

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE



MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ KASDI MERBAH OUARGLA



Faculté des sciences appliquées

Département de Génie des procédés

Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

Présenté Par :

M^{lle} BENZAADA Ichrak

M^{lle} BENAMOR Hadjer

Thème :

**Valorisation du marc de café
- caractérisations et applications
(Adsorbant et inhibiteur de corrosion) -**

Devant le jury composé de :

M ^r CHAOUKI Mourad	MCA (UKM Ouargla)	Président
M ^{me} GUERDOUH Amel	MCB (UKM Ouargla)	Examinatrice
M ^{me} ZOBEIDI Naoual	MCB (UKM Ouargla)	Encadreur
M ^r TABCHOUCHE Ahmed	MCB (UKM Ouargla)	Co-encadreur

Année Universitaire : 2022/2023



Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,

A ma chère sœur Loubna, pour son encouragement permanent, et son soutien moral,

A mon cher frère Mouloud, pour son appui et son encouragement,

Et certainement à ma chère amie et binôme Hadjer, pour tous les moments de joie et de stress qu'on a passés ensemble,

Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infaillible,

Merci d'être toujours là pour moi

Ichirak





Dédicace

First of all, I want to thank Allah for giving me the ability and the patience to finish this work.

I dedicate this humble work:

To my dear Father, may Allah grant him healing and long life.

To my precious Mother, my number one supporter and my source of happiness.

To my brother "Abderezak", my hero and my role model in life.

To my sisters "Imane", "Sarah", and "Samira", who guide and support me in whatever I do.

To my two best friends "Amira" and "Hanine", who inspires me and I laugh with the most.

To my good friend "Fehrak", my binome who I shared with many laughs and challenges.

Thank you all, I promise that I will make you proud of me.

Hadjer



Remerciements

Avant tout, nous remercions Allah le tout puissant qui nous a donné l'envie et la force pour mener à terme ce travail.

Nous remercions nos encadreurs Dr **ZOBEIDI Naoual** et Dr **TABCHOUCHE Ahmed** pour leurs encouragements et leurs conseils. Nous vous exprimons nos respects et nos gratitude.

Nos sincères remerciements vont également à tous les membres du jury qui nous ont fait l'honneur de participer à l'évaluation de notre travail.

Nous adressons un remerciement particulier à monsieur le Pr **MENNOUCHE Djamel** le chef de département des génies des procédés, pour son accueil chaleureux et son aide très précieux.

Un remerciement spécial est adressé à M^{lle} **ZEGAIT Zineb**, et à M^r **KOUADRI Moulay Rachid**.

On remercie vivement le directeur de laboratoire de recherche Dynamique, interaction et réactivité des systèmes ou notre travail a été réalisé, ainsi que les membres de Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico- Chimiques CRAPC.



Résumé

Après la préparation du café, nous obtenons ce qu'on appelle le marc de café, qui est l'un des déchets organiques les plus précieux qui peuvent être utilisés dans de nombreux domaines différents en raison de ses spécificités lipidiques et vitales.

Cette étude fait partie de la valorisation des déchets naturels, le but de ce travail est de créer une recherche de référence sur ce produit secondaire, et de faire l'expérience de deux utilisations de ce produit dans deux domaines différents, dont l'un est une huile inhibitrice dans le domaine de corrosion, et aussi comme un adsorbant pour le bleu de méthylène.

Les résultats que nous avons obtenus de nos travaux expérimentaux montrent que les meilleurs résultats de l'huile de marc de café ont été obtenus lorsque la concentration était de 125ppm en contradiction avec l'huile à la concentration 500ppm. En ce qui concerne l'adsorbant, les deux types de marc de café ont donné de bonnes performances de l'adsorbance mais les échantillons de marc de café non calciné ont donné une meilleure efficacité.

Mots clés : Marc de café, inhibiteur de corrosion, adsorbant, extraction des huiles, calcination

Abstract

After preparing coffee we get what's called coffee waste, which is one of the most valuable organic waste that can be used in so many different fields due to its lipid and vital specificities.

This study is a part of the valorization of natural wastes. The purpose of this current work is to create a reference research on this secondary product, and to experience two uses of this product in two different fields, one of which is a corrosion inhibitor oil in the field of corrosion, as well as an adsorbant for the methylene blue.

The results that we obtained from our work show that the best results of coffee grounds oil were obtained when the concentration was 125ppm, in contradiction with the oil at the 500ppm concentration. As regards to both types of coffee waste gave good adsorbance performance, but the samples of non-calcined coffee waste gave better efficiency.

Key words : Waste coffee grounds, corrosion inhibitor, adsorbent, oils extraction, calcination

ملخص

بعد تحضير مشروب القهوة، نحصل على ما يسمى بتفل القهوة، وهي واحدة من أكثر النفايات العضوية قيمة والتي يمكن استخدامها في العديد من المجالات المختلفة نظرًا لخصائصها الدهنية والحيوية.

تدخل هذه الدراسة في إطار تّمين النفايات الطبيعية فالغرض من هذا العمل الحالي هو إنشاء بحث مرجعي حول هذا المنتج الثانوي، وتجربة استخدامين له في مجالين مختلفين أحدهما زيت مثبت لتأكل المعادن في هذا المجال وايضا كجسم ممتز لأزرق الميثيلان.

النتائج التي حصلنا عليها من عملنا تظهر انه تم الحصول على أفضل النتائج لزيت تفل القهوة عندما كان التركيز 125 جزء في المليون بما يتناقض مع الزيت عند تركيز 500 جزء في المليون. اما فيما يخص الجسم الممتز كان اداء كلا نوعي تفل القهوة للامتزاز كان جيدا، لكن عينات القهوة الغير المكلسنة أعطت كفاءة أفضل.

الكلمات المفتاحية : تفل القهوة، مثبت التأكل، ممتز، استخلاص الزيوت، تكليس



Liste des Tableaux

TABLEAU I.1 : CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DU MARC DE CAFE EN FONCTION DE L'HUMIDITE.	4
TABLEAU I.2 : COMPOSITION ELEMENTAIRE DU MARC DE CAFE.	5
TABLEAU I.3 : COMPOSITION MINERALE DU MARC DE CAFE.	5
TABLEAU I.4 : COMPOSITION CHIMIQUE DU MARC DE CAFE.	6
TABLEAU II.1 : PROPRIETES CHIMIQUES DE N-HEXANE.	12
TABLEAU II.3 : PROPRIETES DES PRODUITS CHIMIQUES UTILISES.	15
TABLEAU II.4 : CARACTERISATIONS DU BLEU DE METHYLENE.	19
TABLEAU II.5 : LES DIFFERENTS ECHANTILLONS DE MARC DE CAFE CALCINES ET NON CALCINES.	20
TABLEAU III.1 : RAPPORT DES PIQUES TIC.	22
TABLEAU III.2 : LES COMPOSANTS DE L'HUILE DU MARC DE CAFE.	22

Liste des figures

FIGURE I.1 : LE MARC DE CAFE.....	3
FIGURE I.2 : PROPRIETES DU MARC DE CAFE.	3
FIGURE I.3 : GRAIN DE MARC DE CAFE COMMERCIAL PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE.	4
FIGURE I.4 : SCHEMA DES DOMAINES D'UTILISATIONS DU MARC DE CAFE.	7
FIGURE I.5 : UTILISATION DU MARC DE CAFE DANS LE DOMAINE ALIMENTAIRE ET AGROALIMENTAIRE.	7
FIGURE I.6 : LE PROCEDE DE PRODUCTION DES BIOCARBURANTS A PARTIR DU MARC DE CAFE.....	8
FIGURE I.7 : UTILISATION DU MARC DE CAFE DANS LE DOMAINE PHARMACEUTIQUE.	8
FIGURE I.8 : PROCEDE DE PRODUCTION D'ADSORBANT A PARTIR DU MARC DE CAFE.	10
FIGURE II.1 : SCHEMA RECAPITULATIF DU TRAVAIL CONSACRE.	11
FIGURE II.2 : GRAINS DE CAFE ARABICA ET ROBUSTA.	11
FIGURE II.3 : LE MARC DE CAFE AVANT ET APRES LE SECHAGE.	12
FIGURE II.4 : EXTRACTEUR SOXHLET.....	13
FIGURE II.5 : EVAPORATEUR ROTATIF.....	13
FIGURE II.6 : L'APPAREIL DE GC/MS.	14
FIGURE II.7 : PREPARATION DES PIECES D'ACIER.....	16
FIGURE II.8 : LA PREPARATION DES DIFFERENTES CONCENTRATIONS DES SOLUTIONS UTILISEES.....	17
FIGURE II.9 : SCHEMA DE LA METHODE DE PERTE DE MASSE.	17
FIGURE II.10 : LA FORMATION D'UNE COUCHE SOMBRE SUR LA SURFACE DE L'ACIER.....	18
FIGURE II.11 : DEGAGEMENT DE GAZ DE LA SOLUTION D'HCL LORS DE L'IMMERSION DE L'ACIER.....	18
FIGURE II.12 : LES TUBES DES ECHANTILLONS AVANT L'ADSORPTION.....	20
FIGURE III.1 : UN FLACON CONTIENT DE L'HUILE DE MARC DE CAFE.....	21
FIGURE III.2 : RENDEMENT DE L'HUILE DE MC EN FONCTION DE NOMBRE DE CYCLES D'EXTRACTION.....	21
FIGURE III.3 : PROFIL CHROMATOGRAPHIQUE DE L'HUILE DE MARC DE CAFE.	22
FIGURE III.4 : LA PERTE DE MASSE (G) EN FONCTION DE TEMPS (H) DE L'ACIER X70.	23
FIGURE III.5 : LA PERTE DE MASSE (G) EN FONCTION DU TEMPS (H) DE L'ACIER ORDINAIRE.....	23
FIGURE III.6 : LA VITESSE DE CORROSION (G/MM ² .MIN) EN FONCTION DU TEMPS (MIN) DE L'ACIER X70.....	24
FIGURE III.7 : LA VITESSE DE CORROSION (G/MM ² .MIN) EN FONCTION DU TEMPS (MIN) DE L'ACIER ORDINAIRE.....	24
FIGURE III.8 : L'EFFICACITE INHIBITRICE (%) EN FONCTION DU TEMPS (MIN) D'ACIER X70.....	25
FIGURE III.9 : L'EFFICACITE INHIBITRICE (%) EN FONCTION DU TEMPS (MIN) D'ACIER ORDINAIRE.	25
FIGURE III.10 : L'INFLUENCE D'HUILE DE MARC DE CAFE SUR LES DIFFERENTES PIECES.....	26
FIGURE III.11 : ECHANTILLON QUI CONFIRME LE PHENOMENE D'ADSORPTION.....	27
FIGURE III.12 : LA CAPACITE D'ADSORPTION DU MARC DE CAFE CALCINE ET NON CALCINE PENDANT 1H.....	28
FIGURE III.13 : LA CAPACITE D'ADSORPTION DU MARC DE CAFE CALCINE ET NON CALCINE PENDANT 1H30.....	28
FIGURE III.14 : LA CAPACITE D'ADSORPTION DU MARC DE CAFE CALCINE ET NON CALCINE PENDANT 2H.....	28
FIGURE III.15 : LA CAPACITE D'ADSORPTION DU MARC DE CAFE CALCINE ET NON CALCINE PENDANT 2H30.....	29
FIGURE III.16 : LA CAPACITE D'ADSORPTION DU MARC DE CAFE CALCINE ET NON CALCINE PENDANT 3H.....	29
FIGURE III.17 : PRELEVEMENT DE LA SOLUTION ADSORBEE APRES UN MOIS.....	30

Liste des abréviations

MC : Marc de café.

BM : Bleu de Méthylène.

HCl : Acide chlorhydrique.

ppm : Partie par million.

l : Litre.

ml : Millilitre.

min : Minute.

h : Heure.

tr : tour.

g : Gramme.

mg : Milligramme.

kJ : Kilo joule.

kg : Kilo gramme.

kcal : Kilo calorie.

R% : Rendement.

Δm : Différence de masse / Masse perdue.

V_{cor} : La vitesse de corrosion.

I_{cor} : L'efficacité inhibitrice.

GC-MS : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

ISO : International standard organization.

Sommaire

INTRODUCTION	1
---------------------------	----------

CHAPITRE I : GENERALITE SUR LE MARC DE CAFE

I.1. DEFINITION DU MARC DE CAFE	3
I.2. PROPRIETES DU MARC DE CAFE	3
<i>I.2.1. Propriétés physiques</i>	<i>4</i>
<i>I.2.2. Propriétés chimiques</i>	<i>5</i>
<i>I.2.3. Propriétés bioactives</i>	<i>6</i>
I.3. DOMAINES D'UTILISATIONS DU MARC DE CAFE	6
<i>I.3.1. Industrie agroalimentaire et alimentaire</i>	<i>7</i>
<i>I.3.2. Energies et la production des biocarburants.....</i>	<i>8</i>
<i>I.3.3. Le domaine cosmétique et pharmaceutique</i>	<i>8</i>
<i>I.3.4. Domaine d'inhibition de corrosion</i>	<i>9</i>
<i>I.3.5. Domaine de production d'adsorbant</i>	<i>10</i>

CHAPITRE II : MATERIELS, METHODES ET MODE OPERATOIRE

II.1. PREPARATION DU MARC DE CAFE	11
<i>II.1.1. Récolte du marc de café</i>	<i>11</i>
<i>II.1.2. Séchage du marc de café.....</i>	<i>12</i>
II.2. PARTIE 1 : EXTRACTION DE L'HUILE DE MARC DE CAFE	12
<i>II.2.1. Matériels et équipements utilisés</i>	<i>12</i>
<i>II.2.2. Les propriétés des produits utilisés</i>	<i>12</i>
<i>II.2.3. Extraction de l'huile grasse du marc de café par soxhlet.....</i>	<i>13</i>
<i>II.2.4. Caractérisation de l'huile de marc de café (Analyse GC-MS).....</i>	<i>14</i>
II.3. PARTIE 2 : L'UTILISATION D'HUILE DE MARC DE CAFE COMME INHIBITEUR DE CORROSION.....	15
<i>II.3.1. Matériels et équipements utilisés</i>	<i>15</i>
<i>II.3.2. Les propriétés des produits utilisés</i>	<i>15</i>
<i>II.3.3. Préparation des pièces d'acier</i>	<i>16</i>
<i>II.3.4. Préparation du milieu corrosif.....</i>	<i>16</i>
<i>II.3.5. Préparation de la solution inhibitrice</i>	<i>17</i>
<i>II.3.6. Technique de perte de masse.....</i>	<i>17</i>

II.4. PARTIE 3 : L'UTILISATION DE MARC DE CAFE COMME ADSORBANT	19
<i>II.4.1. Matériels et équipements utilisés</i>	<i>19</i>
<i>II.4.2. Produits utilisés</i>	<i>19</i>
<i>II.4.3. Préparation des échantillons de marc de café</i>	<i>19</i>
<i>II.4.4. Préparation de la solution de Bleu de méthylène</i>	<i>20</i>
<i>II.4.5. Technique d'essai</i>	<i>20</i>

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. PARTIE 1 : EXTRACTION ET CARACTERISATION DE L'HUILE DE MARC DE CAFE.....	21
<i>III.1.1. Rendement d'extraction de l'huile de marc de café.....</i>	<i>21</i>
<i>III.1.2. Analyse chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse</i>	<i>22</i>
III.2. PARTIE 2 : ETUDE DE L'EFFET INHIBITEUR DE CORROSION DE L'HUILE DE MARC DE CAFE.....	23
<i>III.2.1. L'effet de perte de masse</i>	<i>23</i>
<i>III.2.2. Vitesse de corrosion.....</i>	<i>24</i>
<i>III.2.3. L'efficacité inhibitrice</i>	<i>25</i>
III.3. PARTIE 3 : L'ADSORPTION DE BLEU DE METHYLENE PAR LE MARC DE CAFE.....	27
<i>III.3.1. Essai de vérification de phénomène (adsorption ou absorption).....</i>	<i>27</i>
<i>III.3.2. L'effet d'adsorbants calcinés ou non calcinés de marc de café</i>	<i>28</i>
<i>III.3.3. Optimisation de temps d'adsorption de bleu de méthylène</i>	<i>30</i>
CONCLUSION.....	31

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXES





Introduction

Introduction

Aujourd'hui, le café est devenu une ressource économique vitale et représente le produit agricole le plus échangé en volume, ainsi que la seconde matière première la plus commercialisée au niveau mondial, juste après le pétrole. Il est également la deuxième boisson la plus consommée après l'eau. La composition du marc de café peut varier en fonction de la variété du café, du processus de production des grains de café verts, des conditions de torréfaction et des méthodes de préparation de la boisson [1]. Chaque année, la production de café dépasse les huit millions de tonnes [2], environ la moitié de ce café est destiné à la préparation du café moulu [3], ce qui génère une quantité importante de résidus solides appelés marc de café, ce qui a des répercussions néfastes tant sur l'environnement que sur l'économie.

Ces dernières années, une prise de conscience croissante de la nécessité de réduire les déchets a conduit à une recherche active sur les différentes méthodes de valorisation du marc de café [4]. Ce dernier peut être directement utilisé dans le compostage ou transformé en agropellets par combustion pour produire de l'énergie [5]. Le marc de café peut également être utilisé comme un adsorbant alternatif peu coûteux et facilement accessible, qu'il soit traité ou non, pour éliminer les colorants présents dans les solutions aqueuses, tels que le bleu de méthylène, ainsi que les métaux lourds tels que les ions de plomb présents dans l'eau potable [6].

D'autres recherches ont confirmé que le marc de café peut être utilisé comme agent chélateur pour augmenter la disponibilité du fer dans le sol pour les plantes [7]. Comme il est possible d'extraire jusqu'à 15 % de l'huile de marc de café en utilisant des solvants organiques [8]. Cette huile présente de nombreuses utilisations en raison de sa richesse en molécules à haute valeur ajoutée, tels que les diterpènes et les polysaccharides [9], qui peuvent être utilisés comme fibres alimentaires [10].

Le marc de café, renferme de nombreux éléments d'intérêt dont la valorisation permet d'obtenir différents produits. Par conséquent, la récupération et la valorisation du marc de café offrent des avantages considérables sur le plan environnemental et socio-économique. En valorisant le marc de café, nous contribuons à préserver l'environnement, à promouvoir la durabilité et à exploiter de manière plus efficace les ressources disponibles. Ces avantages comprennent la réduction de la pression exercée sur les ressources naturelles, la création d'emplois et le développement de nouveaux marchés [11].

L'objectif de notre travail est de valoriser et caractériser le marc de café dans le but de l'appliquer dans différents domaines tels que la corrosion et le traitement des eaux usées.



Tout d'abord, nous nous concentrons sur l'extraction de l'huile à partir du marc de café, qui est obtenu après un processus de séchage et d'extraction en utilisant l'appareil Soxhlet et l'hexane comme solvant. Cette huile extraite sera ensuite utilisée comme inhibiteur de corrosion, qui doit être à la fois économique, rentable et en accord avec les réglementations concernant l'environnement.

Par la suite, nous explorerons l'utilisation du marc de café en tant qu'adsorbant organique. Pour ce faire, nous testerons plusieurs échantillons de marc de café, certains sans extraction et d'autres soumis à différents cycles d'extraction (avec et sans calcination), dans une solution de Bleu de Méthylène.

Le travail présenté dans ce mémoire est structuré comme suit :

- Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur le marc de café et ses différents domaines d'utilisations.
- Le deuxième chapitre est dédié pour le matériel et les méthodes utilisés, et le mode opératoire.
- Le troisième et dernier chapitre est consacré aux discussions et résultats obtenus.
- On finit ce mémoire par une conclusion qui résume le travail fait et des recommandations.



CHAPITRE I :

Généralité sur le marc de café

Chapitre I : Généralité sur le marc de café

Le premier chapitre de ce mémoire se concentre sur la partie bibliographique. Nous y abordons la définition du marc de café, ses propriétés physiques, chimiques et bioactives, en plus de ses caractéristiques. Nous explorons également les différents domaines dans lesquels il peut être utilisé.

I.1. Définition du marc de café

Le marc de café est en effet considéré comme un déchet solide qui est produit après la consommation de café moulu [2]. Il s'agit des résidus restants des grains de café qui ont été torréfiés et moulus, puis infusés dans de l'eau chaude ou traités à la vapeur d'eau [12]. La composition chimique du marc de café est à la fois riche et variée, ce qui ouvre la possibilité de trouver des solutions de valorisation à forte valeur ajoutée dans différents domaines [13].



Figure I.1 : Le marc de café.

I.2. Propriétés du marc de café

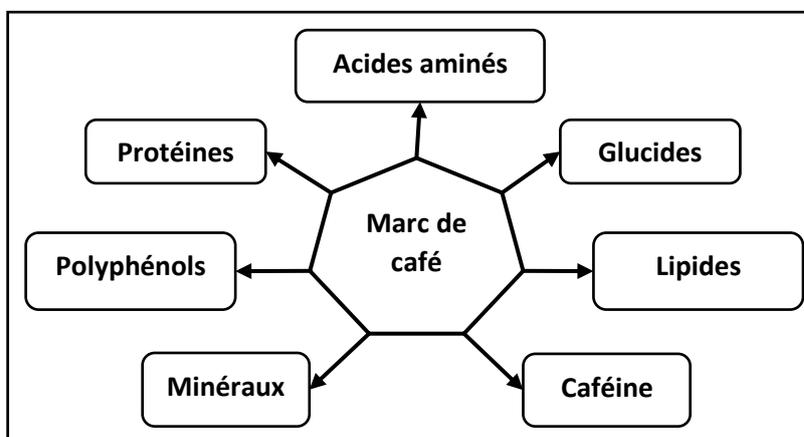


Figure I.2 : Propriétés du marc de café [14].

1.2.1. Propriétés physiques

Le marc de café a un taux d'humidité qui varie entre 55% et 80% [15]. Plus l'humidité est élevée, plus la croissance microbienne est favorisée, ce qui nécessite des stratégies de conservation optimales pour obtenir un produit de qualité. Cependant, ces stratégies peuvent entraîner des coûts supplémentaires de transport [12].

En ce qui concerne la morphologie des grains de marc de café, la figure I.3 illustre un grain de marc de café issu des commerces et prise par microscopie électronique à balayage.

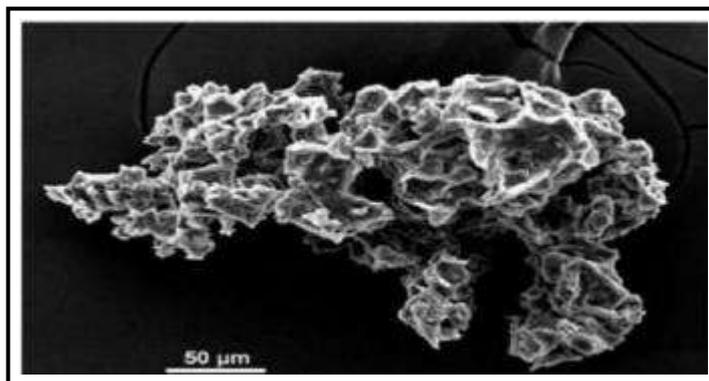


Figure I.3 : Grain de marc de café commercial par microscopie électronique à balayage [16].

Les grains de marc de café commercial ont un diamètre compris entre 50 et 100 µm, ce diamètre augmente avec le taux d'humidité, car les grains se collent ensemble pour former des agrégats plus gros. L'angle de talus des grains reste constant, indépendamment de l'humidité. Cela est important pour déterminer l'espace de stockage nécessaire une fois le marc de café récupéré [11]. En ce qui concerne leur porosité, les grains de marc de café ne possèdent pas de micropores. Et la surface des grains est chargée négativement [16].

Le tableau I.1 montre les caractéristiques physiques du marc de café en fonction de l'humidité.

Tableau I.1 : Caractéristiques physiques du marc de café en fonction de l'humidité [17].

Humidité (%)	Angle de talus (°)	Densité apparente	Densité réelle	Diamètre (µm)	Porosité
0.00	s.d	s.d	1.20	50-100	s.d
15.2	38.7	0.43	1.16	583	0.63
17.7	37.8	0.43	1.16	617	0.63
43.1	37.7	0.41	1.11	880	0.63

1.2.2. Propriétés chimiques

Le marc de café est principalement constitué de carbone [18]. Le tableau I.2 présente la proportion des principaux composés retrouvés dans le marc de café.

Tableau I.2 : Composition élémentaire du marc de café [19].

Composants	Composition (%)
Carbone (C)	49.7
Hydrogène (H)	s.d
Azote (N)	2.3
Oxygène (O)	s.d
Ratio H/C	s.d
C/N	22
Glucides ((CH ₂ O) _n)	45.3
Lipides (CH ₃ -(CH ₂) _n -COOH)	9.3 – 16.2
Protéines (NH-C α HR _n -CO-)	14
Minéraux	6800 mg/kg de matière sèche
Polyphénols (C ₇ H ₆ O ₂)	13-18 mg acides galliques

Le marc de café est principalement composé de glucides, en particulier de cellulose et d'hémicellulose. Selon les estimations, il contient 46,8% de mannose, 30,4% de galactose, 19% de glucose et 3,8% d'arabinose [20]. La teneur en lipides est relativement similaire dans les différents types de marc de café, ce qui facilite sa récupération et sa réutilisation [11].

Cependant, ces estimations pourraient être surestimées en raison de la présence d'autres composés azotés tels que la caféine et plusieurs acides aminés. En effet, le marc de café contient 17 acides aminés, dont les neuf acides aminés essentiels, représentant près de 50% de tous les acides aminés présents [21]. Les minéraux sont également présents dans le marc de café, avec une quantité plus élevée dans le marc de café destiné à l'expresso que dans celui destiné au café filtre [22]. Le tableau I.3 détaille les principaux minéraux du marc de café.

Tableau I.3 : Composition minérale du marc de café [23].

Minéraux	Potassium (K)	Phosphore (P)	Magnésium (Mg)	Calcium (Ca)	Fer (Fe)	Manganèse (Mn)	Cuivre (Cu)
Composition (mg/kg-ppm-)	8824 ± 4662	1534 ± 503	2201 ± 1341	349 ± 122	46 ± 21	27 ± 10	25 ± 12

La cellulose et hémicellulose (polysaccharides) et la lignine (composé polyphénolique) sont aussi des éléments abondants dans le marc de café [23], comme le montre le tableau I.4. Ce dernier est relativement riche en protéines, mais sa richesse en lignine peut constituer un facteur limitant pour son exploitation.

Tableau I.4 : Composition chimique du marc de café [20].

Composé chimique	Quantité (g/100g de matière sèche)
Cellulose	12.40
Hémicellulose	39.90
Lignine	23.90
Cendre	1.30

I.2.3. Propriétés bioactives

Le marc de café contient plusieurs tanins, tels que la catéchine, la gallocatéchine, la gallocatéchine gallate et l'acide chébulique [24]. Ces tanins ne sont pas les seuls antioxydants présents dans le marc de café, car il contient également d'autres polyphénols et de la caféine. La quantité de polyphénols varie entre 13 et 18 mg d'équivalent en acide gallique par gramme de marc de café [25]. Parmi ces polyphénols, les principaux composés sont les flavonoïdes, l'acide protocatéchique et l'acide chlorogénique qui est plus abondant dans le marc de café de type de grain Arabica que dans le marc de café de type de grain Robusta [11].

En ce qui concerne la caféine, sa quantité peut varier considérablement dans le marc de café commercial en raison de l'origine des plantes de café utilisés et des techniques d'extraction. Cependant, lors du processus de préparation du café expresso, environ 75 à 85% de la caféine est extraite, laissant dans le marc de café final une quantité de caféine de 15 à 25% de la quantité initiale. De manière générale, le marc de café de type de grain Robusta contient une quantité plus élevée de caféine, avec environ 753mg/100g de marc de café, par rapport au marc de café de type de grain Arabica qui contient environ 520mg/100g [26].

I.3. Domaines d'utilisations du marc de café

Chaque jour, des tonnes de marc de café sont gaspillées, ce qui a incité les chercheurs à explorer différentes méthodes de valorisation de ce déchet dans divers domaines.

Il existe plusieurs possibilités de valorisation et d'utilisation du marc de café, parmi lesquelles on retrouve :

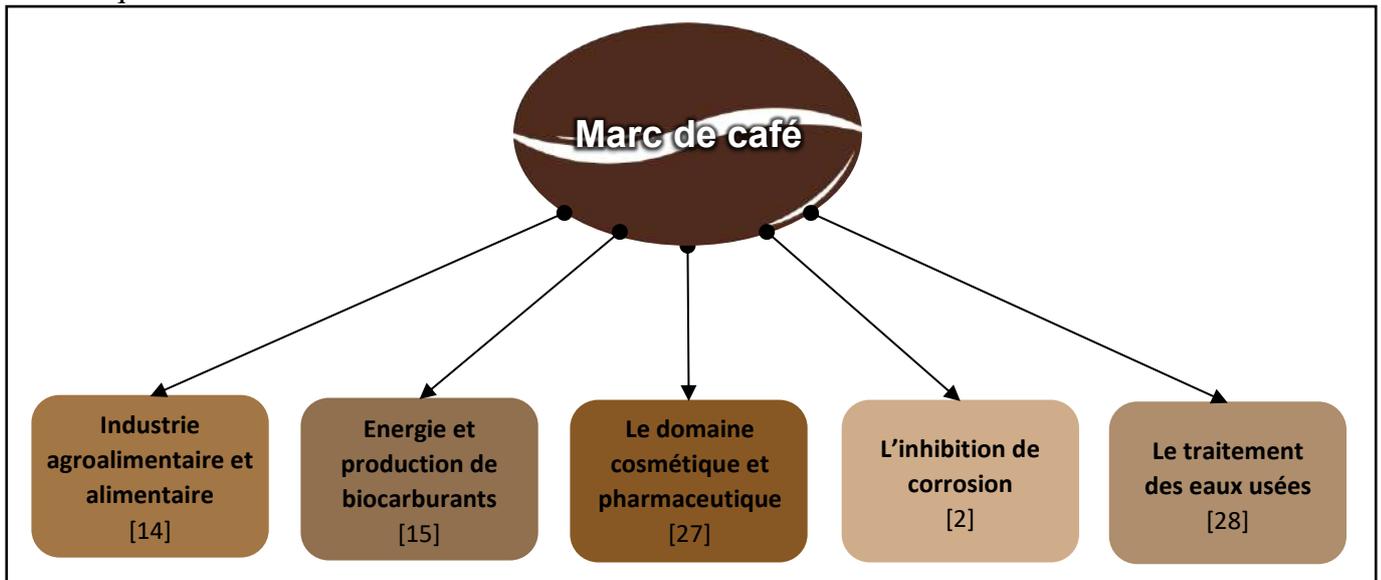


Figure I.4 : Schéma des domaines d'utilisations du marc de café.

I.3.1. Industrie agroalimentaire et alimentaire

Le marc de café peut être utilisé pour produire des caroténoïdes par culture de levure. Les caroténoïdes sont des composés d'intérêt, car ils sont utilisés dans l'industrie alimentaire (coloration), cosmétique et pharmaceutique [29]. De plus, le marc de café est très riche en nutriments utiles à la croissance des champignons : Le phosphore, l'azote et la cellulose sont associés à un pH acide, idéal pour la croissance de différents types de champignons. Il peut être utilisé pour cultiver des champignons sans aucun traitement préalable [30].

De nombreux composants du marc de café sont utilisés dans l'industrie alimentaire. En fait, le marc de café peut être utilisé pour fabriquer des spiritueux aromatisés au café [31]. Les polyphénols et les tanins présents dans le marc de café sont également des composés d'intérêt pour l'industrie agro-alimentaire. Ensuite, la teneur en protéines du marc de café rend possible son utilisation dans l'alimentation humaine [22]. En matière d'alimentation animale, le marc de café peut être incorporé dans l'alimentation des ruminants, porcs, poulets et lapins. Cependant, la forte teneur en lignine du marc de café limite cette option [23].

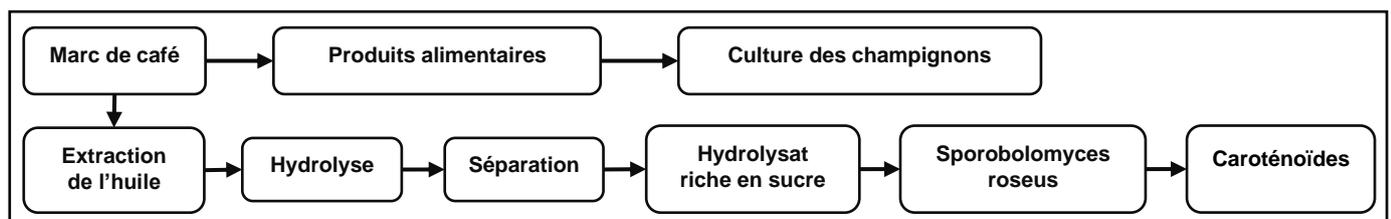


Figure I.5 : Utilisation du marc de café dans le domaine alimentaire et agroalimentaire [14].

1.3.2. Energies et la production des biocarburants

La production de différents biocarburants à partir du marc de café implique d'exploiter sa teneur en lipides. En effet, le pouvoir calorifique des particules en combustion produites par le marc de café est de 25240 kJ/kg, soit environ 6000 kcal/kg lorsque l'humidité est nulle. Cependant, certaines étapes sont nécessaires pour des performances optimales. La production de biocarburants nécessite un pré-séchage du marc de café. En effet, pour obtenir des solvants de bonne qualité dans la production de biocarburants (biodiesel, bioéthanol, bio huile), il faut éliminer l'eau. De plus, l'utilisation directe du marc de café comme particules de combustion nécessite de rechercher un équilibre hydrique pour améliorer les paramètres énergétiques des biocarburants.

De plus, la production de biodiesel, de bioéthanol, de bio huile et de granulés de combustion peut se faire après une étape de séchage [15].

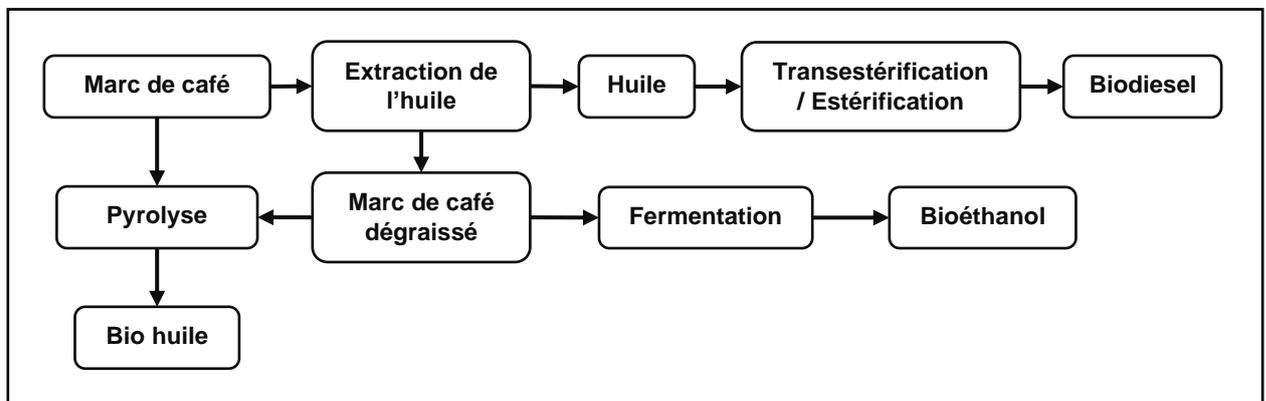


Figure I.6 : Le procédé de production des biocarburants à partir du marc de café [32].

1.3.3. Le domaine cosmétique et pharmaceutique

Le marc de café est idéal pour les amateurs de maquillage à la maison, le marc de café est un exfoliant naturel parfait. Il élimine les cellules mortes de la peau et améliore la texture de la peau. Le café est un mélange complexe de composés dont les effets sur la santé humaine ont fait l'objet de nombreuses études. Il est de plus en plus évident que certains types de café sont associés à des taux réduits de certains cancers, dont le cancer de la prostate. Des scientifiques japonais ont étudié les effets de deux composés présents dans le café, l'acétate de cafestol et le cafestol, sur les cellules cancéreuses de la prostate et chez les animaux. Ces deux hydrocarbures inhibent la croissance des cellules résistantes aux médicaments anticancéreux tels que le cabazitaxel. Le processus de fabrication détermine si ces composés restent dans le café après l'infusion (comme dans l'expresso) ou s'ils sont éliminés (si le café est filtré) [33].

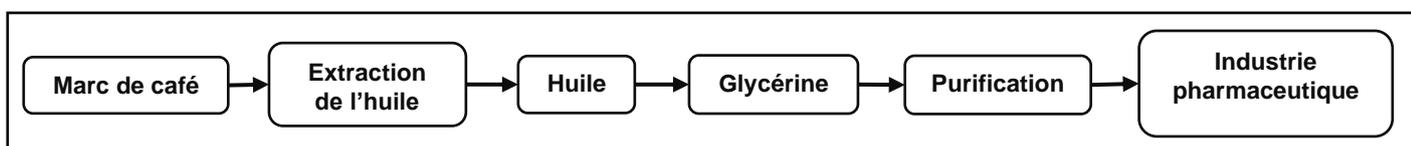


Figure I.7 : Utilisation du marc de café dans le domaine pharmaceutique [27].

Notre étude porte sur les deux domaines suivants :

I.3.4. Domaine d'inhibition de corrosion

La corrosion est la dégradation d'un métal due à une attaque chimique ou à une réaction avec son environnement. Il s'agit d'un problème persistant souvent difficile à éliminer complètement [34]. La définition officielle du terme dans la norme ISO 8044 est la suivante : « Les interactions physico-chimiques entre un métal et son milieu environnant entraînent des modifications des propriétés du métal et conduisent souvent à une dégradation fonctionnelle du métal lui-même, constituée de deux facteurs, son environnement ou le système technique » [35].

La corrosion affecte la plupart des secteurs industriels, coûtant potentiellement des milliards de dollars par an [36]. Par exemple, dans les processus industriels, les métaux sont exposés aux acides, qui agissent comme des agents corrosifs. Ces acides jouent un rôle important dans l'industrie, en particulier dans le raffinage du pétrole brut, le décapage, le nettoyage industriel, le décalaminage à l'acide et les procédés pétrochimiques [37].

Il existe plusieurs moyens de prévenir ou de retarder la corrosion des matériaux métalliques et l'utilisation d'inhibiteurs est l'une des meilleures techniques pour assurer leur protection au contact de milieux très agressifs tels que les milieux acides chlorhydriques [38]. Ces substances, lorsqu'elles sont ajoutées à de faibles concentrations dans des milieux corrosifs, réduisent ou empêchent la réaction des métaux avec leur environnement [34]. La plupart des composés synthétiques montrent de bons effets, mais ils sont très toxiques pour l'homme et l'environnement [39].

Par conséquent, en raison de préoccupations environnementales, les huiles végétales et les extraits sont de plus en plus considérés comme des sources vertes d'inhibiteurs de corrosion qui peuvent assurer une efficacité élevée à un prix moins cher [34].

Les inhibiteurs agissent comme une barrière entre le métal et le milieu (formation d'oxydes, formation de films minces, altération de la cinétique de réaction...) [40]. Ils fonctionnent par un processus d'adsorption en surface, appelé membrane protectrice, constitué d'une ou plusieurs chaînes hydrocarbonées et d'une partie polaire hydrophile constituée d'une ou plusieurs fonctions amines et de leurs dérivés [41]. La protection obtenue par un inhibiteur peut être permanente ou temporaire. Dans notre travail, nous étudierons l'effet inhibiteur de l'huile de marc de café.

I.3.5. Domaine de production d'adsorbant

Tous les solides utilisés comme adsorbants ont une structure microporeuse, ce qui leur confère une très grande surface active par unité de masse. Les adsorbants utilisés en pratique sont organiques (végétal ou animal) ou minéraux [42]. Ils peuvent être utilisés tels quels ou après un traitement d'activation visant à augmenter la porosité [43]. Le marc de café est une matière organique lignocellulosique recyclable qui peut être utilisée comme adsorbant sous sa forme brute ou après traitement [28].

De plus, le charbon est un adsorbant couramment utilisé dans de nombreuses applications domestiques et industrielles depuis des siècles [44]. Ils jouent un rôle important dans différents secteurs économiques. Ils sont également de plus en plus utilisés dans le domaine de la catalyse. La diversité des charbons en termes de composition chimique et de texture explique leur très large éventail d'applications [43]. Ils éliminent la couleur, la pollution, l'odeur, le goût et le chlore de l'eau, qu'elle soit potable, domestique ou industrielle. La qualité du charbon dépend aussi de la façon dont il est produit. Les performances du marc de café sont comparables ou supérieures à celles des adsorbants actuellement sur le marché [22]. Pour produire l'adsorbant à partir du marc de café, la caféine ne doit pas être préalablement extraite du marc de café. En fait, la caféine en tant que catalyseur joue un rôle important dans la préparation du charbon actif [45].

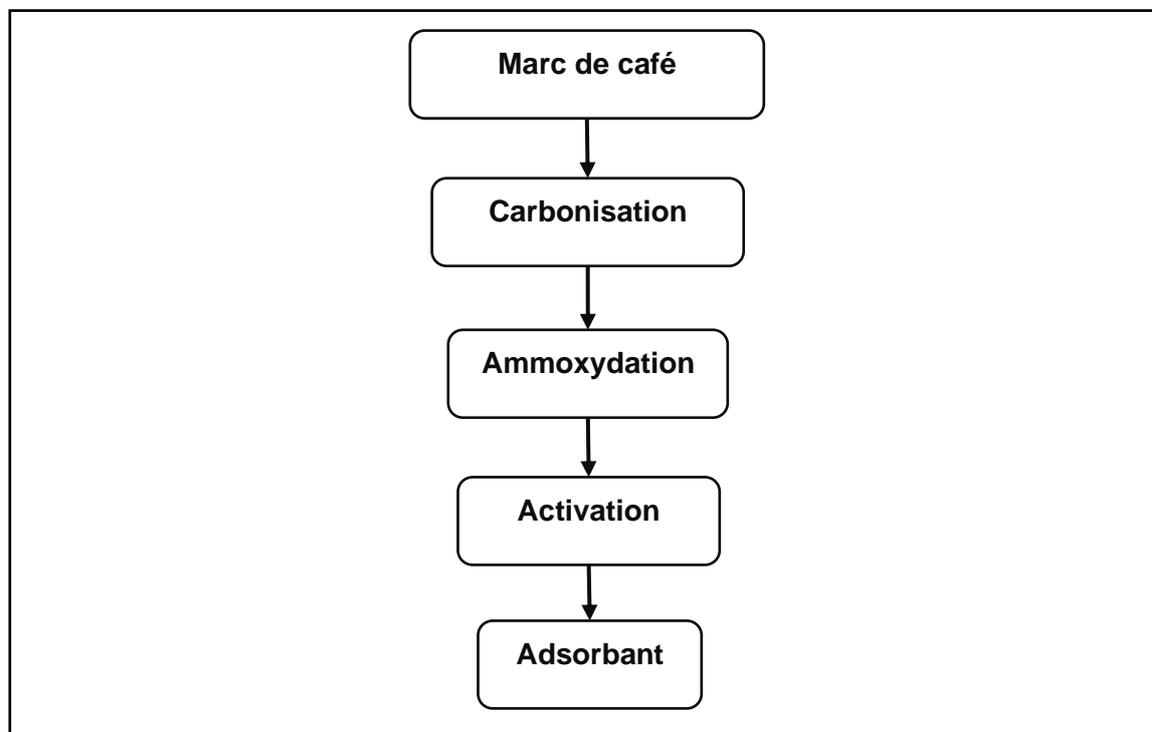


Figure I.8 : Procédé de production d'adsorbant à partir du marc de café [46].



CHAPITRE II :

Matériels, méthodes
et mode opératoire

Chapitre II : Matériels, méthodes et mode opératoire

Dans ce chapitre, nous présenterons une synthèse de notre étude expérimentale. Nous commencerons par décrire les matériaux et les équipements utilisés, ainsi que les différentes étapes de préparation des solutions et des échantillons. Ensuite, nous aborderons les techniques d'essais que nous avons employées dans le cadre de ce travail, et enfin présenter les méthodes d'analyses tels que la GC-MS et la spectrophotométrie...

Cette structure nous permettra de fournir une vision claire et structurée de notre méthodologie de recherche.

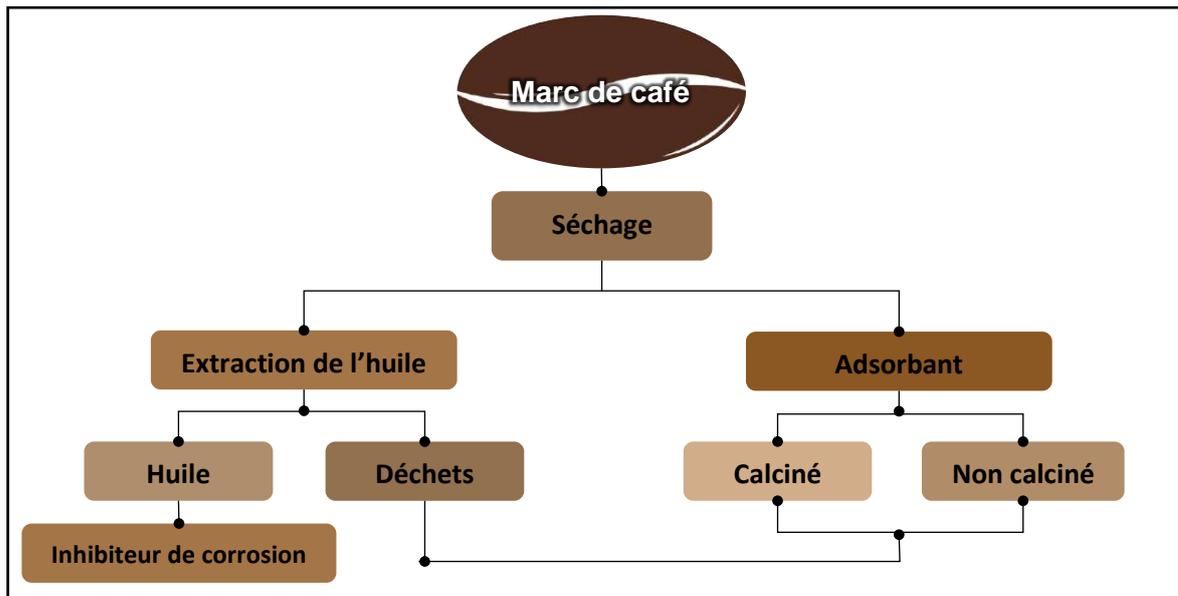


Figure II.1 : Schéma récapitulatif du travail consacré.

La première étape de notre travail est la préparation du marc de café.

II.1. Préparation du marc de café

II.1.1. Récolte du marc de café

Une enquête préliminaire a été menée auprès des cafétérias les plus fréquentes à Hassi Messaoud, wilaya de Ouargla en décembre 2022, afin de cibler le type de café le plus populaire et la quantité consommée par jour. Les informations collectées indiquent qu'il existe plusieurs types de café dans le marché algérien, le type de grain *Arabica* est le café le moins consommé à cause de son acidité élevée comparativement au deuxième type de grain *Robusta*.

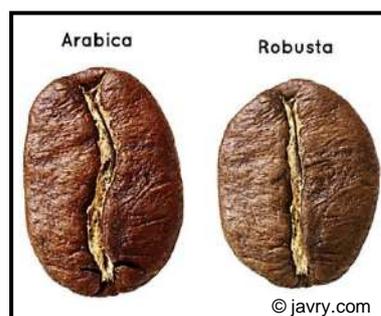


Figure II.2 : grains de café arabica et robusta.

II.1.2. Séchage du marc de café

On a placé le marc de café pour sécher à l'air libre dans un endroit sec à température qui varie entre ambiante (20°C-25°C) et loin de soleil pour ne pas avoir l'influence des rayons, pendant 1 mois. Une fois séché, le marc est stocké dans l'obscurité à température ambiante.

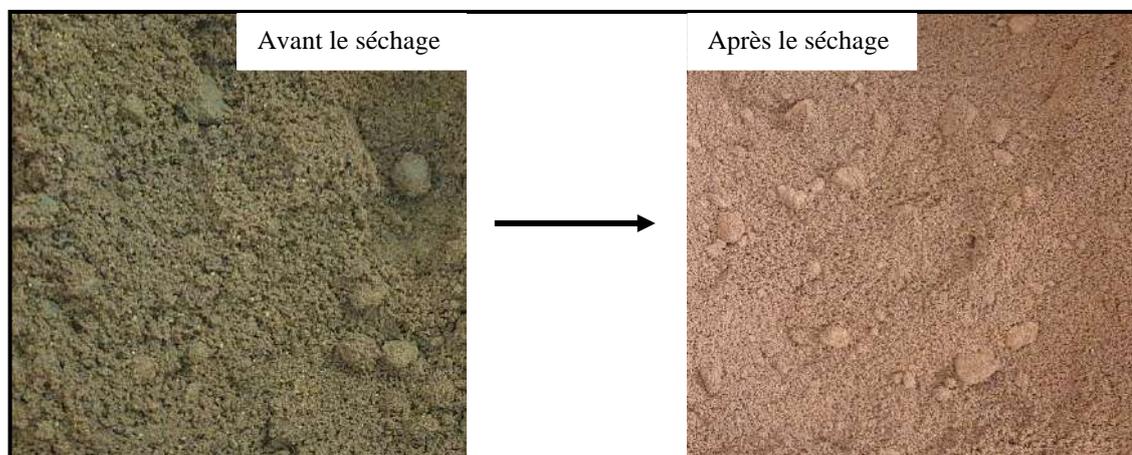


Figure II.3 : Le marc de café avant et après le séchage.

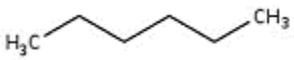
II.2. Partie 1 : Extraction de l'huile de marc de café

II.2.1. Matériels et équipements utilisés

- Extracteur Soxhlet.
- Evaporateur rotatif.
- Appareil GC/MS.
- Balance électronique.

II.2.2. Les propriétés des produits utilisés

Tableau II.1 : Propriétés chimiques de n-hexane.

Produits	Formule	Masse molaire (g/mol)	Densité à 20°C	Pureté (%)	Structure chimique
n-Hexane	C ₆ H ₁₄	86.18	0.661	99	
Marc de café					

Mode opératoire

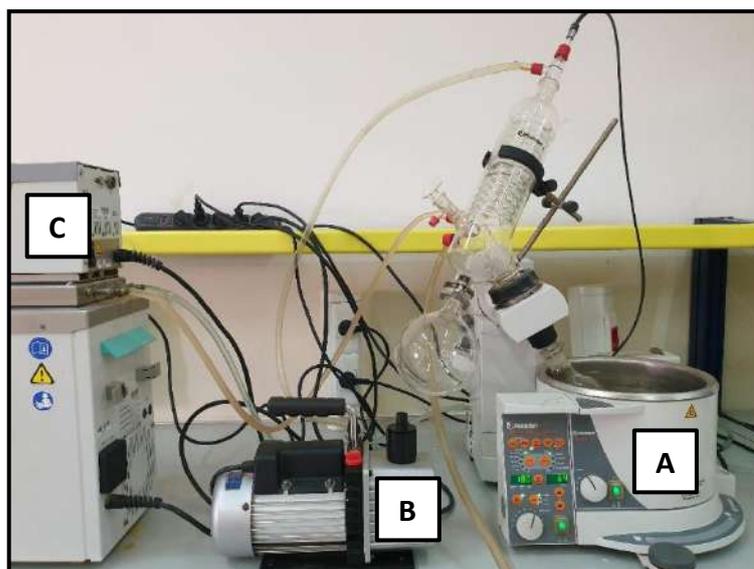
II.2.3. Extraction de l'huile grasse du marc de café par soxhlet

Une campagne de tests a été effectuée sur sept échantillons. Le temps d'extraction est respectivement 1h, 1h30, 2h, 2h30, 3h et 6h. Le cycle se fait selon trois étapes, ébullition (contacte d'échantillon avec le solvant pendant 10 min), rinçage (lavage pendant 30 min) et récupération (pendant 10 min).



Figure II.4 : Extracteur Soxhlet.

Le mélange est ensuite distillé au Rotavapeur pour séparer l'huile du solvant. L'extrait ainsi obtenu, est pesé et stocké dans un flacon en verre.



*Figure II.5 : Evaporateur rotatif.
(A) : Evaporateur rotatif – (B) : Pompe – (C) : thermostat.*

Le rendement en cette huile est calculé par la formule :

$$R\% = \frac{M_{\text{extrait}}}{M_{\text{marc}}} \times 100$$

R% : le pourcentage de rendement.

m_{extrait} : la masse de la fraction extraite (g).

m_{marc} : la masse de l'échantillon pris pour l'essai (g).

II.2.4. Caractérisation de l'huile de marc de café (Analyse GC-MS)

Cette analyse vise à séparer et à identifier les différents composés présents dans l'huile de marc de café en utilisant la chromatographie en phase gazeuse (GC) et la spectrométrie de masse (MS). Le processus commence par la dilution d'1 g d'huile de marc de café dans 10 ml d'Heptane (C₇H₁₆), puis les mélangés avec 0,1 ml d'Hydroxyde de potassium (KOH) méthanoïque avec agitation pendant 2 minutes. Cette étape est l'estérification.

On obtient ensuite 2 phases, la phase inférieure est composée de KOH et d'eau, tandis que la phase supérieure contient les esters. Une quantité de cette dernière est diluée pour être injectée dans l'appareil GC/MS.



Figure II.6 : L'appareil de GC/MS.

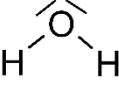
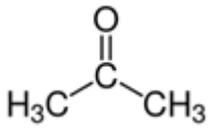
II.3. Partie 2 : L'utilisation d'huile de marc de café comme inhibiteur de corrosion

II.3.1. Matériels et équipements utilisés

- Balance électronique de précision 10^{-4} .
- Pièces d'acier X70 et ordinaire.
- Verrerie de laboratoire : béchers, fiole, entonnoir...
- Papier abrasif de différentes granulométries, papier absorbant, tiges, fil...

II.3.2. Les propriétés des produits utilisés

Tableau II.2 : Propriétés des produits chimiques utilisés.

Produit	Acide chlorhydrique	Eau distillée	Acétone	Huile de marc de café
Formule	HCl	H ₂ O	CH ₃ COCH ₃	
Masse molaire (g/mol)	36.46	18	58.08	
Densité à 20°C	1.18	1	0.79	
Pureté (%)	37	100	100	
Structure chimique	H-Cl			

Mode opératoire

II.3.3. Préparation des pièces d'acier

La préparation des surfaces des pièces a été réalisée en suivant plusieurs étapes rigoureuses. Tout d'abord, nous avons utilisé du papier abrasif de différentes porosités respectivement 60, 100, 220, 400, 600, 800 et 1200 pour le ponçage des surfaces (figure II.6-B), suivi d'un rinçage avec de l'eau distillée. Ensuite un nettoyage des surfaces à l'acétone afin d'éliminer toute trace d'eau. Et enfin un séchage avec du papier absorbant (figure II.6-C), pour obtenir le résultat d'une surface finie à l'état miroir (figure II.6-D).

Une fois la préparation de l'état de surface terminée, nous avons procédé à la mesure des dimensions des échantillons à l'aide d'un pied à coulisse (figure II.6-E). Cette étape nous a permis de calculer la surface des échantillons. Ensuite, nous avons utilisé une balance de précision pour mesurer la masse initiale des échantillons (m_0) (figure II.6-F).

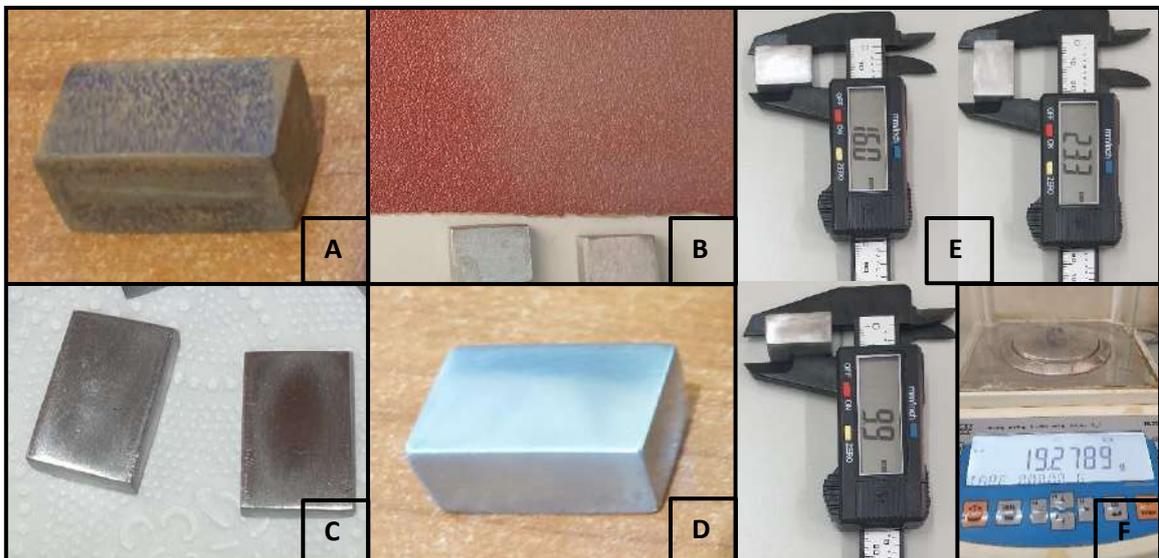


Figure II.7 : Préparation des pièces d'acier.

(A) La pièce d'acier avant polissage - (B) Pendant le polissage - (C) Pendant le séchage - (D) La surface finale de la pièce - (E) Mesure des dimensions - (F) Mesure du poids.

II.3.4. Préparation du milieu corrosif

Le milieu corrosif qui a été utilisé est l'acide chlorhydrique (HCl) à une concentration de 1M. Cet acide cause la dégradation des métaux, soit par des réactions chimiques ou électrochimiques. La solution a été préparée dans une fiole jaugée d'une capacité d'1l à partir d'une solution d'HCl commerciale à 37% en mélangeant 89.7g avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Cette solution est bien agitée afin d'avoir une solution homogène.

II.3.5. Préparation de la solution inhibitrice

Tout d'abord, nous avons commencé par la préparation de la solution initiale en mélangeant 0,5g d'huile de marc de café avec la solution précédente d'HCl dans une fiole d'1l, jusqu'à atteindre le trait de jauge pour obtenir une solution inhibitrice à 500ppm de concentration.

Ensuite, pour obtenir les solutions inhibitrices finales à différentes concentrations, nous devons mélanger respectivement les quantités 100ml, 75ml, 50ml, 25ml, 0ml de la solution inhibitrice avec les quantités correspondantes (0ml, 25ml, 50ml, 75ml, 100ml) de la solution d'HCl dans des béchers de 100ml, pour obtenir en finale des solutions inhibitrices à des concentrations de 500ppm, 375ppm, 250ppm, 125ppm et 0ppm respectivement.

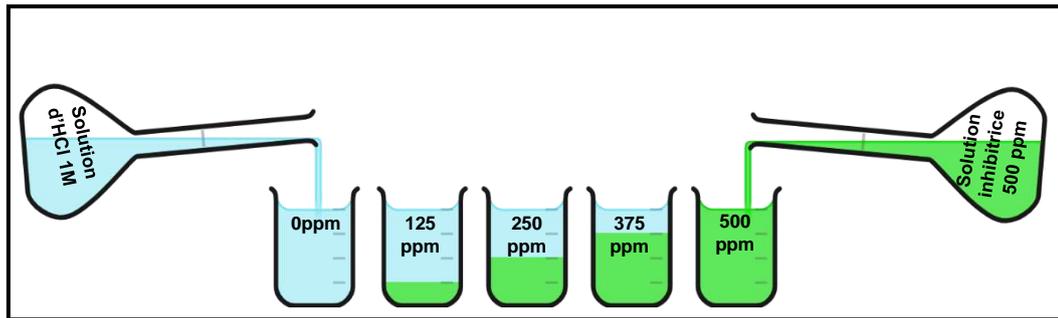


Figure II.8 : Schéma explicatif de la préparation des différentes concentrations des solutions utilisées (Avec et sans inhibiteur de corrosion -huile de marc de café-).

II.3.6. Technique de perte de masse

Cette technique consiste à faire immerger les pièces dans la solution inhibitrice à différentes concentrations et pendant des durées variables de 1h avec un pas d'une heure jusqu'à 8h. Après chaque essai, les échantillons ont été nettoyés, lavés avec l'eau distillée et rincés avec l'acétone puis séchés et pesés pour avoir la masse finale (m_1) afin de déterminer l'efficacité inhibitrice de l'huile de marc de café.

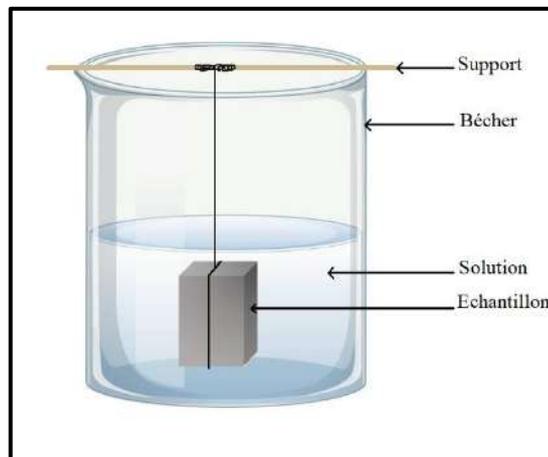


Figure II.9 : Schéma de la méthode de perte de masse.

La formule suivante a été utilisée pour calculer la perte de masse :

$$\Delta m = m_0 - m_1$$

Δm : la masse perdue ou le taux de corrosion de l'échantillon (g).

m_0 : la masse de l'échantillon avant immersion (g).

m_1 : la masse de l'échantillon après immersion (g).

On peut après calculer la vitesse de corrosion avec la formule suivante :

$$V_{cor} = \frac{\Delta m}{St}$$

V_{cor} : la vitesse de corrosion.

Δm : la masse perdue (g).

S : la surface de l'échantillon (mm²).

t : le temps d'immersion (h).

L'efficacité inhibitrice est déterminée par la formule suivante :

$$I_{cor}\% = \frac{V_0 - V_{inh}}{V_0} \times 100$$

$I_{cor}\%$: l'efficacité inhibitrice.

V_0 : vitesse de corrosion en milieu acide sans inhibiteur.

V_{inh} : vitesse de corrosion en milieu acide avec inhibiteur.

Au cours de l'expérience, on a remarqué un dégagement de gaz et la formation d'une couche sombre sur la surface d'acier.

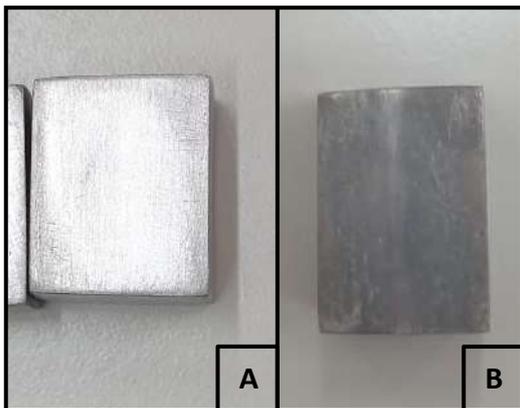


Figure II.11 : La formation d'une couche sombre sur la surface de l'acier.
(A) : L'acier avant l'immersion.
(B) : L'acier après l'immersion.

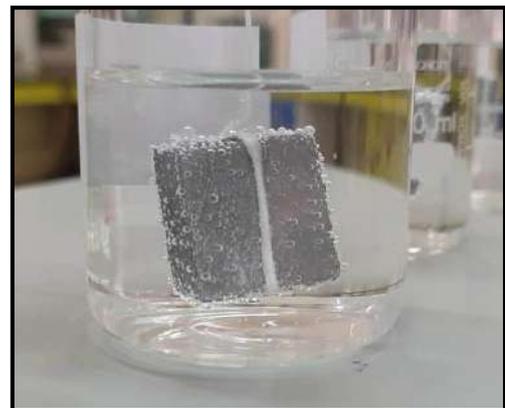


Figure II.10 : Dégagement de gaz de la solution d'HCl lors de l'immersion de l'acier.

II.4. Partie 3 : L'utilisation de marc de café comme adsorbant

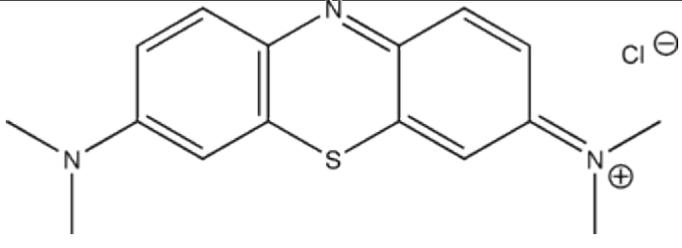
II.4.1. Matériels et équipements utilisés

- Four à moufle compact NABERTHERM (30-3000°C).
- Agitateur vibrant.
- Spectrophotomètre SP-3000nano.
- Balance électronique de précision 10^{-4} .
- Verreries de laboratoire : fiole, tubes à essais, seringue...
- Différents échantillons de marc de café.
- Eau distillée.

II.4.2. Produits utilisés

- Différents échantillons de marc de café.
- Eau distillée.
- Bleu de méthylène (caractérisation dans le tableau II.4).

Tableau II.3 : Caractérisations du bleu de méthylène.

Formule chimique	$C_{16}H_{18}N_3ClS$
Masse molaire (g/mol)	319.85
Solubilité dans l'eau distillée	Élevé
λ max	665
Structure chimique	

Mode opératoire

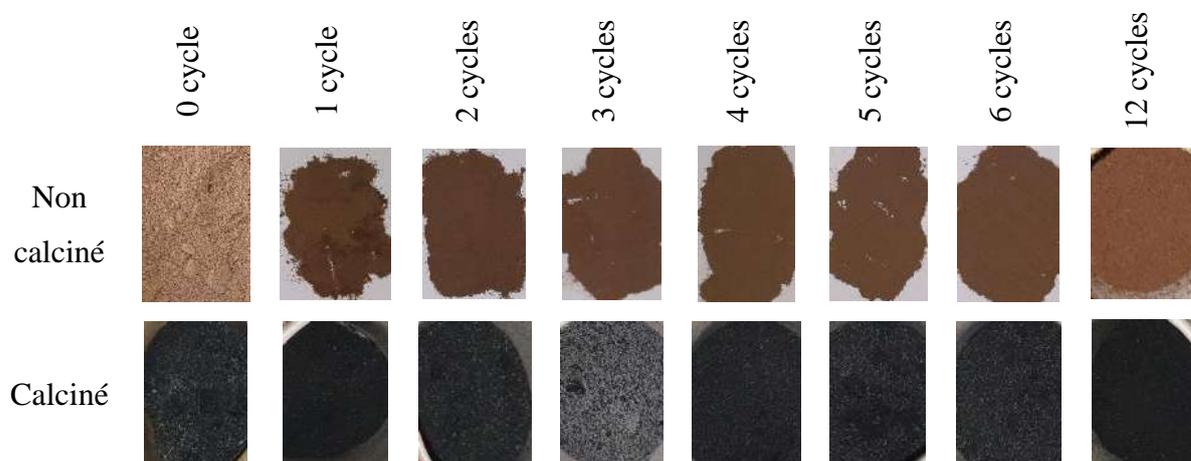
II.4.3. Préparation des échantillons de marc de café

Pour pouvoir essayer différents adsorbants, chaque échantillon de marc de café récupéré de l'appareil Soxhlet après plusieurs cycles d'extraction a été séché individuellement. Ce séchage a été réalisé à l'air libre, permettant ainsi d'obtenir un marc de café sec et prêt à être utilisé dans l'étape suivante, qui est la calcination.

La moitié de la quantité de chaque échantillon de marc de café a été mise dans des tasses en verres pour effectuer la calcination, plus un échantillon de marc de café brut (sans extraction), ils ont été mis ensuite dans le four à moufle à 450°C pendant 2h.

Nous avons donc obtenu un total de 16 échantillons d'adsorbants dont 8 échantillons sont calcinés et 8 échantillons non calcinés. Cette diversité nous permettra d'évaluer l'efficacité des différents adsorbants.

Tableau II.4 : Les différents échantillons de marc de café calcinés et non calcinés.



II.4.4. Préparation de la solution de Bleu de méthylène

La solution a été préparée par dissolution de 0.05g de bleu de méthylène dans 1l d'eau distillée pour avoir une solution de 50ppm de concentration.

II.4.5. Technique d'essai

Dans des tubes à essais de capacité 5ml, 0.03g des échantillons de marc de café ont été mises dans des solutions de 3ml de bleu de méthylène (BM) (50ppm). Le mélange est maintenu à une température ambiante sous agitation constante 300 tr/min pendant différentes durées de 1h jusqu'à 3h avec un pas de 30 min. Un prélèvement a été réalisé sur le surnageant contenant le BM résiduel (non adsorbé) qui sera estimé par dosage colorimétrique à 665nm, par le spectrophotométrie.



Figure II.12 : Les tubes des échantillons avant l'adsorption.



CHAPITRE III :

Résultats et discussions

Chapitre III : Résultats et discussions

Ce chapitre est dédié à la présentation des résultats de notre étude et leur discussion. Ce chapitre est divisé en trois parties principales, la première partie relative à l'extraction de l'huile de marc de café par l'extracteur soxhlet. La seconde partie est pour présenter les résultats de l'étude de l'effet inhibiteur de corrosion de cette huile. Et la dernière partie est pour les résultats de la comparaison entre les différents échantillons d'adsorbant à base de marc de café.

III.1. Partie 1 : Extraction et caractérisation de l'huile de marc de café

III.1.1. Rendement d'extraction de l'huile de marc de café

Nous rappelons que l'extraction de l'huile de marc de café a été effectuée avec l'extracteur soxhlet. Le rendement de notre huile de marc de café a été calculé en fonction de la masse de la matière végétale utilisée. La figure III.1 présente l'huile de marc de café obtenu :

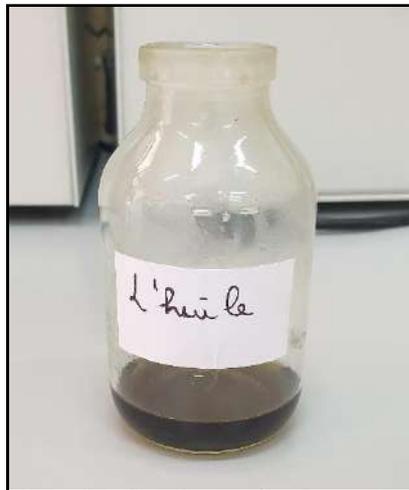


Figure III.1 : Un flacon contient de l'huile de marc de café.

Les résultats obtenus sont résumés dans la figure suivante :

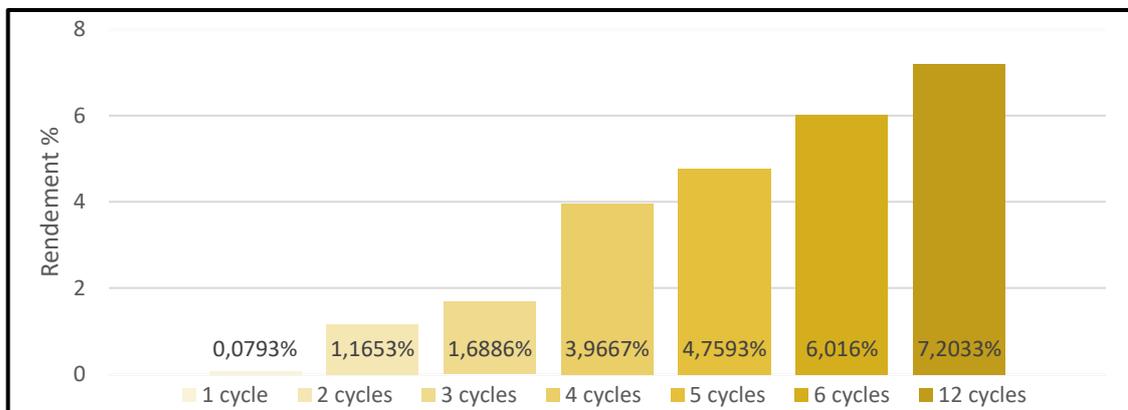


Figure III.2 : Rendement de l'huile de marc de café en fonction de nombre de cycles d'extraction.

Ces résultats montrent clairement que plus on augmente le nombre de cycles d'extraction, plus le rendement augmente.

III.1.2. Analyse chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

Les résultats des analyses réalisées par GC/MS sont résumés dans la figure III.3 et les tableaux III.1 et III.2 ci-dessous :

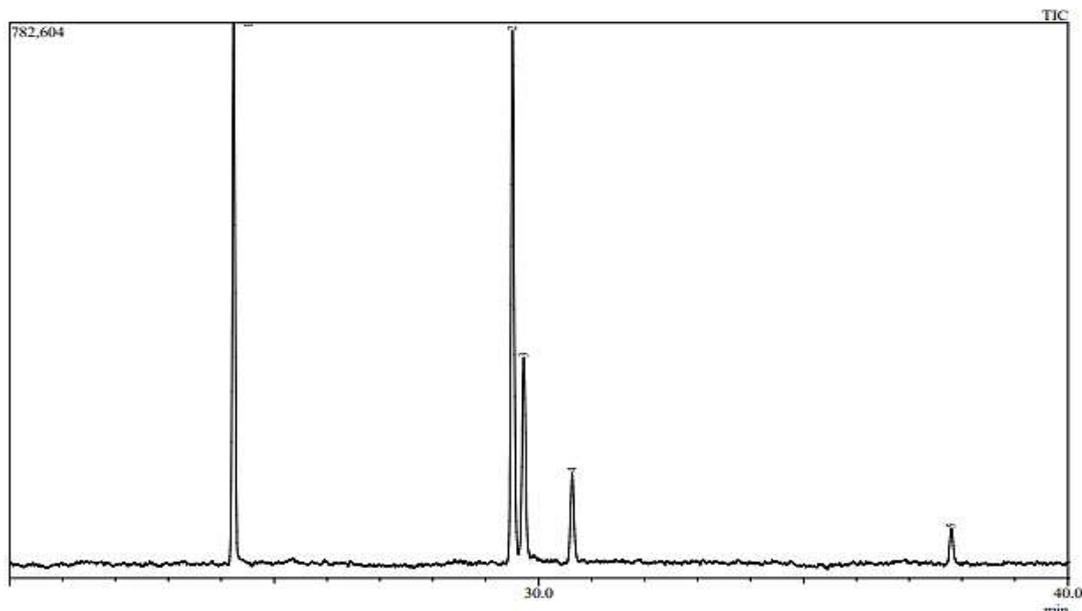


Figure III.3 : Profil chromatographique de l'huile de marc de café.

Tableau III.1 : Rapport des pics TIC.

N° de pique	R.temps (min)	Surface	Surface %	Longueur	Longueur %
1	24.238	2742460	34.13	759778	38.58
2	29.504	3129482	38.95	750271	38.10
3	29.717	1363968	16.98	285492	14.50
4	30.633	580672	7.23	125549	6.38
5	37.798	217776	2.71	48063	2.44
Total	/	8034358	100.00	1969153	100.00

Tableau III.2 : Les composants de l'huile du marc de café.

N° de pique	Nom du composant	Formule	Structure chimique
1	Hexadecanoic acid, methyl ester	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	
2	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	
3	9-Octadecenoic acid, methyl ester, (E)-	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	
4	Methyl stearate	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	
5	Methyl 18-methylnonadecanoate	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	

III.2. Partie 2 : Etude de l'effet inhibiteur de corrosion de l'huile de marc de café

Au cours de cette section de l'étude, nous avons évalué plusieurs paramètres relatifs à la corrosion, tels que la perte de masse, la vitesse de corrosion (V_{cor}), et l'efficacité inhibitrice ($I_{cor}\%$).

Ces évaluations ont été effectuées à température ambiante en l'absence et en présence de l'inhibiteur, qui consistait en l'extrait d'huile de marc de café, à différentes concentrations, et différents temps d'immersion. Les résultats obtenus se présentent dans les figures ci-dessous.

III.2.1. L'effet de perte de masse

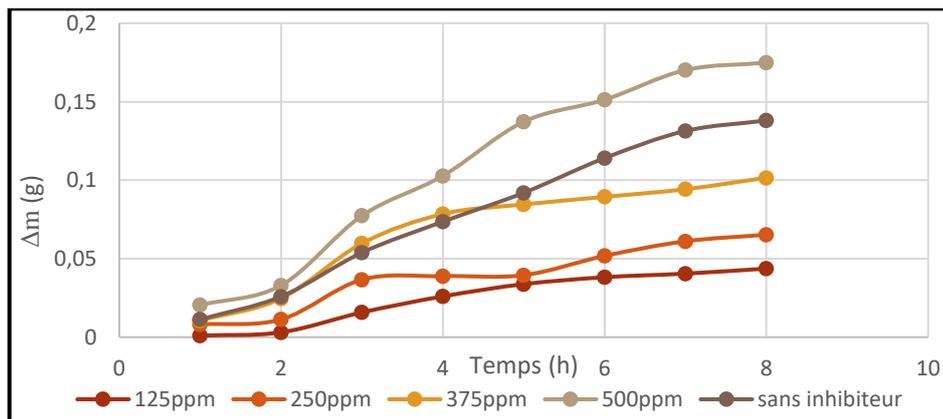


Figure III.4 : La perte de masse (g) en fonction de temps (h) de l'acier X70.

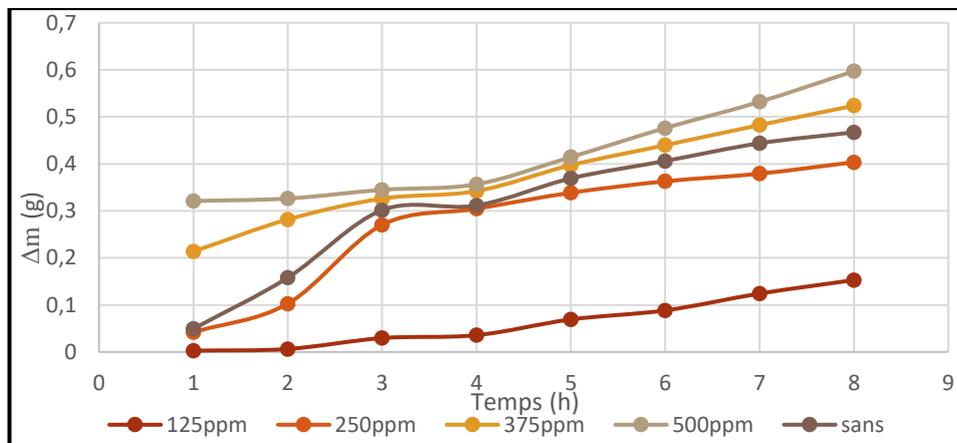


Figure III.5 : La perte de masse (g) en fonction du temps (h) de l'acier ordinaire.

D'après les résultats des figures (III.4-III.5), on peut remarquer que la meilleure concentration est celle de 125ppm, suivi par la concentration 250 ppm, où la perte de masse était minimale par rapport aux autres concentrations comme 500 ppm, où la perte de masse était plus importante que dans la solution sans inhibiteur. Cette constatation suggère que l'huile extraite présente de bonnes propriétés inhibitrices contre la corrosion de l'acier lorsqu'elle est utilisée à la bonne concentration. Cependant, il convient de noter que des concentrations élevées de cette huile peuvent agir comme un catalyseur de corrosion, entraînant une augmentation de la perte de masse de l'acier (X70/ordinaire).

III.2.2. Vitesse de corrosion

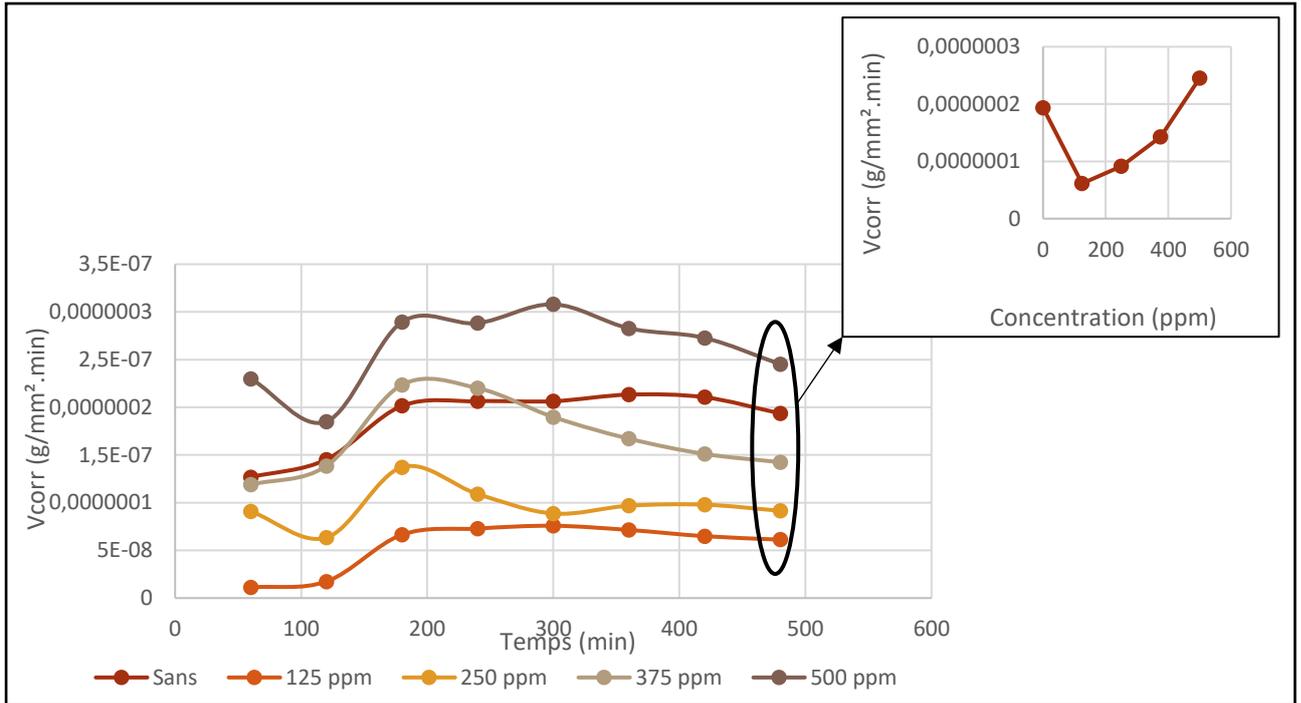


Figure III.6 : La vitesse de corrosion ($g/mm^2 \cdot min$) en fonction du temps (min) de l'acier X70.

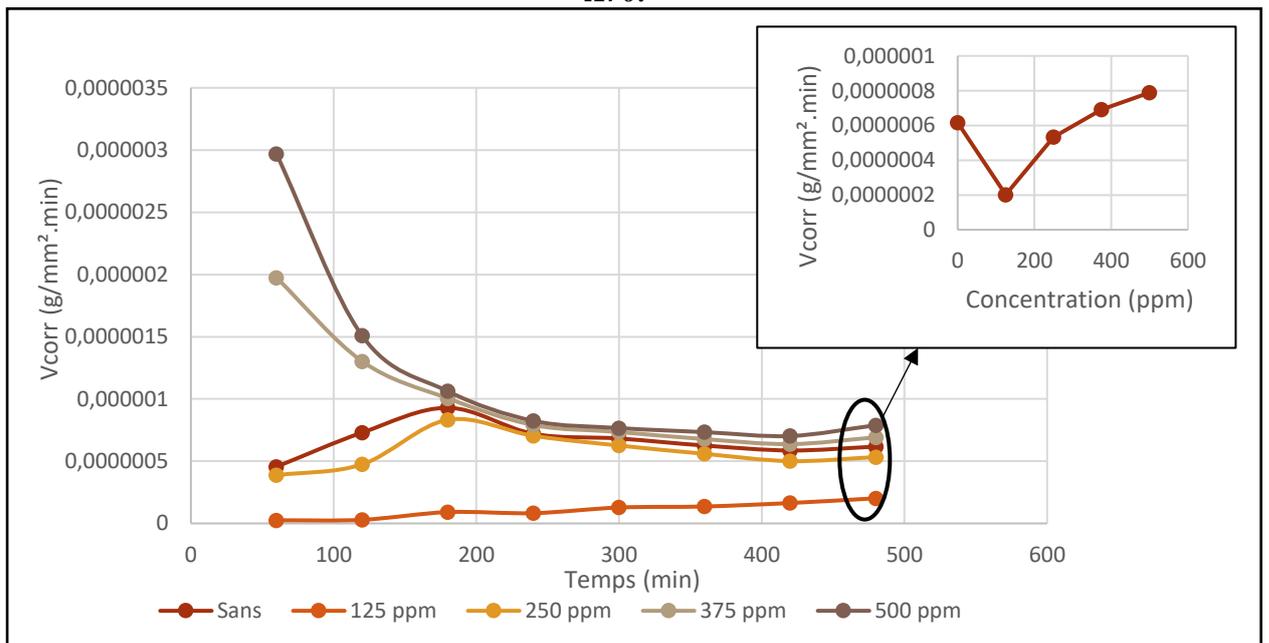


Figure III.7 : La vitesse de corrosion ($g/mm^2 \cdot min$) en fonction du temps (min) de l'acier ordinaire.

Selon les résultats des figures (III.6-III.7), on observe une diminution de la vitesse de corrosion dans les solutions inhibitrices à des concentrations de 125 ppm, 250 ppm et 375 ppm, par rapport à la solution sans inhibiteur. En revanche, à une concentration de 500 ppm, on constate que la vitesse de corrosion est plus élevée par rapport à la solution sans inhibiteur.

III.2.3. L'efficacité inhibitrice

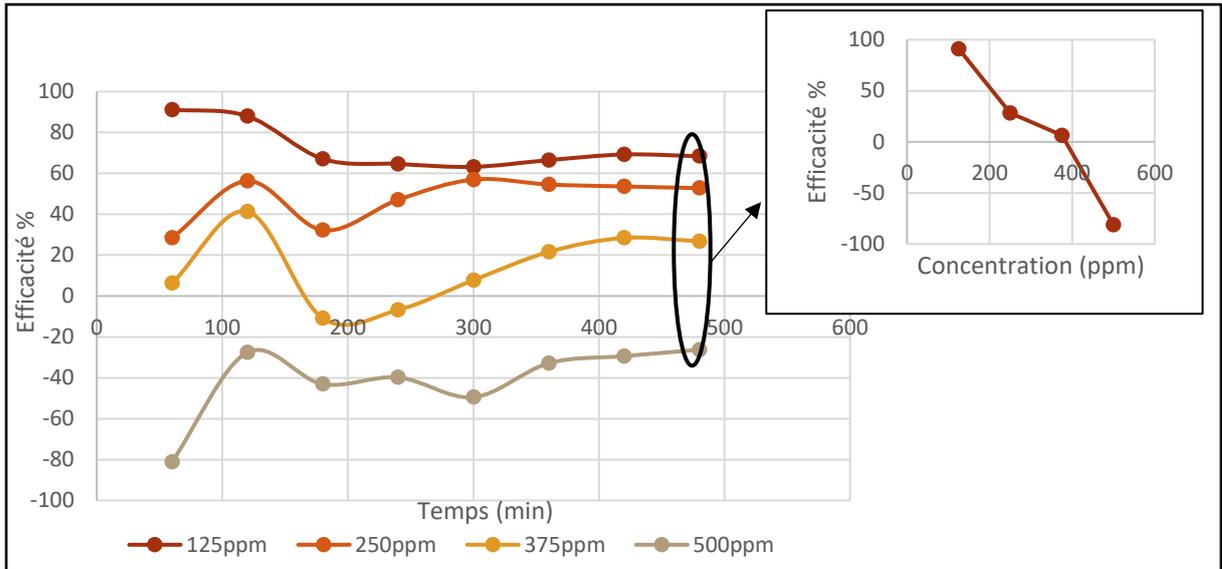


Figure III.8 : L'efficacité inhibitrice (%) en fonction du temps (min) d'acier X70.

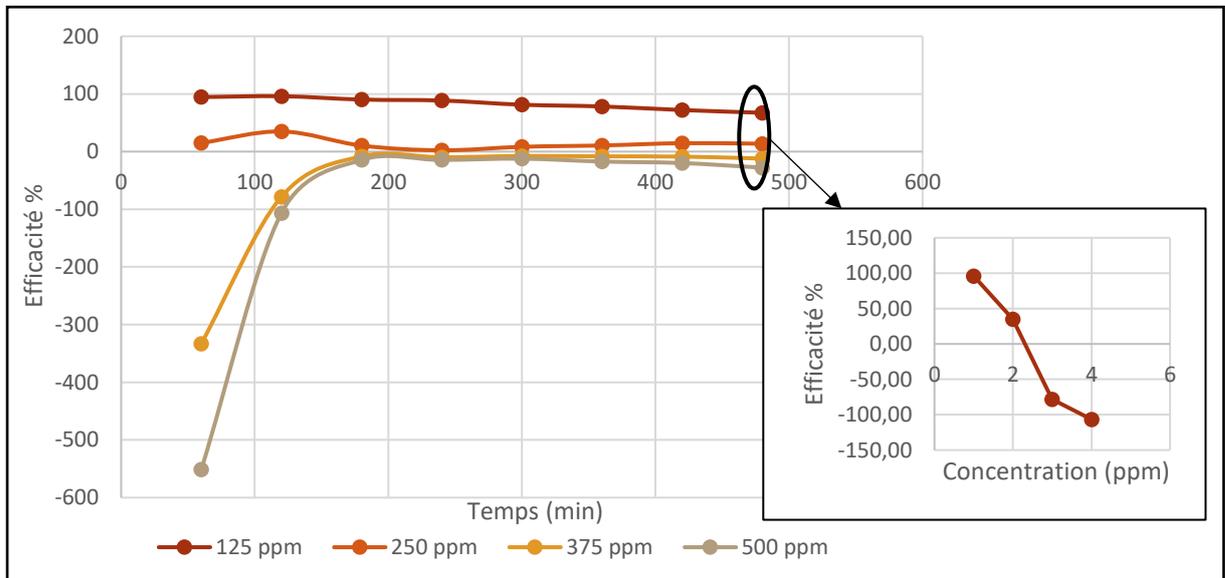


Figure III.9 : L'efficacité inhibitrice (%) en fonction du temps (min) d'acier ordinaire.

Les figures (III.8-III.9) présentent la variation de l'efficacité inhibitrice de cette huile en fonction de la concentration. À partir de ces résultats, il est possible de conclure que la concentration critique de cet extrait se situe autour de 125 ppm, ce qui correspond à une efficacité maximale de 91% pour l'acier X70, et de 96% pour l'acier ordinaire.

Après l'immersion des pièces d'acier dans la solution inhibitrice, on a remarqué la disparition des bulles de gaz, plus une différence de couleur de la surface des pièces.

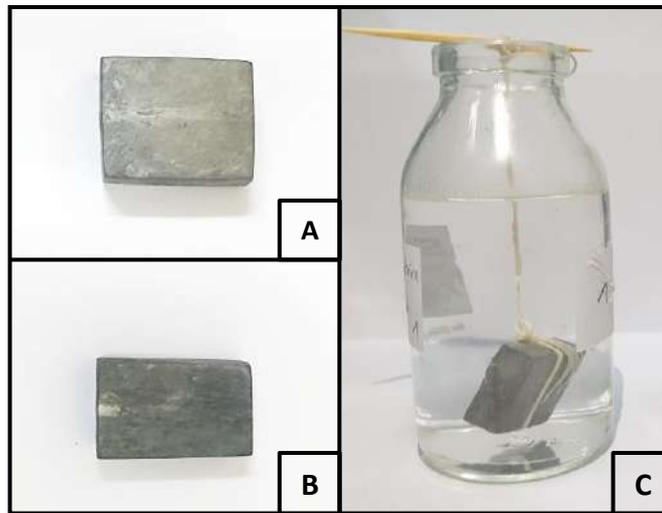


Figure III.10 : L'influence d'huile de marc de café sur les différentes pièces.

(A) L'acier après l'immersion dans la solution inhibitrice à 125ppm.

(B) L'acier après l'immersion dans la solution inhibitrice à 500ppm.

(C) La disparition des bulles de gaz de la solution inhibitrice à 125ppm.

III.3. Partie 3 : L'adsorption de Bleu de Méthylène par le marc de café

Cette dernière partie montre les résultats de l'effet du temps de contact sur le taux d'élimination du bleu de méthylène (BM). Une gamme de temps de contact comprenant 1h, 1h30, 2h, 2h30 et 3h a été étudiée. Les conditions expérimentales comprenaient un volume de 3 ml de solution aqueuse contenant initialement 50 ppm de bleu de méthylène et une dose d'adsorbant de 0,03g, à température ambiante.

III.3.1. Essai de vérification de phénomène (adsorption ou absorption)

Afin de déterminer si nos échantillons sont des absorbants ou des adsorbants, nous avons réalisé cette d'expériences :

Dans des tubes à essais d'une capacité de 5 ml, nous avons mis 1 g de chaque échantillon de marc de café (calcinés et non calcinés), dans des solutions de 4 ml de bleu de méthylène (BM) à une concentration de 50 ppm. Les mélanges ont été maintenus à une température ambiante, sans agitation, pendant une semaine. À la fin de cette période, la couleur bleue de la solution de BM avait disparu. Nous avons donc remplacé la solution de BM par de l'eau distillée et avons agité les tubes contenant les échantillons pendant 10 minutes. Ensuite, nous avons laissé les tubes pour reposer.

Après observation, nous avons constaté que la couleur de l'eau distillée n'a pas changée, ce qui suggère qu'une opération d'adsorption a été effectué.

Ces résultats confirment l'aptitude de nos échantillons de marc de café à adsorber le bleu de méthylène, ce qui indique leur capacité à être utilisés comme adsorbants.

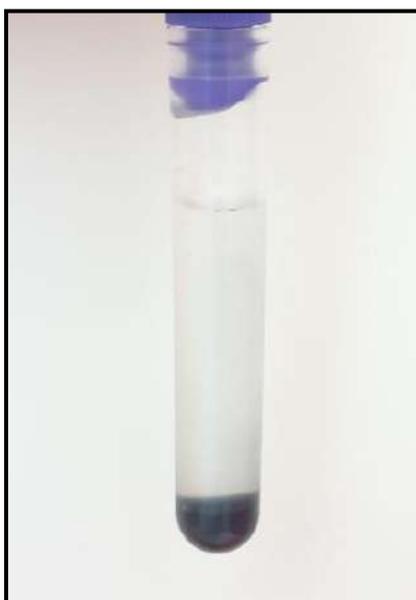


Figure III.11 : Echantillon qui confirme le phénomène d'adsorption.

III.3.2. L'effet d'adsorbants calcinés ou non calcinés de marc de café

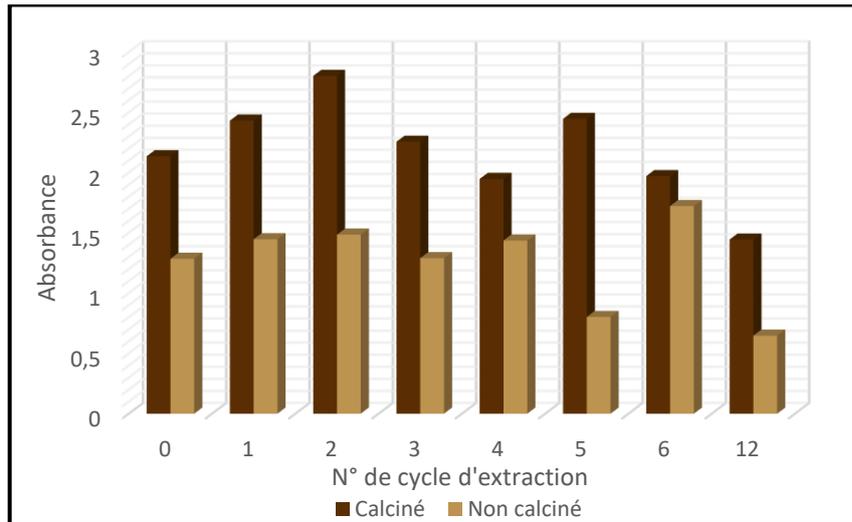


Figure III.12 : La capacité d'adsorption du MC calciné et non calciné pendant 1h.

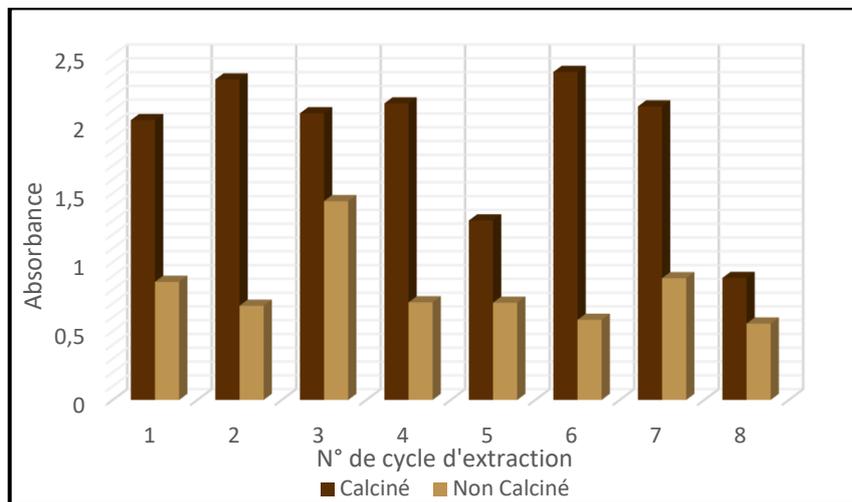


Figure III.13 : La capacité d'adsorption du MC calciné et non calciné pendant 1h30.

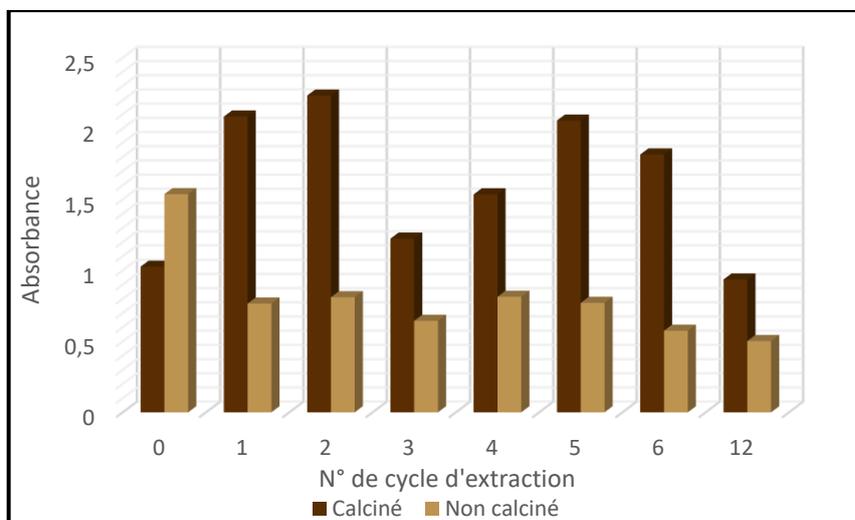


Figure III.14 : La capacité d'adsorption du MC calciné et non calciné pendant 2h.

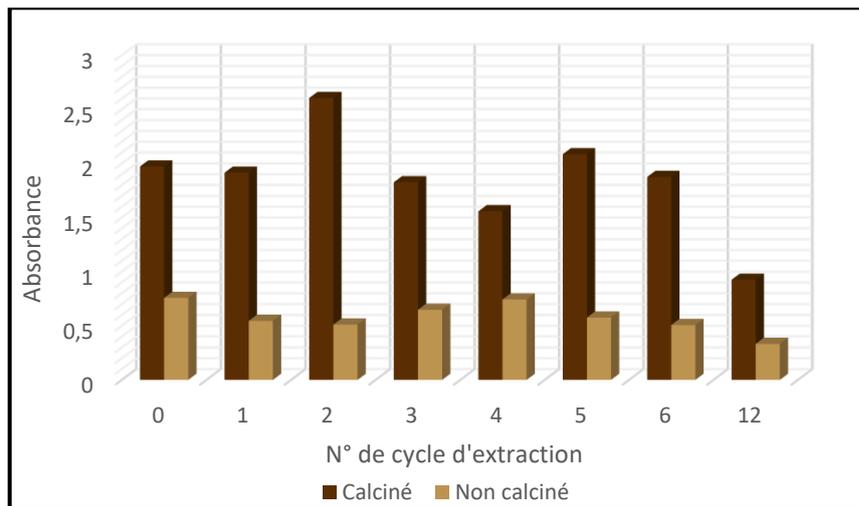


Figure III.15 : La capacité d'adsorption du MC calciné et non calciné pendant 2h30.

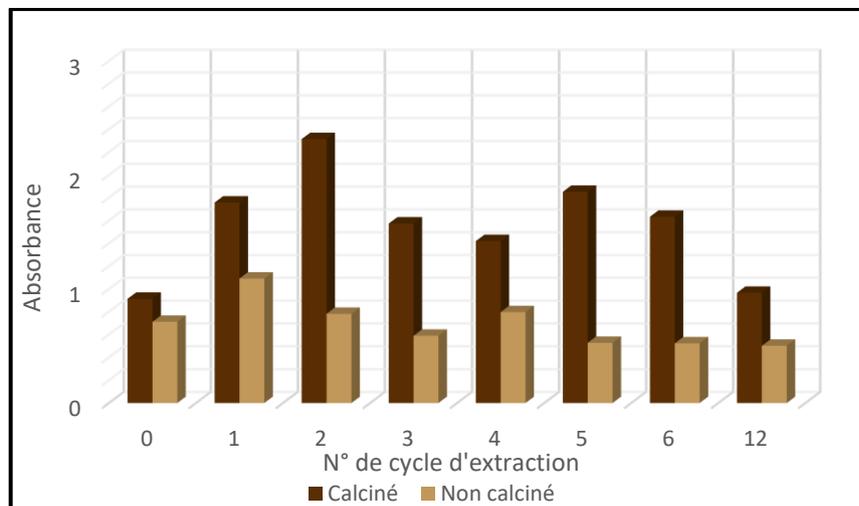


Figure III.16 : La capacité d'adsorption du MC calciné et non calciné pendant 3h.

Les résultats obtenus révèlent plusieurs informations. Tout d'abord, le taux d'élimination du bleu de méthylène est satisfaisant pour les deux types de marc de café utilisés (avec calcination et sans calcination), mais il est plus élevé dans les échantillons de marc de café non calcinés. Cela suggère qu'il est possible d'éliminer l'étape de calcination, ce qui réduit la consommation d'énergie et les coûts d'adsorbants. Deuxièmement, un dégraissage plus poussé du marc de café conduit à une meilleure adsorbance, ce qui veut dire que plus le marc de café est dégraissé, plus sa surface spécifique est grande. Enfin, plus le temps de contact est long, meilleure est l'adsorption. Le meilleur résultat a été obtenu avec l'échantillon de marc de café non calciné, après 12 cycles d'extraction et un temps de contact de 3 heures.

III.3.3. Optimisation de temps d'adsorption de bleu de méthylène

Après l'essai d'adsorption de 3h, nous avons laissé nos prélèvements de solution de bleu de méthylène avec quelques traces de marc de café pendant 1 mois. Nous avons remarqué avec satisfaction que la couleur bleue caractéristique du bleu de méthylène avait totalement disparu. Ce phénomène témoigne de l'efficacité de l'adsorption du BM par le marc de café.

Les résultats de cette observation sont présentés dans la figure (III.17).

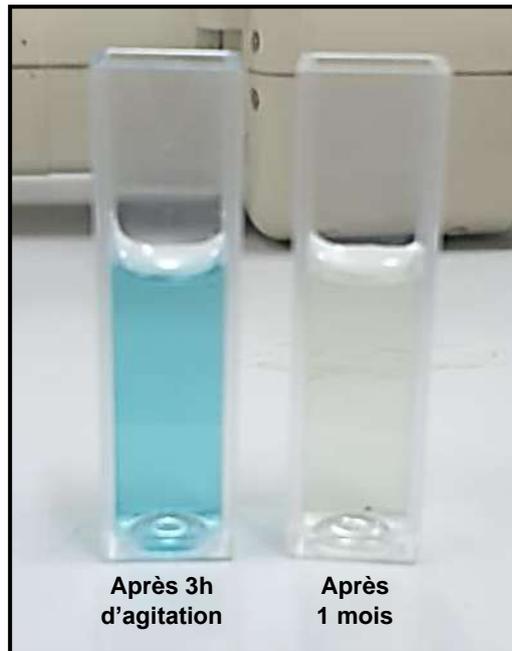


Figure III.17 : Prélèvement de la solution adsorbée après un mois.



Conclusion

Conclusion

Notre travail s'oriente vers une voie de valorisation et de caractérisation du marc de café, dont le but est de créer un aperçu bibliographique sur ce produit, et de faire l'expérience de deux utilisations de ce produit dans deux domaines différents, dont l'un est une huile inhibitrice dans le domaine de corrosion, et aussi comme un adsorbant dans le domaine du traitement des eaux usées.

- La vitesse de corrosion augmente avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur, où nous avons constaté que la meilleure inhibition était lorsque la concentration était à 125ppm.
- L'inhibiteur aux concentrations 250ppm et 375ppm a bien fonctionné, mais il était moins efficace qu'à 125ppm.
- A la concentration de 500ppm l'huile a eu un effet inverse où il a commencé à travailler comme un moteur de corrosion.
- Les deux types de marc de café ont donné de bonnes performances de l'adsorbance mais les échantillons de marc de café non calciné ont donné une meilleure efficacité.
- L'augmentation du temps de contact entre le marc de café et la solution augmente la performance d'adsorption.
- Plus il y aura de cycles d'extraction sur le marc de café, plus il sera efficace.
- Alors, les meilleurs résultats d'adsorption ont été obtenus à partir de marc de café non calciné après 12 cycles d'extraction et 3 heures d'agitation.

En conséquence, on peut considérer que notre étude a atteint son but et les résultats trouvés montrent que nos produits, peut s'avérer très utile dans les deux domaines ciblés.

Enfin, notre étude ouvre la voie à d'autres recherches pour une application plus large et plus approfondie de ce type de supports à la valorisation des déchets.



Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] N. Sekeroglu, S. F. Senol, I. E. Orhan, R. A. Gulpinar, M. Kartal et B. Sener, «In vitro prospective effects of various traditional herbal coffees consumed in Anatolia,» *Food research international*, vol. 45, n°11, p. 197, 2012.
- [2] M. Haddoudi, H. Mellouk, B. Bejjany, A. Dani et K. Digua, «Valorisation du marc du café : extraction de l'huile et évaluation de son activité antioxydante,» *Les technologies de laboratoire*, vol. 8, n°136, p. 30, 2014.
- [3] K. Ramalakshmi, J. M. L. Rao, Y. Takano-Ishikawa et M. Goto, «Bioactivities of low-grade green coffee and spent coffee in different in vitro model systems,» *Food Chemistry*, vol. 115, n°11, p. 79, 2009.
- [4] K. Liu et G. W. Price, «Evaluation of three composting systems for the management of spent coffee grounds,» *Bioresource Technology*, vol. 102, n°117, p. 7966, 2011.
- [5] M. Jeguirim, L. Limousy et P. Dutournie, «Pyrolysis kinetics and physicochemical properties of agropellets produced from spent ground coffee blended with conventional biomass,» *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 92, n°110, p. 1876, 2014.
- [6] A. S. Franca, L. S. Oliveira et M. E. Ferreira, «Kinetics and equilibrium studies of methylene blue adsorption by spent coffee grounds,» *Desalination*, vol. 249, n11, p. 267, 2009.
- [7] C. K. Morikawa et M. Saigusa, «Recycling coffee and tea wastes to increase plant available Fe in alkaline soils,» *Plant and Soil*, vol. 304, n°11, p. 249, 2008.
- [8] N. Kondamudi, M. K. Susanta et M. Misra, «Spent Coffee Grounds as a Versatile Source of Green Energy,» *Jornale of Agriculture and Food Chemistry*, vol. 56, n°124, p. 11757, 2008.
- [9] D.-M. M. Marcelo, H. M. Barbosa, M. A. Coimbra, C. P. Passos et C. M. Silva, «Optimization of the supercritical fluid co-extraction of oil and diterpenes from spent coffee grounds using experimental design and response surface methodology,» *The Journal of Supercritical Fluids*, vol. 85, p. 165, 2014.
- [10] J. Simões, F. M. Nunes, M. R. Domingues et M. A. Coimbra, «Extractability and structure of spent coffee ground polysaccharides by roasting pre-treatments,» *Carbohydrate Polymers*, vol. 97, n°11, p. 81, 2013.
- [11] F. Carassou, *Une récupération spécifique du marc de café aurait-elle une plus-value pour la communauté*, Montréal: Université de Sherbrooke, p. 11, 2015.
- [12] R. Cruz, M. M. Cardoso, L. Fernandes, M. Oliveira, E. Mendes, P. Baptista, S. Morais et S. Casal, «Espresso Coffee Residues: A Valuable Source of Unextracted Compounds,» *agricultural and food chemistry*, vol. 60, n°132, p. 7777, 2012.
- [13] A. Kovalcik, S. Obruca et I. Marova, «Valorization of Spent Coffee Grounds,» *Food and Bioproducts Processing*, vol. 110, p. 104, 2018.

- [14] D. S. Ganesh, B. Rahul, S. Sutha, B. J. Rajesh, P. Arivalagan, M. Eyas, S. Ranjna, K. B. Shashi, A. E. Atabani, M. Vincenzo, Y. Jeong-Jun, S. S. Han et K. Gopalakrishnan, «A review on valorization of spent coffee grounds (SCG) towards biopolymers and biocatalysts production,» *Bioresource Technology*, vol. 123800, p. 314, 2020.
- [15] F. J. Gómez-de la Cruz, F. Cruz-Peragón, P. J. Casanova-Peláez et J. M. Palomar-Carnicero, «A vital stage in the large-scale production of biofuels from spent coffee grounds: The drying kinetics,» *Fuel Processing Technology*, vol. 130, p. 188, 2015.
- [16] K.-I. Chen, Y.-C. Lo, C.-W. Liu, R.-C. Yu, C.-C. Chou et K.-C. Cheng, «Enrichment of two isoflavone aglycones in black soymilk by using spent coffee grounds as an immobiliser for *b*-glucosidase,» *Food Chemistry*, vol. 139, n°11, p. 79, 2013.
- [17] M. A. Silva, S. A. Nebra, M. J. Machado Silva et C. G. Sanchez, «The use of biomass residues in the brazilian soluble coffee industry,» *Biomass and Bioenergy*, vol. 14, n°15, p. 457, 1997.
- [18] A. Jimenez-Zamora, S. Pastoriza et J. A. Rufian-Henares, «Revalorization of coffee by-products. Prebiotic, antimicrobial and antioxidant properties,» *LWT - Food Science and Technology*, vol. 61, n°11, p. 12, 2015.
- [19] L. Limousy, M. Jeguirim, P. Dutournié, N. Kraiem, M. Lajili et R. Said, «Gaseous products and particulate matter emissions of biomass residential boiler fired with spent coffee grounds pellets,» *Fuel*, vol. 107, p. 323, 2013.
- [20] L. F. Ballesteros, J. A. Teixeira et S. I. Mussatto, «Chemical, Functional, and Structural Properties of Spent Coffee Grounds and Coffee Silverskin,» *Food and Bioprocess Technology*, vol. 7, n°112, p. 3493, 2014.
- [21] M. M. De Melo, H. M. Barbosa, C. P. Passos et C. M. Silva, «Supercritical fluid extraction of spent coffee grounds: Measurement of extraction curves, oil characterization and economic analysis,» *Supercritical Fluids*, vol. 86, p. 150, 2014.
- [22] R. Campos-Vega, G. Loarca-Pina, H. A. Vergara-Castaneda et D. B. Oomah, «Spent coffee grounds: A review on current research and future prospects,» *Trends in Food Science & Technology*, vol. 45, n°11, p. 24, 2015.
- [23] S. I. Mussatto, J. A. Teixeira, S. Martins et E. M. Machado, «Production, Composition, and Application of Coffee and Its Industrial Residues,» *Food and Bioprocess Technology*, vol. 4, n°15, p. 661, 2011.
- [24] J. H. Low, A. R. A. W. Wan et J. Jamarosliza, «Structural elucidation of tannins of spent coffee grounds by CP-MAS ¹³C NMR and MALDI-TOF MS,» *Industrial Crops and Products*, vol. 69, p. 456, 2015.
- [25] J. Bravo, C. Monente, I. Juárez, P. M. De Peña et C. Cid, «Influence of extraction process on antioxidant capacity of spent coffee,» *Food Research International*, vol. 50, n°12, p. 610, 2013.
- [26] T. M. Mata, A. A. Martins et N. S. Caetano, «Bio-refinery approach for spent coffee grounds valorization,» *Bioresource Technology*, vol. 247, p. 1077, 2018.

- [27] A. E. Atabani, A. H. Al-Muhtaseb, G. Kumar, D. G. Saratale, M. Aslam, A. H. Khan, Z. Said et E. Mahmoudh, «Valorization of spent coffee grounds into biofuels and value-added products: Pathway towards integrated bio-refinery,» *Fuel*, vol. 254, p. 115640, 2019.
- [28] M. Mariana, M. Mahidin, F. Mulana et F. Aman, «Utilization of Activated Carbon Prepared from Aceh Coffee Grounds as Bio-sorbent for Treatment of Fertilizer Industrial Waste Water,» *Materials Science and Engineering*, p. 358, 2018.
- [29] S. Petrik, S. Obruca, P. Benesová et I. Márová, «Bioconversion of spent coffee grounds into carotenoids and other valuable metabolites by selected red yeast strains,» *Biochemical Engineering Journal*, vol. 90, p. 307, 2014.
- [30] P. S. Murthy et M. M. Naidu, «Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review,» *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 66, p. 45, 2012.
- [31] A. Sampaio, G. Dragone, M. Vilanova, J. M. Oliveira, J. A. Teixeira et S. I. Mussatto, «Production, chemical characterization, and sensory profile of a novel spirit elaborated from spent coffee ground,» *LWT - Food Science and Technology*, vol. 54, n°12, p. 557, 2013.
- [32] K. S. Karmee, «A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites,» *Waste Management*, vol. 72, p. 240, 2017.
- [33] A. Zuorro et R. Lavecchia, «Spent coffee grounds as a valuable source of phenolic compounds and bioenergy,» *Cleaner Production*, vol. 34, p. 49, 2012.
- [34] B. D. Left, M. Zertoubi, A. Irhzo et M. Azzi, «Huiles et Extraits de plantes comme inhibiteurs de corrosion pour différents métaux et alliages dans le milieu acide chlorhydrique,» *Journal of Materials and Environmental Science*, vol. 4, n°16, p. 855, 2013.
- [35] *Corrosion des métaux et alliages, Vocabulaire*. [Performance]. (ISO), Organisation internationale de normalisation, 2020.
- [36] S. Tazi, I. Raissouni, F. Chaoukat, D. Bouchta, A. Dahdouh, R. Elkhamlichi et H. Douhri, «L'effet Inhibiteur d'Eugénol sur la corrosion du Laiton dans NaCl 3%,» *Journal of Materials and Environmental Science*, vol. 7, n°15, p. 1642, 2016.
- [37] O. K. Abiola et A. O. James, «The Effects of Aloe vera Extract on Corrosion and Kinetics of Corrosion Process of Zinc in HCl Solution,» *Corrosion Science*, vol. 52, n°12, p. 661, 2010.
- [38] H. M. Hussin, K. M. Jain, N. N. Razali, N. H. Dahon et D. Nasshorudin, «The effect of *Tinospora crispa* extracts as a natural mild steel corrosion inhibitor in 1 M HCl solution,» *Arabian Journal of Chemistry*, vol. 9, p. 616, 2011.
- [39] A. Ostovari, S. M. Hoseinie, M. Peikari, S. R. Shadizadeh et S. J. Hashemi, «Corrosion inhibition of mild steel in 1 M HCl solution by henna extract: A comparative study of the inhibition by henna and its constituents (Lawsonic acid, Gallic acid, a-D-Glucose and Tannic acid),» *Corrosion Science*, vol. 51, n°19, p. 1935, 2009.
- [40] F. Suedile, «Extraction, caractérisation et étude électrochimique de molécules actives issues de la forêt amazonienne pour la protection du zinc contre la corrosion,» Les inhibiteurs de corrosion. [Thèse de doctorat]. Université des Antilles et de la Guyane, 2014.

- [41] F. Ziani et M. Benyahia, «L'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par les huiles essentielles en milieu acide sulfurique,» Inhibiteur de corrosion. [Mémoire de Master]. Université de Saida. Faculté des sciences. Département de chimie, 2014.
- [42] M. Cuccarese, S. Brutti, A. De Bonis, R. Teghil, F. Di Capua, I. M. Mancini, S. Masi et D. Caniani, «Sustainable Adsorbent Material Prepared by Soft Alkaline Activation of Spent Coffee Grounds: Characterisation and Adsorption Mechanism of Methylene Blue from Aqueous Solutions,» *Sustainability*, vol. 2454, p. 15, 2023.
- [43] M. Sulyman, S. Al-Marog, K. Al-Azabi, E. Dawed et A. Abukrain, «Economical and Eco-Friendly Adsorbent Derived from Coffee Waste for Efficient Adsorption of Methylene Blue: Characterization, Evaluation and Optimization Studies,» *Chemical Science International Journal*, vol. 29, n°110, p. 16, 2020.
- [44] J. McNutt et S. Q. He, «Spent coffee grounds: A review on current utilization,» *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2018.
- [45] A. M. Vargas, A. L. Cazetta, C. A. Garcia, J. C. Moraes, E. M. Nogami, E. Lenzi, W. F. Costa et V. C. Almeida, «Preparation and characterization of activated carbon from a new raw lignocellulosic material Flamboyant,» *Journal of Environmental Management*, vol. 92, n°11, p. 178, 2011.
- [46] S.-H. Liu et Y.-Y. Huang, «Valorization of coffee grounds to biochar-derived adsorbents for CO₂ adsorption,» *Journal of Cleaner Production*, vol. 175, p. 354, 2018.
- [47] «La chimie pour tous,» Extraction au Soxhlet, [En ligne]. Available: <https://www.lachimie.fr/materiel/extraction.php>. [Accès le 16 April 2023].
- [48] «Chemistry LibreTexts,» Libretxts, 15 August 2021. [En ligne]. Available: https://chem.libretexts.org/Ancillary_Materials/Demos_Techniques_and_Experiments/General_Lab_Techniques/Rotary_Evaporation#:~:text=Rotary%20evaporation%20is%20the%20process,solvent%20from%20less%20volatile%20samples.. [Accès le 29 May 2023].
- [49] «MRCLAB,» Everything about muffle furnace, [En ligne]. Available: <https://www.mrclab.com/everything-about-muffle-furnace#:~:text=The%20working%20principle%20of%20a%20muffle%20furnace%20is%20straightforward.,bricks%20to%20prevent%20heat%20loss..> [Accès le 24 May 2023].
- [50] «Tout savoir sur la spectrophotométrie | Techniques de l'Ingénieur,» Définition et explications : Spectrophotométrie, [En ligne]. Available: <https://www.techniques-ingenieur.fr/glossaire/spectrophotometrie#:~:text=Le%20principe%20de%20la%20spectrophotom%C3%A9trie,contenant%20la%20solution%20%C3%A0%20%C3%A9tudier..> [Accès le 12 May 2023].
- [51] «ICMPE,» Chromatographie Gazeuse couplée Spectromètre de Masse (GC-MS), [En ligne]. Available: <https://www.icmpe.cnrs.fr/plateformes/chromatographie-analytique-et-preparative-cap/chromatographie-gazeuse-couplee-spectrometre-de-masse-gc-ms/>. [Accès le 24 May 2023].



Annexes

Annexe 01

L'extracteur Soxhlet :

C'est une technique d'extraction qui permet d'avoir les meilleurs rendements parmi les techniques classiques. L'appareil se compose d'un corps en verre dans lequel est placé une cartouche cellulosique, d'un tube siphon et d'un tube d'adduction. Dans le montage, l'extracteur est placé sur creuset en verre contenant le solvant d'extraction. Dans l'extracteur, est insérée une cartouche dans laquelle est placé l'échantillon en poudre contenant l'espèce à extraire, puis un réfrigérant, est adapté au-dessus de l'extracteur. Quand le creuset est chauffé, les vapeurs de solvant passent par le tube adducteur, se condensent dans le réfrigérant et retombent dans le corps de l'extracteur, faisant ainsi macérer le solide dans le solvant. Le solvant condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube-siphon, qui provoque alors le retour du liquide dans le ballon, accompagné des substances extraites, et le solvant contenu dans le creuset s'enrichit donc progressivement en composés solubles. Le solvant continue alors de s'évaporer, alors que les substances extraites restent dans le creuset [47].



Figure A. 1 : Unité d'extraction E-816 Soxhlet 6 places.

Annexe 02

L'évaporateur rotatif :

C'est un appareil de distillation à pression réduite qui permet d'éliminer rapidement un solvant volatil par évaporation. Une solution dans un ballon à fond rond est placée dans le bain d'eau de l'appareil, et tournée pendant que le système est partiellement évacué (par un aspirateur d'eau ou une pompe à vide). La pression réduite dans l'appareil fait bouillir le solvant à une température choisie, et la rotation du ballon augmente la surface du liquide et donc le taux d'évaporation. La vapeur du solvant se condense lorsqu'elle entre en contact avec un condenseur d'eau et s'égoutte dans un ballon récepteur. Lorsque le solvant est retiré, le composé désiré est laissé dans le ballon [48].



Figure A. 2 : Evaporateur rotatif Heidolph Laborota 4002.

Annexe 03

Le four à moufle compact :

C'est un instrument de laboratoire utilisé pour chauffer les matériaux à des températures extrêmement élevées pour atteindre le but de la fusion, calcination, ou traitement thermique. Le principe de fonctionnement d'un four à moufle est simple. Le combustible (le gaz naturel, le propane ou l'huile) est brûlé dans la chambre pour générer de la chaleur, qui est ensuite transférée à la pièce à chauffer. La chambre est garnie de briques réfractaires pour éviter la perte de chaleur, La température de travail peut atteindre 3000 °C [49].



Figure A. 3 : Four à moufle compact Nabertherm LE6/11/B150.

Annexe 04

Le Spectrophotomètre UV-Visible :

C'est un appareil muni d'une source de lumière UV-Vis et d'une cellule photoélectrique. Il permet de déterminer la proportion de lumière absorbée par la cuvette contenant l'échantillon par rapport à la cuvette de référence contenant le solvant (généralement l'eau) [50].



Figure A. 4 : UV-VIS Spectrophotomètre SP-3000nano.

Annexe 05

La chromatographie en phase gazeuse couplée au spectromètre de masse :

C'est une technique analytique qualitative de choix pour les composés organiques. Elle permet de recueillir des informations en vue d'élucider la structure des espèces présentes même en faible quantité dans un échantillon [51].



Figure A. 5 : L'appareil de chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectroscopie de masse SHIMADZU GCMS-TQ8040 NX.

