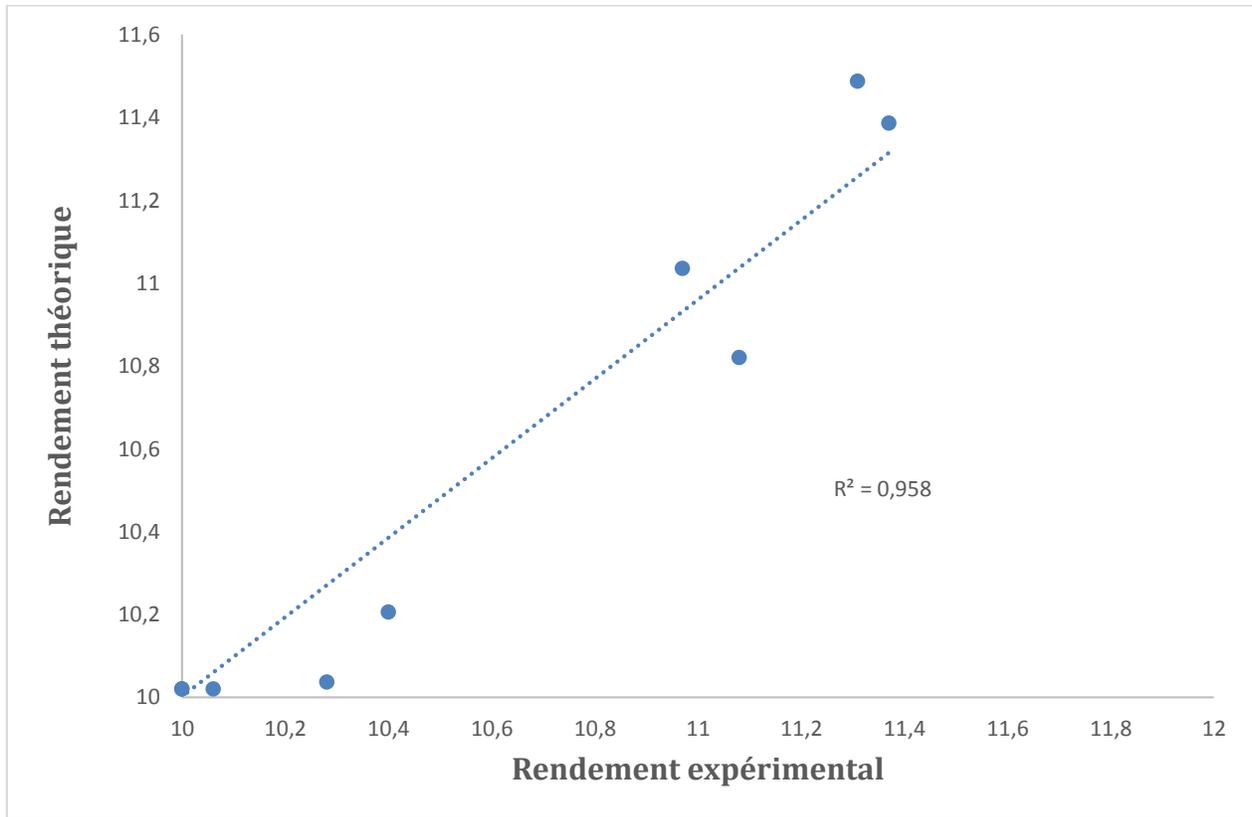


Figure 2.11. Représentation du rendement théorique en fonction de celui expérimental.

La représentation graphique permet de mieux visualiser la contribution du modèle dans l'explication de la variation des valeurs observées expérimentalement [35]. La figure 2.11 montre la courbe des valeurs théoriques des rendements en fonction des valeurs expérimentales. On constate que les points sont proches de la droite d'équation $y=x$, qui représente une correspondance parfaite entre valeurs théoriques et expérimentales. Le coefficient de détermination R^2 de 95,80% indique une très bonne concordance entre les valeurs prédites par le modèle et les valeurs réellement observées. Cette valeur élevée de R^2 démontre la compatibilité satisfaisante du modèle avec les données expérimentales.

Tableau 2.4. Récapitulatif du modèle.

S	PRESS	R-Sq	R-Sq(pred)	R-Sq(adj)
0,284192	6,4282	95,80%	33,12%	88,24%

La somme des carrés des résidus a été décomposée en deux variabilités : l'une due au manque d'ajustement, et l'autre due à l'erreur pure. Cette méthode permet de raffiner l'analyse de la variance et est applicable dès qu'au moins une expérience a été répétée. La p-value de 0,006 est inférieure au seuil de 0,05. Nous pouvons donc conclure que le modèle est bien ajusté.

4. EFFETS DES FACTEURS

4.1. ESTIMATION DES COEFFICIENTS

Le tableau 2.5 regroupe les effets de tous les facteurs étudiés, ainsi que les valeurs statistiques associées et les probabilités observées (p-values). Ces valeurs permettent d'évaluer la significativité des coefficients de chaque paramètre du modèle. En règle générale, plus la valeur de la statistique t est élevée, plus la p-value est faible, et plus le coefficient correspondant est considéré comme significatif. D'après les informations contenues dans ce tableau, les coefficients jugés statistiquement significatifs sont :

- La constante b0.
- Les termes linéaires B1, B2, B3.
- Les termes d'interaction B12, B13, B23.

Ces facteurs ont tous des valeurs de P-value inférieures à 0,05.

Tableau 2.5. Estimation coefficient de régression du rendement.

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	10,0200	0,1641	61,068	0,000
T °C	0,1250	0,1005	1,244	0,269
R m/v	0,9513	0,1005	9,467	0,000
m lev	0,3813	0,1005	3,794	0,013
T °C*T °C	-0,1113	0,1479	-0,752	0,486
R m/v*R m/v	0,3512	0,1479	2,375	0,064
m lev*m lev	-0,1687	0,1479	-1,141	0,306
T °C*R m/v	0,0500	0,1421	0,352	0,739
T °C*m lev	-0,0400	0,1421	-0,281	0,790
R m/v*m lev	-0,0475	0,1421	-0,334	0,752

Le diagramme des effets principaux (Figure 2.12) nous renseigne sur l'influence simultanée de tous les facteurs sur le rendement de la bioproduction d'éthanol:

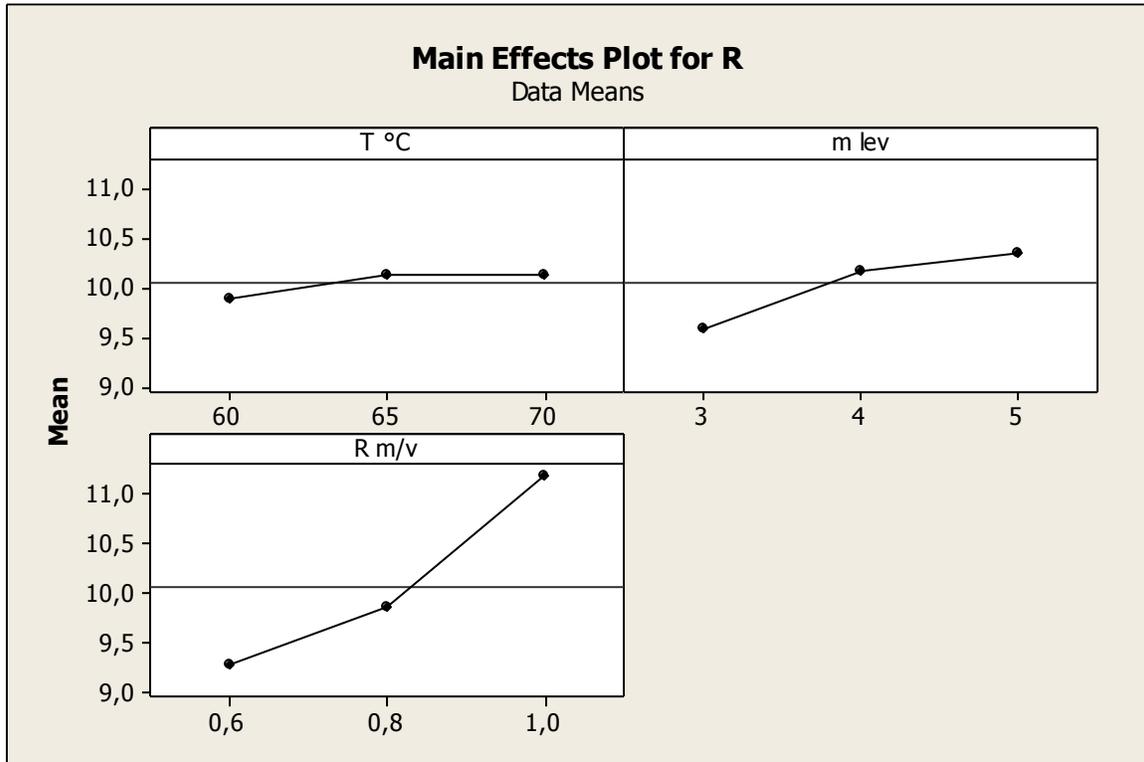


Figure 2.9. Profile des effets principaux X1, X2 et X3.

D'après la figure 2.12 on constate que :

- Le rendement augmente pour un rapport de 1 au plus jusqu'à 11 %, et diminue jusqu'à 10 % pour les rapports supérieurs à 0,8 ;
- Le rendement augmente en augmentant la masse de levure de 5 g et diminue en diminuant la masse de levure ;
- La température élevée n'influence pas de manière significative le rendement de production, mais le soutient légèrement.

5. MODELE MATHEMATIQUE RETENU

À partir de l'analyse des effets principaux et des interactions, le modèle mathématique proposé est un polynôme de degré 2 ayant l'équation suivante :

$$R\% = 10,0200 + 0,1250X_1 + 0,9513X_2 + 0,3813X_3 - 0,1113X_1^2 + 0,3512X_2^2 - 0,1687X_3^2 + 0,0500X_1X_2 - 0,0400X_1X_3 - 0,0475X_2X_3 + \varepsilon$$

Avec : X1 : Température ; X2 : Rapport végétal/eau ; X3 : Masse de levure.

6. LES GRAPHIQUES DE CONTOURS

A partir du modèle mathématique validé, des graphiques de contours 2D ont été réalisés à l'aide du logiciel MINITAB 16. Ces graphiques permettent de visualiser les solutions optimales les plus désirables avec une meilleure précision. Ils facilitent l'examen et l'interprétation des résultats. Les courbes de contour sont générées en combinant les trois facteurs étudiés. Sur chaque graphique, deux facteurs sont représentés sur les axes X et Y, tandis que la valeur de la réponse est indiquée par des régions ombrées dans le plan du graphique de contours 2D.

✓ **Graphique de contour et surface de réponse pour l'interaction rapport m/v, température** Les figures 2.15 et 2.16 représentent les graphiques de contours et de surface de réponse pour l'interaction entre la température d'extraction et le rapport matière végétal/eau. Ces graphiques permettent de visualiser l'évolution du rendement en fonction de la combinaison de ces deux facteurs. On observe sur le graphique de contours une région colorée en bleu foncé, indiquant une zone de rendements élevés (supérieurs à 11,5 %). Cette zone correspond à un intervalle de températures compris entre 65 °C et 70 °C, et un rapport m/v se situant entre 0,95 et 1. Afin d'étudier uniquement l'effet combiné de la température et du rapport M/V, la valeur du troisième facteur (dose de levure) a été fixée à sa valeur moyenne. Cela permet d'identifier les domaines de variation des deux autres facteurs permettant d'atteindre le rendement désiré maximal.

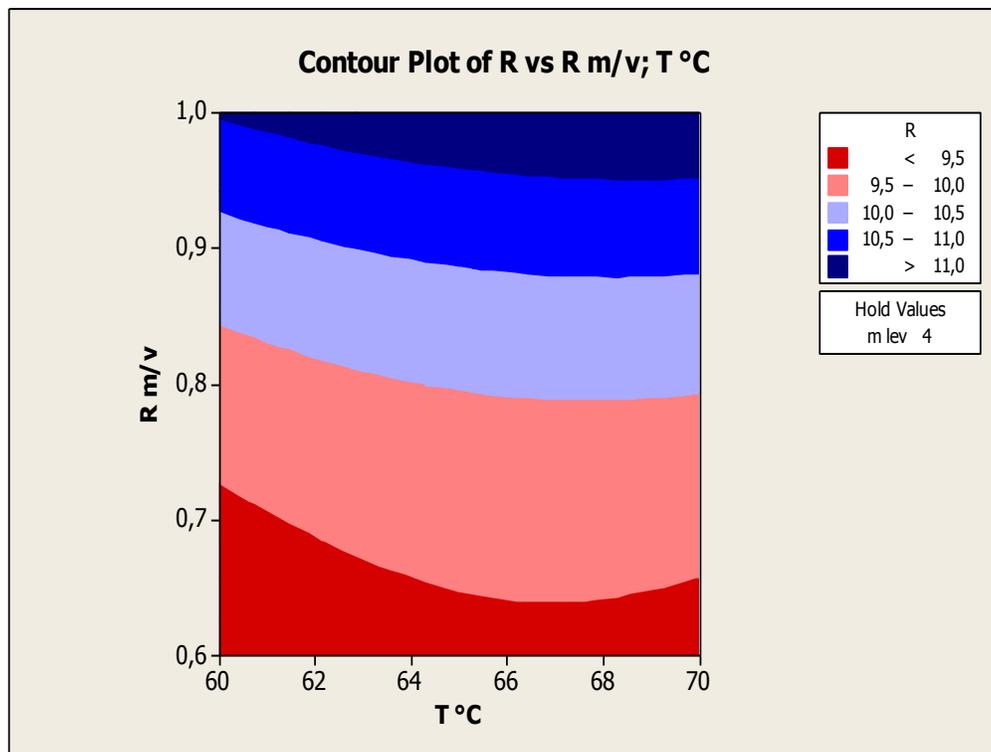


Figure 2.10. Diagramme de contour pour Rapport (m/v) /Température.

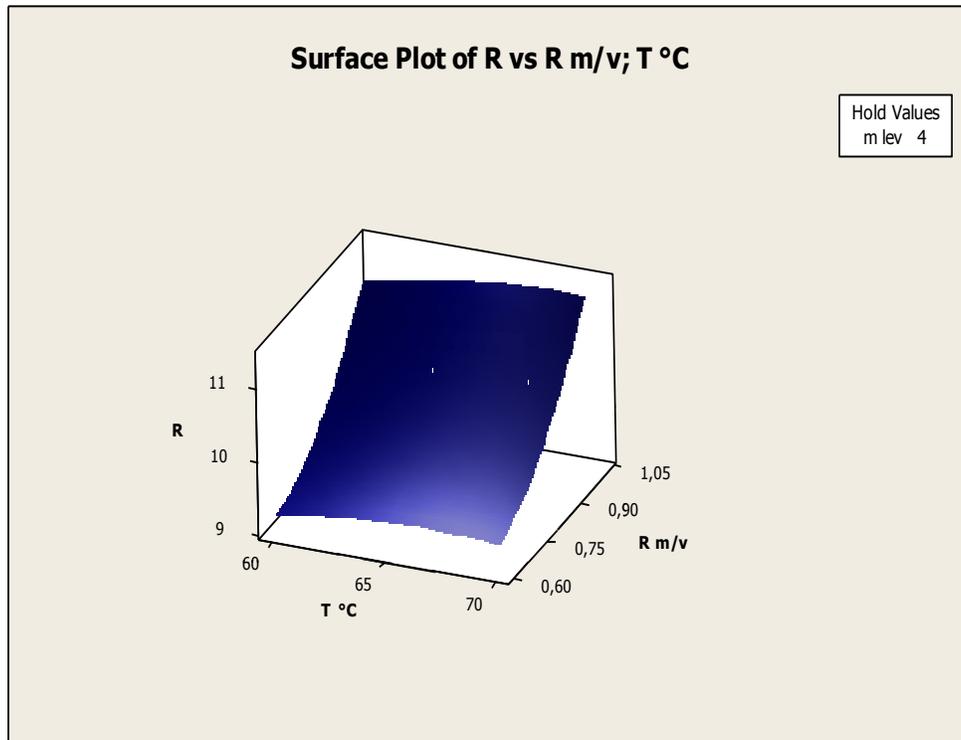


Figure 2.11. Surface de réponse pour Rapport (m/v) / Température d'extraction.

✓ **Graphique de contour et surface de réponse pour l'interaction masse de levure, température :**

Les Figures 2.17 et 2.18 représentent les graphiques de contours et de surface de réponse pour l'interaction entre la température de chauffage et la masse de levure.

On observe sur le graphique de contours une région colorée en rouge foncé, indiquant une zone de rendements élevés (supérieurs à 11,5%). Cette zone correspond à un intervalle de températures compris entre 64°C et 70°C, et une masse de levure se situant entre 4,5 g et 5 g.

Afin d'étudier uniquement l'effet combiné de la température et la masse de levure, la valeur du troisième facteur (Rapport m/v) a été fixée à sa valeur moyenne.

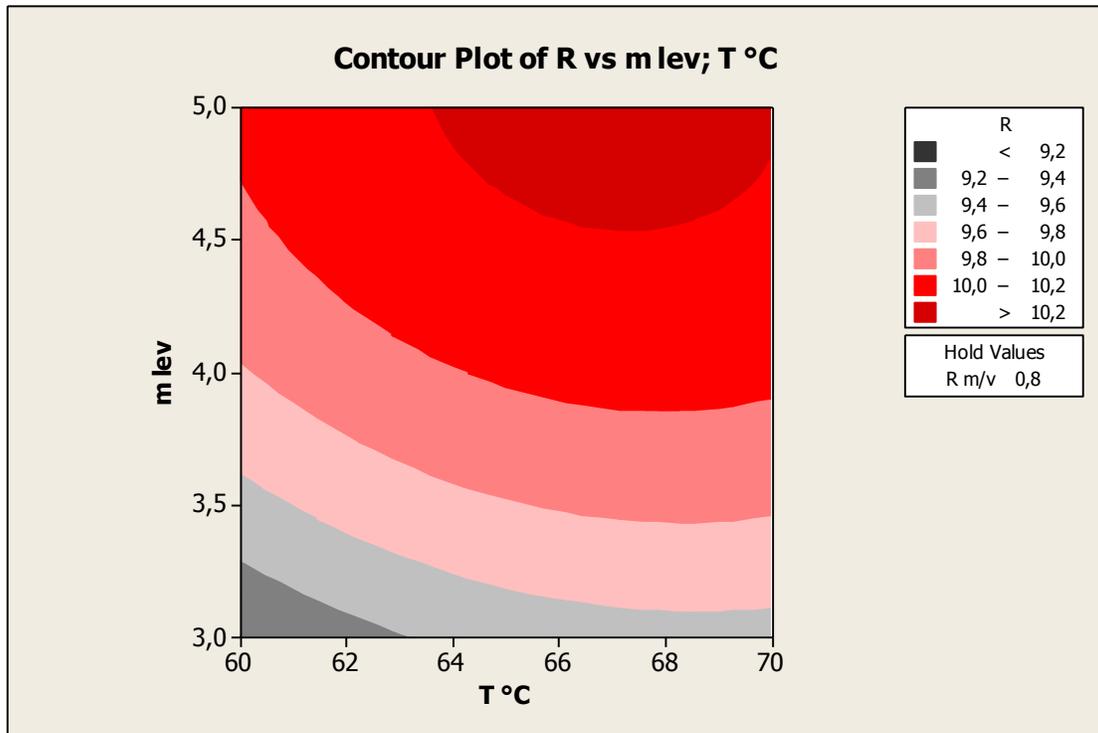


Figure 2.12. Diagramme de contour pour Dose de levure /Température.

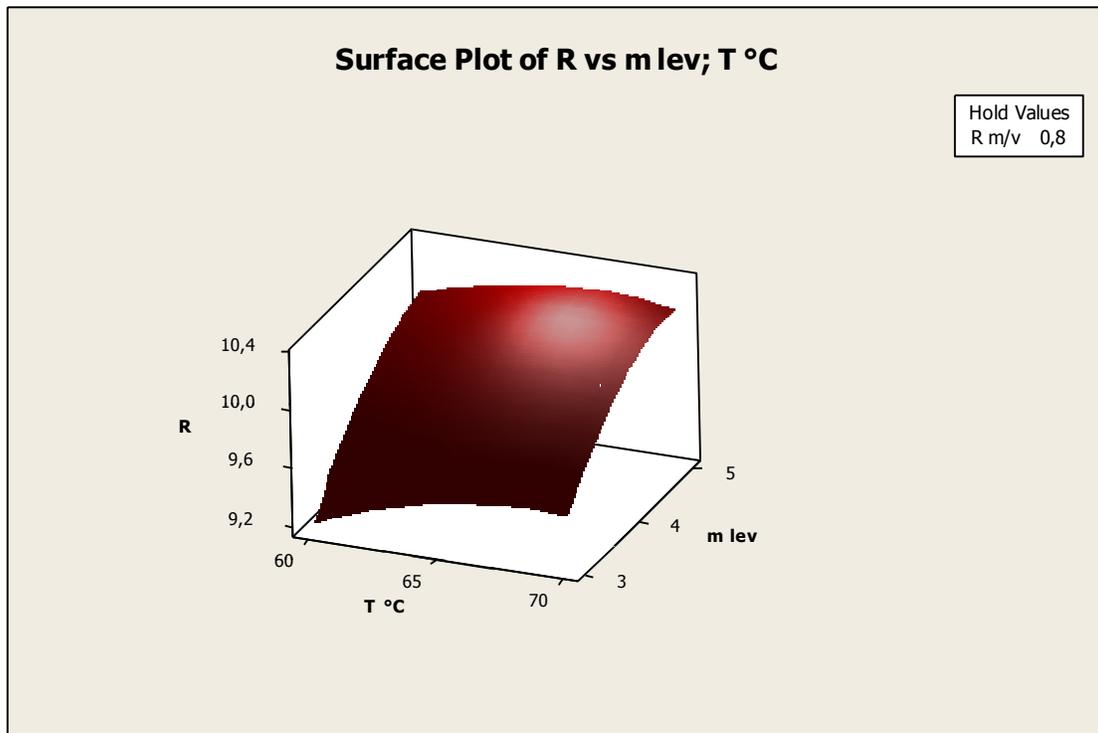


Figure 2.13. Surface de réponse pour Dose de levure / Température.

✓ **Graphique de contour et surface de réponse pour l'interaction rapport m/v, masse de levure :**

Les Figures 2.19 et 2.20 représentent les graphiques de contours et de surface de réponse pour l'interaction entre la température de chauffage et la masse de levure.

On observe sur le graphique de contours une région colorée en noire, indiquant une zone de rendements élevés (entre 11% et 11,5%). Cette zone correspond à un intervalle de rapport entre 0,95 et 1, et une masse de levure se situant entre 3,5 g et 5 g.

Afin d'étudier uniquement l'effet combiné de la masse de levure et du rapport m/v, la valeur du troisième facteur (température) a été fixée à sa valeur moyenne.

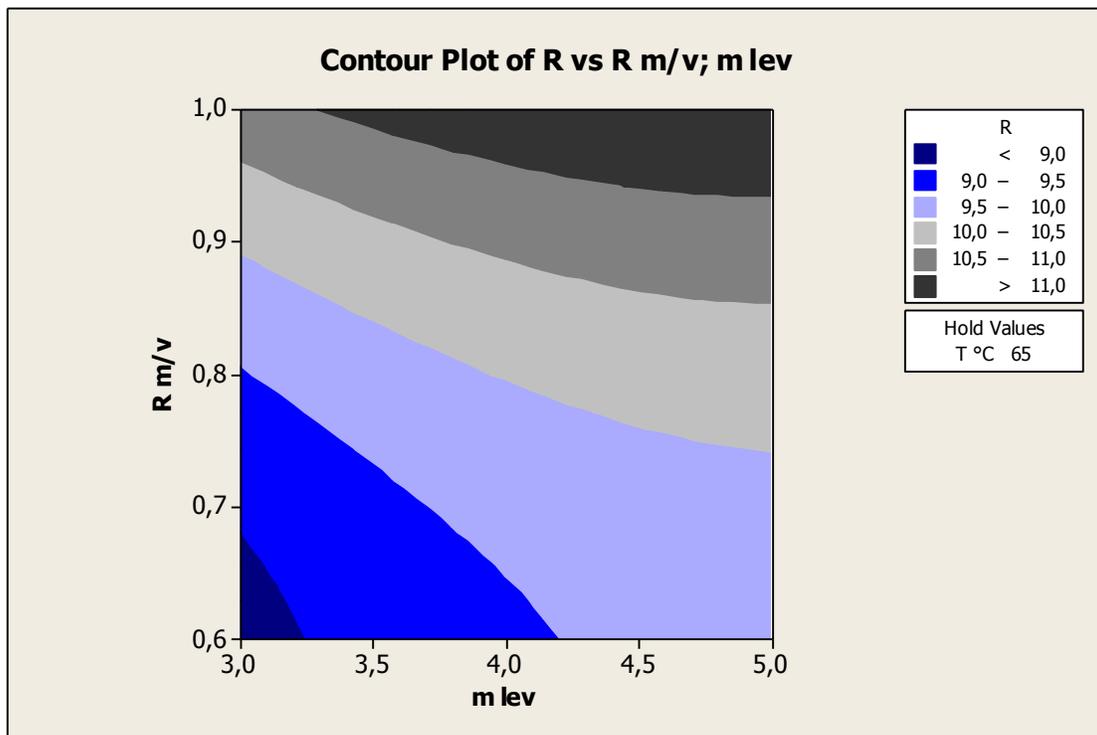


Figure 2.14. Diagramme de contour pour Rapport (m/v) /Masse de levure.

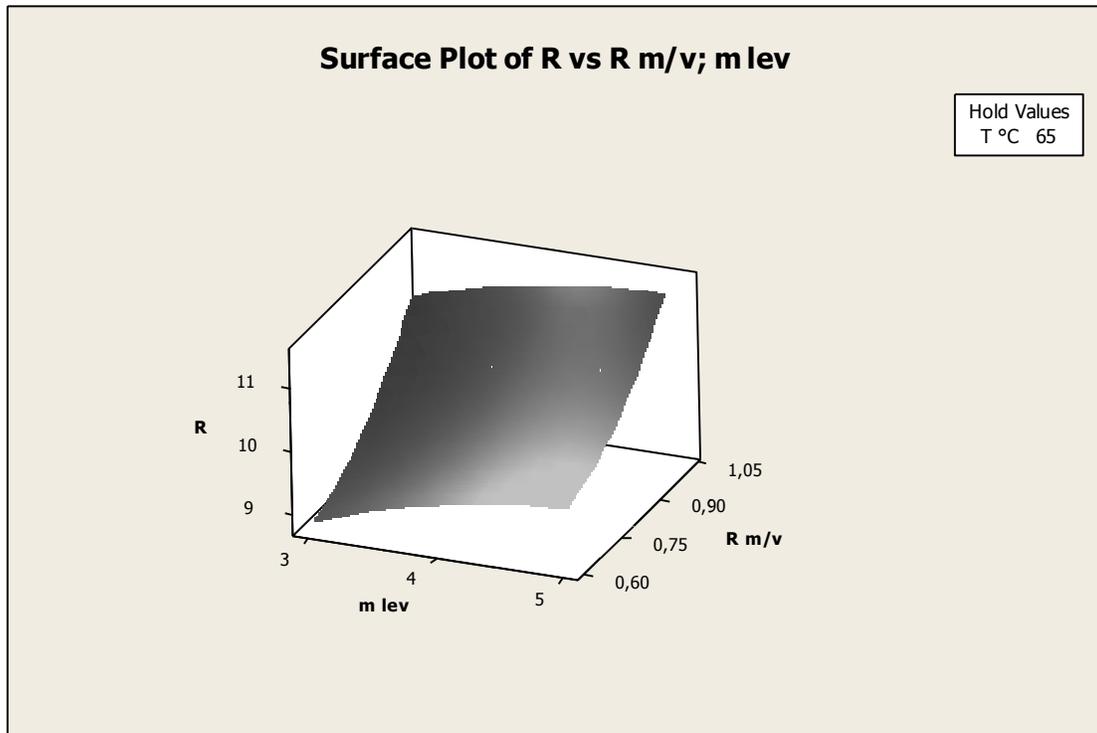


Figure 2.15. Surface de réponse pour Rapport (m/v) / Masse de levure.

7. ETUDE DE LA DESIRABILITE :

L'objectif principal de cette étude est de maximiser le rendement de production de bioéthanol, tout en minimisant la température d'extraction, la quantité de levures utilisée et le rapport végétal/eau. La figure 2.21 montre que ces conditions optimales peuvent être atteintes en utilisant 4.91g de levures, correspondant à la limite supérieure étudiée, un rapport végétal/eau de 1 et une température d'extraction de 68°C.

Ces résultats indiquent qu'une masse de levures égale à la limite supérieure étudiée est nécessaire pour obtenir le rendement désiré, la quantité de levures influençant directement l'efficacité de la fermentation. De plus, l'augmentation du rapport végétal/eau permet d'accroître la teneur en sucres du milieu, favorisant ainsi un meilleur rendement en bioéthanol et améliorant la productivité globale.

La température d'extraction a un impact positif sur le rendement, celui-ci étant maximisé lorsque la température se situe dans la gamme moyenne étudiée, soit 65°C. Des températures trop élevées ou trop basses s'avèrent donc moins efficaces.

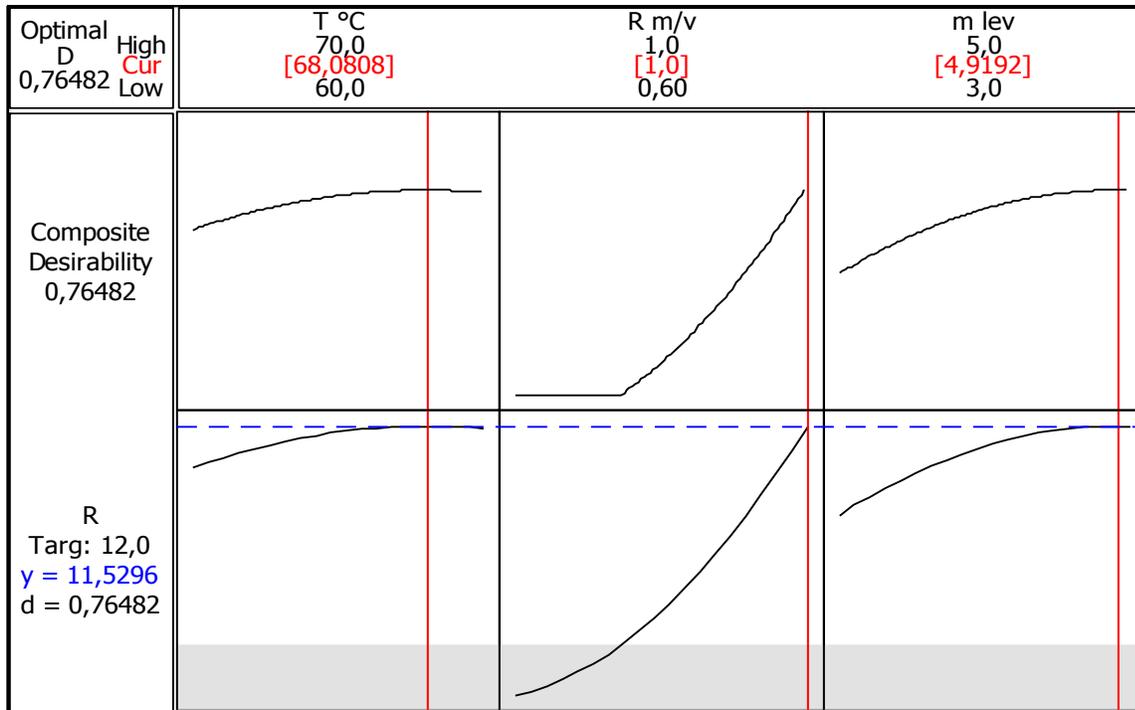


Figure 2.6. Diagrammes d'optimisation.

CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons détaillé le processus d'optimisation de la production de bioéthanol à partir de betteraves par la méthodologie des surfaces de réponse. Après avoir présenté le matériel et les différentes étapes du mode opératoire (extraction, mesure du pH, fermentation, distillation alcoolique), nous avons justifié le choix du plan d'expériences Box-Behnken pour mener cette optimisation. Les trois facteurs étudiés étaient la température, la dose de levure et le rapport betterave/eau.

L'exploitation des résultats expérimentaux à l'aide du logiciel Minitab 16 a permis de valider statistiquement le modèle mathématique postulé par un polynôme du second degré. L'analyse des effets a révélé les facteurs et interactions significatifs influençant la réponse. Le modèle validé a ensuite été utilisé pour générer les graphiques de contours et de surfaces de réponse.

Ces représentations graphiques ont permis de visualiser les zones optimales pour maximiser le rendement en bioéthanol, en examinant les effets combinés des différents facteurs deux à deux. Les conditions opératoires idéales identifiées sont une température de 68°C, un rapport massique betterave/eau de 1 et une masse de levure de 4,91 g.

Cette étude a ainsi démontré l'efficacité de la méthodologie des surfaces de réponse et du plan Box-Behnken pour optimiser un procédé complexe de production d'un biocarburants en un nombre réduit d'expériences.

TROISIEME PARTIE :
CARACTERISATION ET CONTROLE DE
QUALITE

TROISIEME PARTIE :

CARACTERISATION ET CONTROLE DE QUALITE

INTRODUCTION

Dans le cadre de notre procédé de fabrication du bioéthanol, une série d'analyses rigoureuses sont effectuées pour garantir la qualité et la conformité du produit final. La caractérisation du bioéthanol a été réalisée en utilisant des techniques de chromatographie liquide haute performance et des tests physico-chimiques. Cet examen attentif ; réalisé aux laboratoires INPHA-MEDIS de Sidi Qassi El Tarf ; nous a permis d'obtenir des informations précieuses sur la composition, la pureté et la stabilité de notre bioéthanol et ont permet de comprendre avec précision les propriétés du produit et son adéquation à son utilisation prévue.

1. CARACTERISTIQUE PHYSICO-CHIMIQUE

Les caractéristiques physicochimiques du bioéthanol sont d'une grande importance pour évaluer sa qualité, sa performance et sa conformité aux normes industrielles et environnementales [36].

Les résultats de l'analyse ont montré que Les propriétés physicochimiques du bioéthanol que nous avons produit sont très similaires à celles de l'éthanol standard. C'est un liquide incolore, volatil, hygroscopique et miscible à l'eau et au chlorure de méthylène. Il a le même point d'ébullition et la même inflammabilité. Son aspect en solution est également identique. Sa densité est de 0,812, ce qui est conforme à la norme de densité pour l'éthanol qui est de 0,805 à 0,812.

Tableau 3.1. Les résultats d'analyse physicochimiques.

Analyse	Norme	Résultats
Aspect	Liquide incolore, limpide, volatile et inflammable, hygroscopique.	Conforme
Solubilité	Miscible à l'eau et au chlorure de méthylène.	Conforme
Densité	De 0.805 à 0,812	Conforme
Identification B	Conforme au spectre de référence	conforme
Identification	Il se forme un précipité jaune	conforme

D	dans les 30 min	
Aspect de la solution	La substance à examiner est limpide, et incolore comparée à l'eau R	conforme

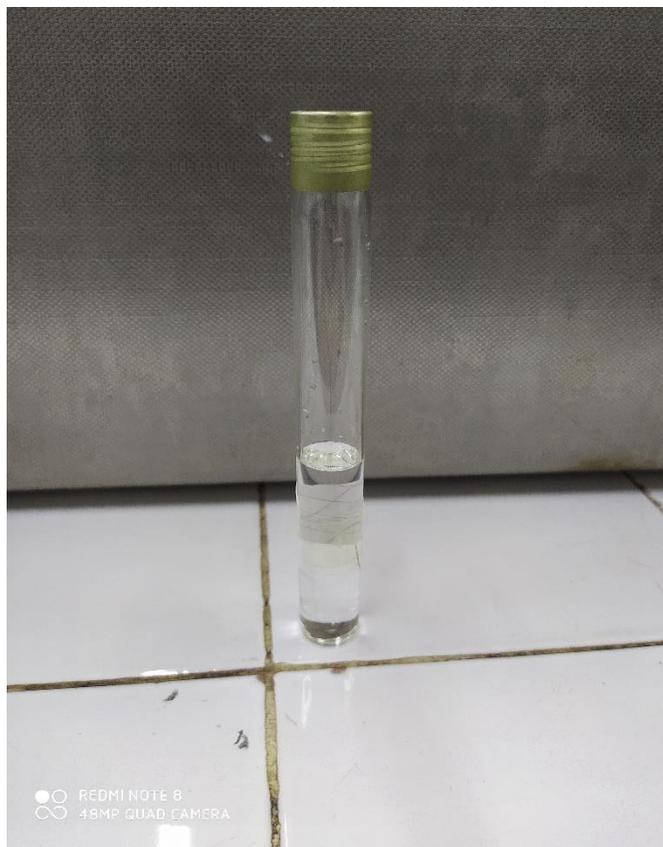


Figure 3.1. Echantillon du Bioéthanol produit au cours de notre travail.

2. L'ANALYSE DE L'ETHANOL PAR HPLC

C'est une technique de séparation des constituants d'un mélange liquide par chromatographie en phase liquide, utilisant de très hautes pressions pour accroître le débit et diminuer la durée de l'analyse [37].

2.1. LES PRINCIPES ETAPES DE L'ANALYSE DU BIOETHANOL PAR HPLC :

Préparation de l'échantillon : Dilution et filtration de l'échantillon de bioéthanol si nécessaire avant injection. [38]

A. Conditions chromatographiques : Choix de la phase mobile (généralement un mélange eau/solvant organique), de la colonne (phase inverse C18 par exemple), du débit et des conditions de température. [39]

B. Injection de l'échantillon et des standards : Injection de l'échantillon de bioéthanol et des standards d'éthanol, alcools supérieurs, esters, etc. en quantités connues. [40]

C. Séparation chromatographique : Les composés du bioéthanol sont séparés sur la colonne en fonction de leurs interactions avec la phase stationnaire et mobile. [41]

D. Détection et identification : Utilisation d'un détecteur (UV, indice de réfraction, etc.) pour détecter les composés séparés. Identification par comparaison des temps de rétention avec les standards. [42]

E. Quantification : Construction de courbes d'étalonnage à partir des standards et calcul des concentrations des composés dans le bioéthanol par rapport à leurs aires de pics. [43]

2.2. RESULTATS ANALYSE DES ECHANTILLONS DE BIOETHANOL PAR HPLC

L'axe des abscisses (x) représenterait le temps de rétention en minutes, tandis que l'axe des ordonnées (y) correspondrait à l'intensité du signal du détecteur (absorbance UV, indice de réfraction, etc.).

On voit plusieurs pics distincts :

A. Pics des standards de référence :

- Un pic pour l'éthanol de référence certifié à un temps de rétention spécifique.
- Des pics pour les autres standards comme les alcools supérieurs (ex : propanol, butanol), les aldéhydes (ex : acétaldéhyde), les esters (ex : acétate d'éthyle), etc.

B. Pics de l'échantillon de bioéthanol :

- Un pic principal correspondant à l'éthanol contenu dans le bioéthanol.
- D'autres pics pour les composés secondaires présents (alcools supérieurs, aldéhydes, etc.)

D'après l'analyse de la caractérisation par HPLC, on peut confirmer la production de l'éthanol à partir de la fermentation de la matière végétale.

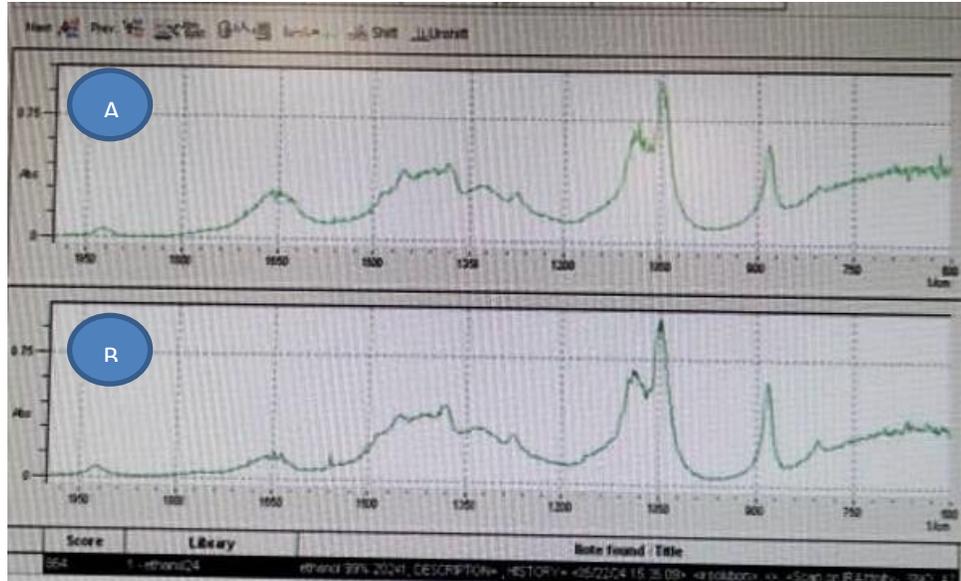


Figure 3.2. Analyse de bioéthanol par HPLC (a) S. Référence / (b) bioéthanol examiné.

3.TEST D'INFLAMABILITE

Le test d'inflammabilité d'un biocarburant vise à évaluer sa réaction au feu, sa capacité à s'enflammer et ses caractéristiques de combustion. Ces tests sont essentiels pour garantir la sécurité de l'utilisation des biocarburants et pour mesurer la vitesse de combustion. La **Procédure** est décrite comme suit :

1. Allumer le bioéthanol dans le brûleur.
2. Chronométrer la durée de combustion pour une quantité de 10 mL de biocarburant.
3. Calculer la vitesse de combustion

La flamme obtenue est de couleur bleu, ce qui confirme que le produit obtenu est de l'éthanol. La vitesse de combustion est calculée en divisant la quantité de carburant brûlé par le temps total de combustion. La vitesse de combustion de l'éthanol produit au cours de ce travail est de 5 ml/s. Une combustion lente peut indiquer une combustion plus contrôlée et stable, réduisant les risques d'explosion et permettant une libération d'énergie plus progressive.

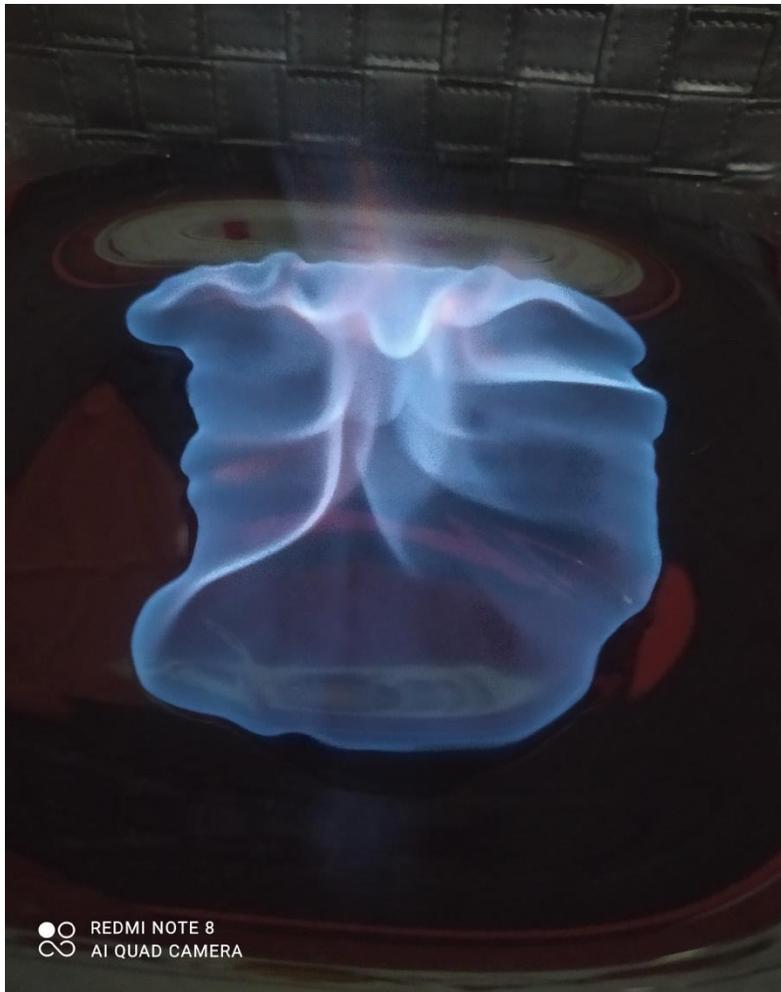


Figure 3.3. Test d'inflammabilité

CONCLUSION

Ce chapitre a permis de mener une série d'analyses approfondies sur l'éthanol biosourcé produit à partir de la fermentation de betteraves. Des propriétés physico-chimiques du produit ont été soigneusement examinées.

Les résultats ont démontré que l'éthanol obtenu présente des caractéristiques similaires à l'éthanol commercial dérivé de combustibles fossiles. Dans l'ensemble, ce produit peut être considéré comme une source prometteuse de biocarburant respectueux de l'environnement. Avec des améliorations supplémentaires du procédé, on peut s'attendre à une efficacité accrue et une meilleure viabilité

économique. Il est recommandé d'explorer des méthodes de traitement plus avancées pour éliminer les impuretés résiduelles et extraire un éthanol de haute pureté.

Cette étude démontre le potentiel de valoriser les déchets agricoles en une source d'énergie renouvelable, contribuant ainsi à la transition vers une économie plus durable et moins dépendante des combustibles fossile.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Cette étude a permis d'explorer une nouvelle voie prometteuse de valorisation des déchets de l'industrie betteravière en biocarburant, par la production de bioéthanol. Les résidus de betteraves sucrières, riches en glucides fermentescibles, représentent une source abondante et renouvelable de matière première pour ce biocarburant d'origine végétale.

Dans un premier temps, la méthodologie des plans d'expérience a été appliquée pour optimiser les rendements du procédé de bioproduction. Le plan Box-Behnken s'est avéré être un outil statistique particulièrement performant, permettant de modéliser les réponses par des surfaces quadratiques avec un nombre réduit d'essais expérimentaux. Cette approche a permis d'identifier les conditions opératoires optimales pour maximiser les rendements en bioéthanol.

Les analyses approfondies réalisées par HPLC et par la caractérisation des propriétés physico-chimiques ont confirmé la qualité du bioéthanol produit à partir de ces déchets betteraviers. Les caractéristiques mesurées sont conformes aux normes en vigueur pour l'utilisation de ce biocarburant, que ce soit en termes de pureté, de composition ou de propriétés fuel.

Au-delà de l'intérêt économique de valoriser ces résidus en un produit à haute valeur ajoutée, cette étude présente des bénéfices environnementaux notables. L'utilisation d'une biomasse résiduelle locale comme matière première contribue à réduire l'empreinte carbone du bioéthanol produit. De plus, ce procédé s'inscrit pleinement dans une démarche d'économie circulaire vertueuse.

La production optimisée de bioéthanol à partir des déchets de betterave constitue une filière prometteuse, durable et respectueuse de l'environnement pour la transition vers des sources d'énergies renouvelables. Cette valorisation des résidus betteraviers permet de conjuguer développement d'un biocarburant avec économie circulaire locale.

Pour des perspectives, nous proposons de réaliser :

- Une étude économique pour évaluer le cout approximatif de la bioproduction d'éthanol.
- Une étude comparative avec d'autre biocarburant.

REFERENCES

- [1] <https://www.ecologie.gouv.fr/biocarburants>
- [2] <https://www.ifpenergiesnouvelles.fr/enjeux-et-prospective/decrypter-les-energies-nouvelles/energies-renouvelables/biocarburants>
- [3] Perrin R. Scharff. J.P, «les biocarburants en France et en Europe >>; chimie industrielle: Lyon, 2005.
- [4] <https://www.connaissancedesenergies.org/fiche-pedagogique/biocarburants-de-premiere-generation>
- [5] <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/energies-th4/biomasse-biocarburants-et-combustibles-42505210/biocarburants-de-deuxieme-generation-av1715/>
- [6] <https://www.ifpenergiesnouvelles.fr/enjeux-et-prospective/decrypter-les-energies-nouvelles/energies-renouvelables/biocarburants-2eme-generation>
- [7] <https://www.planete-energies.com/fr/medias/decryptages/les-biocarburants-de-troisieme-generation>
- [8] <https://www.ifpenergiesnouvelles.fr/enjeux-et-prospective/decrypter-les-energies-nouvelles/energies-renouvelables/biocarburants-4eme-generation>
- [9] livre "Energie à partir de la biomasse" par Mohamed Fahmy
- [10] <https://www.britannica.com/technology/biomass>
- [11] <https://www.ademe.fr/expertises/produire-autrement/production-biosources/conversions-biomasse>
- [12] Chemical and Physical Characteristics of Ethanol and Hydrocarbon fuels.2011pp-35
- [13] Demirbas M.F., 2009. Biorafinerie for biofuel up grading a critical review. Appl. Energy, no86, pages 151-161.
- [14] Lestari S. et al., 2009.Transforming triglycerides and fatty acids into biofuel. ChemSusChem, 2(12), pages 1109-1119.
- [15] <https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.allaboutpiping.com%2F3g-bioethanol-production-process>

[16] <https://www.assurancesclavel.com/actualites/avantages-et-inconvenients-du-bioethanol/>

[17] J. Riess, "Intensification de la brique { \guillemotleft} fermentation alcoolique{ \guillemotright} de substrats betteraviers (et autres substrats) pour la production d'éthanol," Toulouse, INPT, 2012.

[18] <https://mapecology.ma/actualites/bioethanol-utilisations-cinq-questions-a-specialiste-biotechnologie/>

[19] Mosier, N., et al. "Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass." *Bioresource technology* 96.6 (2005) : 673-686.

[20] Alvira, P., et al. "Pretreatment technologies for an efficient bioethanol production process based on enzymatic hydrolysis: a review." *Bioresource technology* 101.13 (2010): 4851-4861.

[21] Chundawat, S.P.S., et al. "Deconstruction of lignocellulosic biomass to fuels and chemicals." *Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering* 2 (2011): 121-145.

[22] Paulova, L., et al. "Use of a mixture of glucose and xylose for simultaneous saccharification and fermentation of steam-pretreated wheat straw to ethanol." *Bioresource technology* 101.13 (2010): 4784-4792.

[23] Olofsson, K., et al. "A short review on SSF—an interesting process option for ethanol production from lignocellulosic feedstocks." *Biotechnology for biofuels* 1.1 (2008): 1-14.

[24] Humbird, D., et al. "Process design and economics for biochemical conversion of lignocellulosic biomass to ethanol." *Renewable Energy* 91 (2016): 508-515

[25] Stambury, P. F., et al. (1947). "Production of butanol and acetone from wheat straw hemicelluloses." *Industrial & Engineering Chemistry*, 39(6), 846-858.

[26] Spindler, D. D., et al. (1988). "Preliminary evaluation of ethanol production from wheat straw by simultaneous saccharification and fermentation." *Biotechnology and Bioengineering*, 31(6), 626-636.

[27] Srichuwong, S., et al. (2009). "Optimisation of operating conditions for alkaline peroxide pretreatment of rice straw using response surface methodology." *Bioresource Technology*, 100(24), 6624-6629.

- [28] Rasel, M. T., et al. (2019). "Optimization of ethanol production from pumpkin waste using genetically modified *Saccharomyces cerevisiae* via Box–Behnken design." *Renewable Energy*, 131, 109-117.
- [29] Saha, B. C., Iten, L. B., Cotta, M. A., & Wu, Y. V. (2005). Dilute acid pretreatment, enzymatic saccharification and fermentation of wheat straw to ethanol. *Process Biochemistry*, 40(12), 3693-3700.
- [30] Senthilraja, P., Kathiresan, K., & Saravanakumar, M. (2011). Bioethanol production by fermentation of pretreated rice straw. *Indian Journal of Science and Technology*, 4(2), 112-117.
- [31] Dey, P., & Chakrabarti, T. (2017). Optimization of process parameters for bioethanol production from jute dust using a statistical approach. *Renewable Energy*, 114, 1037-1046.
- [32] Muktham, R., Mediseti, N., Chippa, K., Bandikari, R., & Rentapalli, S. (2019). Optimization of ethanol production from mango waste by statistical approach. *Environmental Technology & Innovation*, 14, 100339.
- [33] wertz J. Prétraitement de la biomasse lignocellulosique. *Revue rencontre de labiomasse*. 2012 ; n09 ; pages 60-62.
- [34] Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France. 294 pages.
- [35] <https://www.laboratoires-roig.com/571-romarin-bio-huile-essentielle> (visiter le 19/03/2022)
- [36] Rapports techniques et guides de l'Agence Internationale de l'Energie (AIE) sur les biocarburants : "Renewable Energy Essentials: Biofuels
- [37] <https://www.chimieparistech.psl.eu/cours/chromatographie/chro-liq.html>
- [38] Ruiz-Matute et al. (2008). *Analytica Chimica Acta*, 627(2), 226-233.
- [39] Inês et al. (2010). *Journal of Food Composition and Analysis*, 23(5), 537-544.
- [40] Rodrigues et al. (2012). *Talanta*, 99, 571-577.
- [41] Kahoun et al. (2017). *Food Chemistry*, 233, 238-245.
- [42] Cortez et al. (2014). *Biomass and Bioenergy*, 70, 318-328.
- [43] Camara et al. (2007). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(11), 4501- 4508.

Annexe

CERTIFICAT D'ANALYSE
Bio ethanol

Matière : Bio ethanol

Analyse	Unité	Norme	Résultat
Aspect		liquide incolore, limpide, volatile et inflammable, hygroscopique	Conforme
Solubilité		miscible à l'eau et au chlorure de méthylène	Conforme
Teneur par (CPG):	%	De 95,1 à 96,9	NF
Identification :			Conforme
Identification A (Densité)		De 0,805 à 0,812	Conforme
Identification B (IR)		Conforme au spectre de référence	NF
Identification C		bleu intense qui pâlit après 10-15 min.	Conforme
Identification D		Il se forme un précipité jaune dans les 30 min	
Essais Physico-chimiques :			
Aspect de la solution		La substance à examiner est limpide, et incolore comparée à l'eau R	Conforme
Acidité ou alcalinité		le virage de l'indicateur au rose nécessite 1.0 ml d'hydroxyde de sodium 0,01 M	NF
Densité		De 0,805 à 0,812	0,812
Absorbance à 240 nm		au maximum 0,40	NF
de 250 nm à 260 nm		au maximum 0,30	
de 270 nm à 340 nm		au maximum 0,10	
Impuretés Volatiles	ppm	au maximum 300	
Résidu à l'évaporation	mg	au maximum 25	
Impuretés volatiles par (CPG):			
Méthanol	ppm V/V	au maximum 200	NF
Acétaldéhyde + acétal	ppm V/V	au maximum 10	NF
Benzène	ppm V/V	au maximum 2	NF
Total des autres impuretés	ppm	au maximum 300	NF

Resultat	<input checked="" type="checkbox"/>	Conforme	Responsable LCQ :
	<input type="checkbox"/>	Non-conforme	Date et Signature

Observations : NF=Non fait.

Pour des études universitaires


CHEPTOU KATK
 Chef Département Laboratoire
 Contrôle Qualité

