

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE OUARGLA
INSTITUT DE CHIMIE INDUSTRIELLE



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

Présenté en vue d'obtention d'un diplôme
d'Ingénieur d'Etat en Chimie Industrielle

option : génie chimique

par

LAMRI MOHAMED LAZHAR

Thème

EXTRACTION DE LA CYSTINE
A PARTIR DE CHEVEUX HUMAIN

Encadré par Dr : OUAHRANI MOHAMMED RIDHA

SESSION
2000/2001

REMERCIEMENT



J' exprime mes remerciement à mon promoteur Dr.OUAHRANI MOHAMMED RIDHA, enseignant au centre universitaire de Ouargla.

Je remercie Melle B. MAJDA, pour son aide , sa patience et encouragement.

Je remercie Messieurs D.RILANI, M.BELFAR, S.BEN FERDJALLA, ainsi que Messieurs BELKHIR, AHMED, et TOUATI pour leur aide et leur encouragements.

Je remercie mes Melles N.CHAOUCH, H.ZERROUKI , pour son aide et leur encoragements.

Je remercie mes enseignants Messieurs N.GIERRAF, M.KOURAICHI pour son aide et leurs encouragement.

J'adresse mes remerciement à Messieurs les enseignants au niveau du centre universitaire de Ouargla .

Je remercie Mes dames M.KRIKEL, S.IDER, pour leur aide et leur patience.

Je remercie Melle G. FAIROUZ, et monsieur DADAMOUSSA LAZHAR pour son aide.

L.M.F.

DEDICACE

Je dédie ce travail à :

Mes très cher parent pour leur sacrifices, leur patience et leur encouragement tout le long de mes études .

Ma grand mère.

À mes frères ABD ELLATI , SOUFIANE, KHALED, YACINE,
IMAD EDDINE.

À mes sœurs, leurs maries, leurs filles et fils chacun par son nom.

Notre petite RAONAK.

Ma chère B. MAJDA pour son aide et sa patience.

Tout ma famille.

Tous mes amis chacun par son nom.

Tous mes amis du laboratoire d'organique et simulation.

Tous mes amis de la promotion 2000/2001.

L.M.A.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	8
SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	

CHPITRE -I-

Généralité

1-	Les cheveux	11
2-	Composition	11
2-1-	Les attaches d'hydrogène	12
2-2-	Les attaches de sels	12
2-3-	Les attaches de sucres	12
2-4-	Les attaches de cystine	13
3-	Les acides aminés	13
3-1-	Acides a-aminés	14
3-2-	Propriété acido-basique	15
3-3-	Configuration	16
4-	Les protéines	17
4-1-	Nomenclature représentation	18
4-2-	propriété des protéines	20

CHAPITRE - II

Généralité sur cystine

1-	Définition	22
2-	Autre nom de cystine	22
3-	Historique	23
4-	Propriété physique	23
5-	Propriété chimique	24
6-	Occurrence dans la nature	24
7-	Rôle de cystine	25
7-1-	dans l'organisme humain	25
	dans l'industrie	
7-2-	pharmaceutique	25

CHAPITRE - III

Les technique d'analyse

I-	Extraction solide- liquide	28
I-1-	Principe	28
I-2-	technique de dissolution	28
II-	Extraction liquide- liquide	29
II-1-	Principe	29
II-2-	technique de l'opération	29
II-3-	application de la méthode	29
III	La méthode de biuret	30
IV-	Spectroscopie infra rouge	30

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE - IV

Matériels et Méthodes

I-	Matériels	33
I-1	Appareillages	33
I-2-	les produits utilisés	34
II-	Echantillonnage	35
II-1	cueillette de cheveux	35
II-2-	lavage de cheveux	35
II-3-	séchage de cheveux	35

CHAPITRE - V

Les expériences

I-	L'expérience N°= 01	37
I-1-	extraction	37
I-2-	Test de biuret	38
I-3-	neutralisation	38
I-4-	évaporation	39
II-	L'expérience N°= 02	40
II-1-	extraction	40
II-2-	Test de biuret	41
II-3-	neutralisation	42
II-4	La filtration sous vide	43
II-5-	Recristallisation	44

CHPITRE - VI

Résultat et discussion

I-	Préparation d'échantillon	48
II-	Analyse au infra rouge	48

Conclusion générale

Liste des tableaux

liste des figures

Bibliographie

INTRODUCTION

INTRODUCTION

L'emploi des acides aminés dans la médecine remonte à très longtemps. Cette pratique a été délaissée suite à l'apparition des médicaments de synthèse.

La cystine est un acide aminés accessoire, fonctionne comme antioxydant et une aide puissante au corps pour protéger contre radiation et pollution.

Les acides aminés ont une grande gamme d'usage dans les traitement de nourriture , dans l'industrie des produits de beauté , les produits cosmétiques qui peuvent hydrolyser les cheveux humain.

Les cheveux constitue une matière première de la cystine .

Notre travail consiste a extraire la cystine à partir des cheveux humain avec différentes méthodes , l'extraction liquide -solide s'avère le meilleur moyen d'obtenir de la cystine avec un rendement acceptable .

**SYNTHESE
BIBLIOGRAPHIQUE**

CHAPITRE I

CHAPITRE - I**1- LES CHEVEUX :**

Les cheveux sont composées à 88% de protéines .
Elles sont fibreux et dur, comme la Kératine ou la Cystine,..... etc [1].

2- Composition des cheveux

Les cheveux sont composés de plusieurs familles chimiques tel que les protéines, les sucres et les sels [2].

La protéine est composé de ce que nous appelions «polypeptide en chaîne » le mot polypeptide, vient du mot grec «poly» qui signifie beaucoup et «peptos » qui signifie digéré ou se cassé

Deux acides aminés sont joints ensemble par une «attache » du peptide, et le nombre correct placé dans leur ordre formera une protéine spécifique, c. a. d. Kératine, Cystine, Insuline, collagène et ainsi de suite [2].

La «hélice » est le terme descriptif donné au polypeptide enchaînez qui forme le protéine de la Kératine trouvée dans les cheveux humains, sa structure est une bobine roulée, cette bobine est former par des acides aminées lient entre eux, il y a approximativement 3.6 acides aminées par tour de bobine (hélice) et chaque acide aminé connecté par une attache de l'ensemble du peptide, cette attache est localisée entre l' atome de carbone qui s'étend pour se lier avec l'atome de l'azote du prochain acide aminé.

Dans l'organisation des cheveux, trois hélices d'alpha sont tordues pour formé un «protofibrile » ce dernier est réellement les premier fébrile de la structure des cheveux ; le microfibrile composé par onze protofibrile

compacté dans un cercle et les macrofibrilles sont des composés cimentés par centaine de microfibrilles dans un paquet fibreux irrégulier, ces macrofibrilles sont regroupés pour former le cortex (le corps principaux) des cheveux [1].

2-1- Les attaches d'hydrogène :

La première attache que nous discuterons et l'attache d'hydrogène, elle nous permette de changer la forme des cheveux avec l'eau temporairement ; ces attaches sont très faciles à casser vers le bas et les réformer, ils sont responsables approximativement de 35% de la force et de 50% de l'élasticité des cheveux [1].

2-2- Les attaches de sels :

Ces attaches sont formées par le transfert de l'électron du chaîne latérale d'un groupe amine base (un acide aminé avec un groupe COO^-) au chaîne latérale d'un acide aminé acide c.a.d. NH_3^+ (les deux charges (-) et (+) qui s'attirent l'un l'autre). L'attache de sel est responsable de 35% de force et de 50% de l'élasticité des cheveux [1].

2-3- Les attaches de sucres :

Cette attache est formée entre la chaîne latérale d'un acide aminé qui à un groupe OH et un groupe d'acide aminé ; elle est responsable de la dureté des cheveux et de 5% de sa force [1].

2-4- Les attaches des cystines :

La Cystine liée connu comme attache de disulfide, l'attache du soufre, ou l'attache S seulement est formée par les croix de liants entre reste de Cystine et la chaîne principale du polypeptide, celle est perpendiculaire à l'axe des cheveux, à cause de sa place dans les cheveux et elle est responsable de la dureté des cheveux ; les croix liées sont fréquents dans la fibre de cheveux ce qui donne une vague permanente aux cheveux [1].

3- Les ACIDES AMINES :

Les acides aminés ou les aminoacides sont des composés dont les molécules renferment une fonction amine et une fonction acide carboxylique [4].

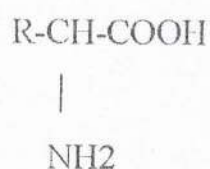
Les fonctions amine peut être primaire , secondaire ou tertiaire : la position relative des deux fonctions peut varier (acide α -amine , β -amine... etc.) [3].

- les ω - amines primaires, c'est-à-dire comportant une fonction amine primaire à l'extrémité de la chaîne opposée à celle qui porte la fonction acide, dont la polycondensation fournit des polyamides synthétique (textiles artificiels) [4].

les acides α -amines à fonction amine primaire jouent un rôle fondamental dans les constitution des tissus vivants [3].

3-1- ACIDE α - AMINE :

Le type le plus simple et le plus courant des acides alfa-amines (ou α -aminoacide) d'importance biologique correspond à la formule générale [3]:



Mais certains, de structure plus complexe, comportent soit deux fonction amine et une fonction acide (acide amine basiques), soit deux fonctions acide et une fonction amine (acides amines acides) [3]

La plupart des aminoacides importants portent un nom particulier, par lequel ils sont toujours désignés, il n'y a donc pas lieu d'envisager des règles de nomenclature systématiques [4].

Exemple :

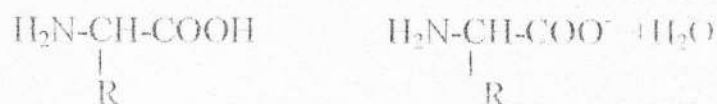
Tableau N°= I-01 : Principaux acides aminés neutres

Symboles Des amino-acides	Acides amines	GROUPES
A 3 lettres	A une lettre	Acides aminés aliphatique
GLY G	GLYCOLE(GLYCINE)	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{COOH}$
ALA A	ALANINE	$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{CH}-\text{COOH} \\ \\ \text{NH}_2 \end{array}$

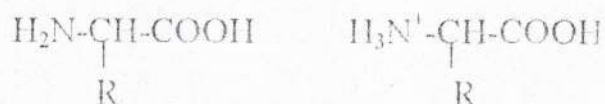
VAL	V	VALINE	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{CH} - \text{CH} - \text{COOH} \\ \quad \\ \text{CH}_3 \quad \text{NH}_2 \end{array}$
LEU	L	LEUCINE	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{COOH} \\ \quad \quad \quad \\ \text{CH}_3 \quad \quad \quad \text{NH}_2 \end{array}$
		THREONINE	
			ACIDES AMINES SOUFRES
CYS	C	CYSTEINE	$\begin{array}{c} \text{HS} - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{COOH} \\ \\ \text{NH}_2 \end{array}$
MET	M	METHIONINE	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{COOH} \\ \\ \text{NH}_2 \end{array}$
			ACIDES AMINES DICARBOXYLIQUES ET LEURS AMIDES
ASP	D	ACIDE ASPARTIQUE	$\begin{array}{c} \text{HOOC} - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{COOH} \\ \\ \text{NH}_2 \end{array}$
ASN	N	ASPARAGINE	$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{N} - \text{C} - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{COOH} \\ \\ \text{NH}_2 \end{array}$

3-2- Propriétés acido-basiques :

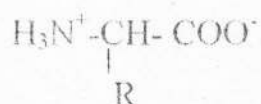
Un aminoacide contient deux groupements «antagonistes», l'un étant acide (donneur de H^+), l'autre basique (accepteur de H^+) [3].



Et en milieu acide la fonction amine est «salifiée»



En outre, différentes raisons conduisent à penser qu'un aminoacide se trouve, de façon habituelle et prépondérante, sous la forme d'un ion dipolaire, résultant de H^+ entre les deux fonctions, c'est-à-dire d'une sorte de neutralisation « interne ». On appelle cet ion bipolaire [4].

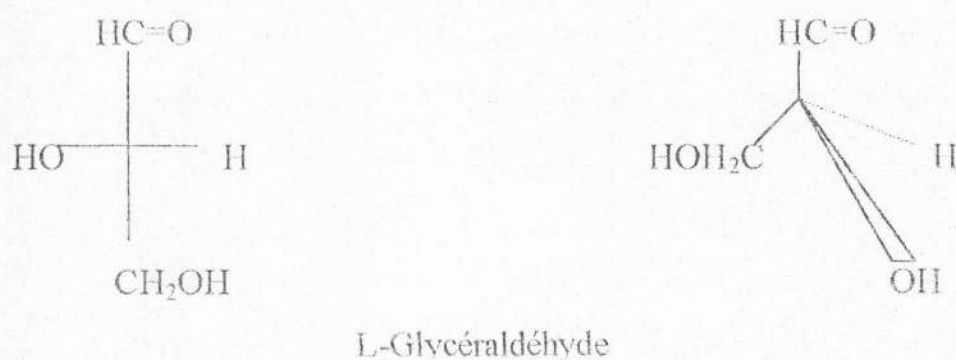


Les aminoacides présentent, en effet, des caractères physiques plus en accord avec une structure ionique que purement covalente : état cristallin, pont de fusion élevé, solubilité dans l'eau, insolubilité dans l'éther [3].

3-3- Configuration

Mis à part le cas de la glycine, les aminoacides possèdent un carbone asymétrique en alpha de la fonction acide, et sont donc optiquement actifs, avec une forme dextrogyre et une forme lévogyre.

Les aminoacides qui jouent un rôle dans les processus biologiques ont tous la même configuration absolue, et appartiennent à la « série -L » par référence au L(-)- glycéraldéhyde [5]





L-Aminoacide

Cette identité de configuration absolue ne permet pas de préjuger du signe du pouvoir rotatoire, qu'il convient donc de préciser dans chaque cas, selon la notation habituelle [5].

4- Les Protéines :

Les protéines sont les constituants essentiels des nombreux tissus: végétaux ou animaux (protéine fibreuses formant la peau, les muscles, les cheveux, la soie, la laine, ...) et en outre jouent souvent un rôle primordial dans divers processus vitaux (enzymes, hormones, protéines globulaires comme l'hémoglobine, l'albumine, les protéines du plasma sanguin, protéines participant au déterminisme génétique) [6].

Elle résulte de la condensation d'un grand nombre de molécules d'aminoacides, selon le schéma



Bien que le nombre de types différents d'acides aminés entrant dans la constitution des protéines soit restreint (une vingtaine d'acides aminés courants, quelque dizaines d'autres beaucoup plus rares), la diversité des protéines est pratiquement infinie, compte tenu du très grand nombre d'arrangements possibles de ces motifs élémentaires. Pour un polypeptide formé par la condensation de dix molécules d'acides aminés toutes différentes, le nombre d'arrangements possible est $(10!) = 3.628.800$ [7]. Le nombre d'arrangements pour une protéine correspondant à plusieurs centaines d'acides aminés de 15 ou 20 types différents (cas le plus fréquent) est inimaginable et ceci permet de comprendre que, malgré la faible diversité des matériaux de base, chaque espèce et même chaque individu peut avoir ses protéines spécifiques [7].

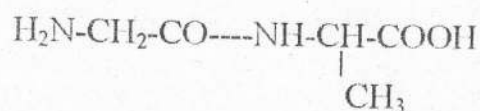
Chaque organisme individuel édifie ses propres protéines à partir de celles qui se trouvent dans ses aliments, préalablement dégradées au cours de la digestion en acides aminés, qui sont ensuite recondensés en nombre et dans l'ordre voulus [8].

En définitive, la source unique de protéines est constituée par les plantes qui, seules, sont capables d'en faire la synthèse à partir de CO_2 et H_2O de l'atmosphère et de l'azote du sol. (Photosynthèse) [6].

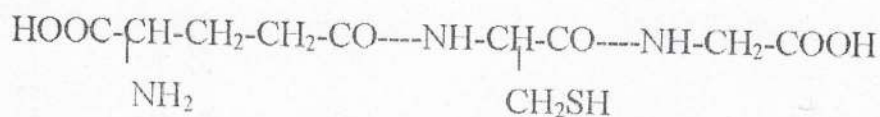
4-1—Nomenclature et représentation :

On nomme les protéines en les considérant comme formées par substitution Progressive à partir de l'acide aminé qui a conservé son groupe $-\text{COOH}$ libre [8].

Quelques exemples simples :



Glycyl-alanine
(dipeptide)



Glutamyl-cystéinyl-glycine
(tripeptide)

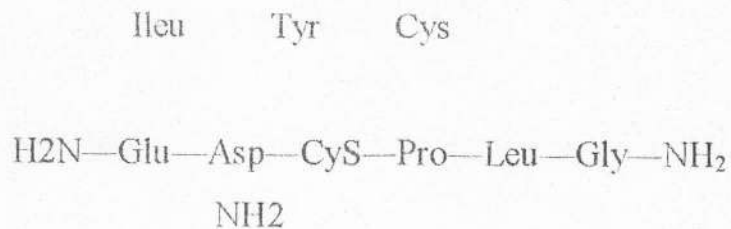
On les représente conventionnellement d'une manière simplifiée en désignant chaque fragment $\text{---NH---CH(R)---CO---}$ par une abréviation du nom de l'acide aminé correspondant (habituellement les trois premières lettres de son nom) [7].

Entre ces abréviations on place une flèche qui, par convention, est orientée du ---CO--- vers le ---NH--- de la liaison qu'elle représente (ces flèches indiquent donc aussi le sens le quel on énumère les restes d'acides aminés pour former le nom du peptide). Enfin, il convient d'ajouter H et OH aux extrémités du schéma ainsi élaboré [8].

Les deux peptides cités plus hauts se représenteraient donc ainsi :



Le schéma ci-dessous représente un peptide plus complexe, l'oxytocine



4-2-Propriété des protéines :

Les protéines n'ont pas un point de fusion défini et subissent, sous l'action de la chaleur, des transformations diverses irréversibles («dénaturation»), dont la coagulation du blanc d'œuf à chaud est un exemple. Lorsqu'elles sont solubles, elles ne donnent pas des solutions vraies mais des solutions colloïdales qui précipitent par des addition d'un électrolyte (exemple : précipitation de la caséine en solution colloïdale dans le lait sous l'action des acides) [3].

CHAPITRE II
GENERALITE SUR CYSTINE

CHAPITRE -II

1- Définition :

Le terme Cystine a été introduit par Wollaston en 1810 pour désigner un composé organique qu'il avait isolé de deux pierres urinaires [1].

Les cystines sont des plaques incolores et plates avec une forme hexagonale caractérisée par des cotés égaux ou inégaux [9].

La cystéine ou acide α -amino β - mercaptopopionique renferme du soufre le groupement $-SH$ est relativement réactif. Il est important de noter que la cystéine, libre ou engagée dans une liaison peptidique, est facilement déshydrogénée [7].

Par condensation de deux molécules ; il se forme de la cystine (Cys-Cys), forme oxydée de la cystéine ;qui existe aussi à l'état libre .Par sa fonction diaminedicarboxylique, la cystine peut être constitutive de deux chaînes peptidique différentes ou bien d'une seul chaîne. De tels ponts disulfure $-S-S-$ existent dans les protéines [8].

2- Autre nom de Cystine :

Cystine β' , β' - diamino - β , β - dicarboxydiethyl disulfide ;
 β' -dithiodialanine ; Alanine,3,3'-dithiobis- ; cystine ; cystine acide ;
L- ; dicystéine ; Neohrin ; L-cystéine Oxider; dithiobis(2-aminopropanoic acide) ; 3,3'-dithiodialanine [2].

3 – Historique :

En 1810 Wollaston a décrit un composé organique qu'il avait isolé de deux pierres urinaires elle est soluble dans les acides et les alcalis. il est séparé de la solution alcaline par acidification avec l'acide acétique sous forme des plaques hexagonales. Il l'a appelé anoxide à cause de sa nature apparemment amphotère (une propriété de beaucoup d'oxydes métalliques). Le composé a été analysé par Thaulow qui a donné sa formule correcte $C_6H_{12}N_2O_4S_2$, et l'a appelé la cystine au lieu d'oxyde cystique qui a été donné par Berzelius en 1833 [8].

4- Propriété physique :

- Formule :

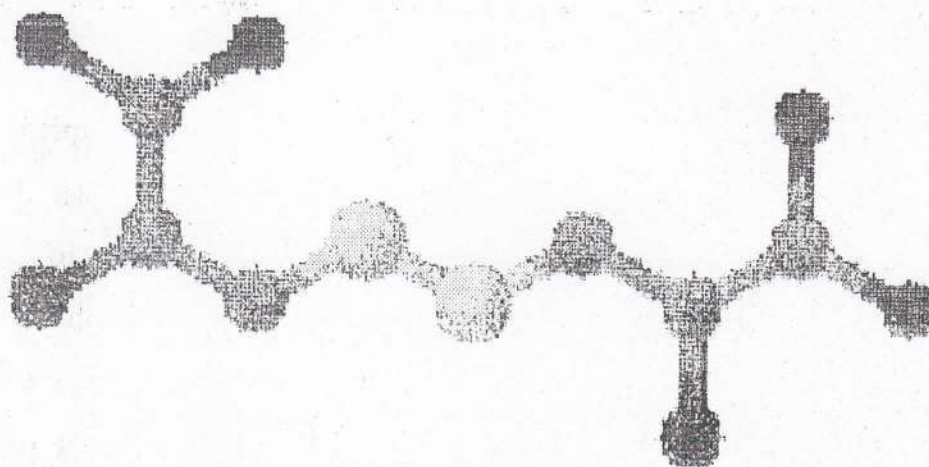
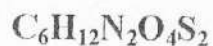
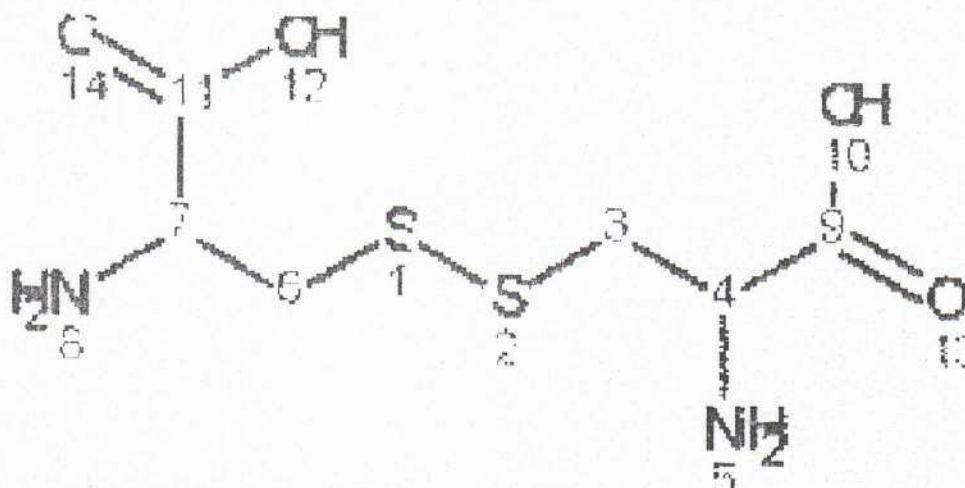


Figure N°= I : La forme spatiale de cystine

- Masse molaire : 240.30
- Composition : C(29.99%) ; H(5.03%) ; N(11.66%) ; O(26.63%) ; S(26.69%)

La formule chimique de cystine



- Indice de réfraction : =1.652
- Densité : =1.571 g/cm³
- Polarité : =22.18*10EXP(-24) [11].

5- Propriétés chimiques :

La propriété chimique la plus distincte de la Cystine est un acide aminé soufré neutre [8].

6- Occurrence dans la nature :

Les cystines sont dans leur grande majorité issues des cheveux

6- Occurrence dans la nature :

Les cystines sont dans leur grande majorité issues des cheveux humains et peau [5]. Et des pierres urinaires [8].

La teneur des cheveux humains et peau en cystines est variées entre 10 et 14% [1].

7- Rôle de la cystine :

7-1- Dans l'organisme humain :

La cystine fonctionne comme un antioxydant et donne une aide puissante au corps pour protéger contre les radiations et la pollution. Il ralentit le processus de vieillissement, en désactivant les radicaux libres[9].

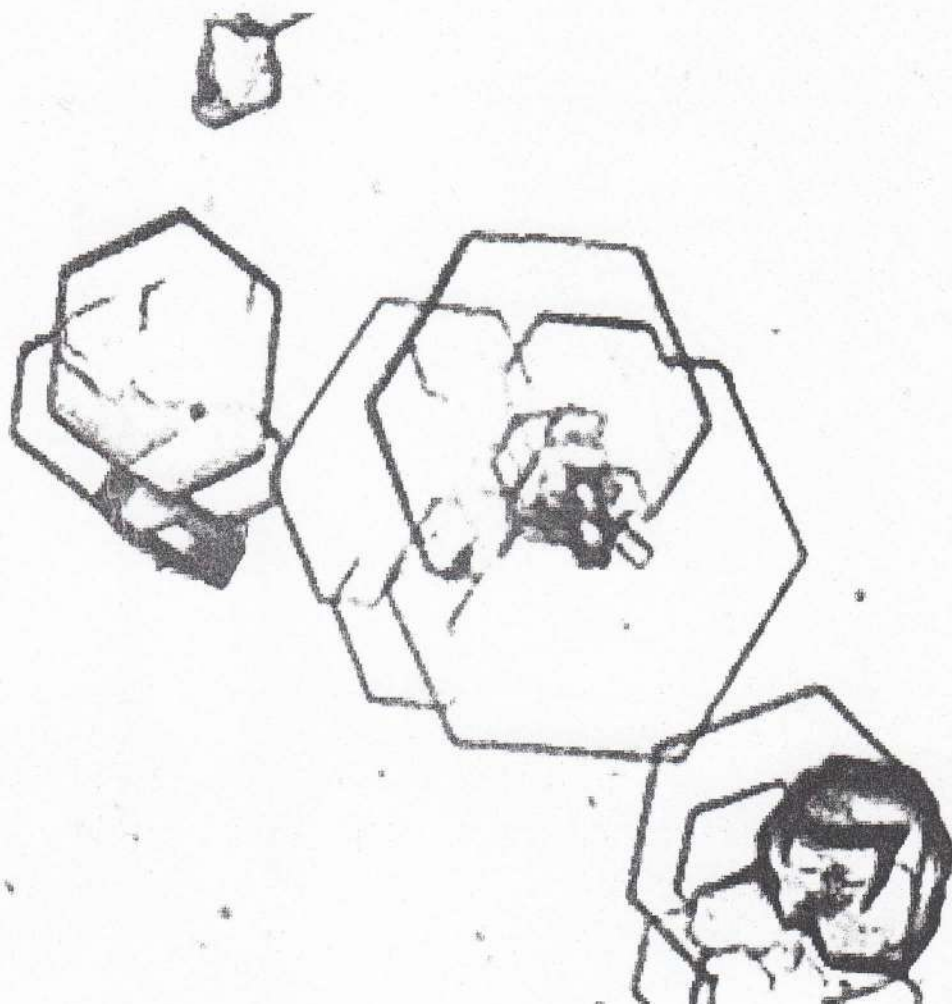
la cystine aide aussi dans la synthèse des protéine et prévient le changement cellulaire, il est nécessaire à la formation de la peau en cas de brûlures ou dans les opérations chirurgicales [1].

7-2- Dans l'industrie pharmaceutique :

La cystine est utilisée comme une matière première dans l'industrie de très vaste gamme de médicament pharmaceutique [10].

En Pharmacodynamie pour le traitement d'appoint des troubles dyspeptiques (appareil digestif et métabolisme), en Dermatologie pour le traitement d'appoint des affections phanériennes (ongles et cheveux fragiles), et en Ophtalmologie pour traitement d'appoint des troubles de la cicatrisation cornéenne [12].

Figure N°= 01 LES CRISTEAUX DES CYSTINES



CHAPITRE III
TECHNIQUE D'ANALYSE

CHPITRE -III

II-LES TECHNIQUES D'ANALYSES

Les méthodes d'extractions sont parmi les plus utilisés en analyse immédiate. Elles permettent de réaliser le transfert d'un soluté initialement contenu dans une phase solide ou liquide. Vers un solvant non miscible au premier milieu [15].

II-1-1-EXTRACTION SOLIDE -LIQUIDE :

II-1-1-1-Principe :

Lorsqu'une phase solide initiale contenant plusieurs substances chimiques, est mise dans un solvant judicieusement choisi; il est possible de réaliser une dissolution sélective d'un certain nombre de principes en utilisant successivement des liquides dont le pouvoir solvant vis-à-vis des constituants de la phase solide est différent en réalisant une dissolution fractionnée [15].

II-1-1-2-Technique de dissolution

La réduction de prélèvement en fines particules favorise l'action de la surface du contact.

Dans le cas où la phase solide est placée dans une allonge et traitée d'une manière contenue, deux types de techniques peuvent être mis en oeuvre dont les principes sont les suivant [15] :

II-2-1-EXTRACTION LIQUIDE- LIQUIDE :

II-2-1-Principe :

Elle consiste à extraire le maximum d'un soluté initialement en solution dans un solvant par un autre solvant choisi pour son grand pouvoir dissolvant vis-à-vis du soluté et sa faible solubilité vis-à-vis du premier solvant[15].

II-2-2-Technique de l'opération :

Au laboratoire on peut envisager de faire un certain nombre d'extractions successives à l'aide des ampoules à décanter de formes et de tailles diverses.

L'agitation peut être manuelle ou mécanique.

Dans l'industrie, le mélangeur est souvent distinct du décanteur, ce dernier peut faire intervenir la centrifugation pour accélérer le processus.

II-2-3-Application de la méthode :

En générale l'extraction liquide est réalisée en mettant en jeu deux phases non miscibles ; l'une aqueuse et l'autre organique.

Suivant la polarité ; les composés polaires sont plus facilement solubles dans le solvant polaire que dans les solvants neutres ; par contre les molécules organiques ont plutôt tendance à se dissoudre dans des solvants organiques, relativement hydrophobes que dans l'eau mais un grand nombre de molécules possède la possibilité de se dissoudre à la fois dans les solvants organiques non miscible. Avec l'eau et dans ce dernier

les solvants organiques non miscible. Avec l'eau et dans ce dernier liquide il en résulte que l'extraction des molécules organiques constitue une première catégorie.

II-3-LA METHODE DU BUIRET :

En milieu alcalin la liaison amide des protéines forment avec de ions cuivrique Cu^{++} un complexe tetradentate coloré en bleu et absorbant à 550nm. Cette méthode donne une relation linéaire entre l'absorbance et la concentration en protéine [14].

II-4-SPECTROSCOPIE INFRA ROUGE

En spectroscopie infra rouge ce que nous observons ce n'est pas la transition des électrons ; mais plutôt l'énergie associée à la vibration de la liaison comme des boules reliées par ressorts. On peut même démontrer que la fréquence de vibration entre deux atomes dépend de leur masses atomiques respectives selon la loi de HOOKE (qui décrit les mouvements d'un ressort) [13].

Chaque types de liaison possède une fréquence de vibration propre. Le spectre IR est donc extrêmement important par son habilité à identifier les groupements dont certaines d'entre eux possédant une fréquence extrêmement caractéristique qui permet de les identifier à coup sur comme les groupements (OH) et (C=O) [6].

Un spectre IR est représenté sur un graphe qui reporte la transmission (T, l'inverse de l'absorption : $T = 1/A$) en fonction du nombre d'onde, (l'inverse de la longueur d'onde) [10].

PARTIE EXPERIMENTALE

PARTIE EXPERIMENTAL

MATERIELS ET METHODES

I-MATERIELS :

1- Les produits chimiques :

- Cheveux humains
- Acide hydrochlorique concentré 20%
- Solution d'hydroxyde de sodium
- Acétate de sodium
- Sulfate de cuivre
- Rouge de Congo
- Méthanol

2- Appareillages :

- Un ballon rodé de 1000 ML
- Réfrigérant d'eau
- Un agitateur magnétique combiné type GALLENHAMP
- Etuve type MEMMERT
- Verre de montre
- Rota vapeur type JANE et KANKI IKA RV05-ST
- Burette
- Bêcher
- Bain d'eau (cristalliseur)
- Pipette
- Fiole à vide
- Buchner

-Balance de mesure

- marque : TANITA

- model : 1479

- précision : Max. 100 g 0 - 50 g d= 0.1
50 - 100 g d= 0.2

-Appareille IR type HYPEER

3- Préparation des produits :

1- préparations de 500 ml du HCl 20% à partir de HCl 35%

$$C_1V_1 = C_2V_2 \quad V_1 = C_2V_2 / C_1 \dots\dots\dots(1)$$

$$C_1 = 10 p d / M \quad \begin{array}{l} - d : \text{densité de HCl} = 1.19 \\ - p : \text{concentration massique} \\ - M : \text{masse molaire} \end{array}$$

$$C_1 = 10 p d / M = 10 * 1.19 * 35 / 36.5 = 11.41$$

$$C_2 = 10 p' d / M = 10 * 1.19 * 20 / 36.5 = 6.52$$

$$V_2 = 500 \text{ ml}$$

$$\text{De (1)} \quad V_1 = 6.52 * 500 / 11.41 = 286 \text{ ml}$$

Donc, on prend 286 ml de HCl 35% et on ajoute de l'eau distillée jusque 500 ml .

2- préparation d'hydroxyde de sodium 20%

On prend 20 grs. d'hydroxyde de sodium et on dissout dans 100ml d'eau Distillée avec agitation



3- préparation de solution d'acétate de sodium 20% :

On prend 20 grs d'acétate de sodium et on dissout dans 100 ml d'eau distillée avec agitation dans ballon à chauffée.

II- ECHANTILLONNAGE :**1- Cueillette de cheveux :**

On utilise les cheveux humains provenant de salons de coiffure.

2- Lavage de cheveux :

On lave bien les cheveux dans un bain avec le savon deux ou trois fois pour s'assurer de leurs propretés.

3- Séchage des cheveux :

Le séchage de cheveux a été effectué dans une étuve à une température de 40° pendant 24 heures.

CHAPITRE V
LES EXPERIENCES

I- L'EXPERIENCE N°= I:

I- 1- Extraction liquide – liquide :

Elle consiste à extraire le maximum de cystine initialement en solution dans les cheveux par une solution choisie (HCl 20%) pour son grand pouvoir dissolvant, on ajoute des cheveux propres et secs dans les portions d'environ 50 grs à 500 ml d'acide hydrochlorique concentré

(20%) dans un ballon de 1000 ml à chauffé sur un bain d'eau avec agitation, on laisse le mélange sous agitation après addition de tous les cheveux (250 grs), le mélange est bouilli sous reflux pendant cinq à six heures.

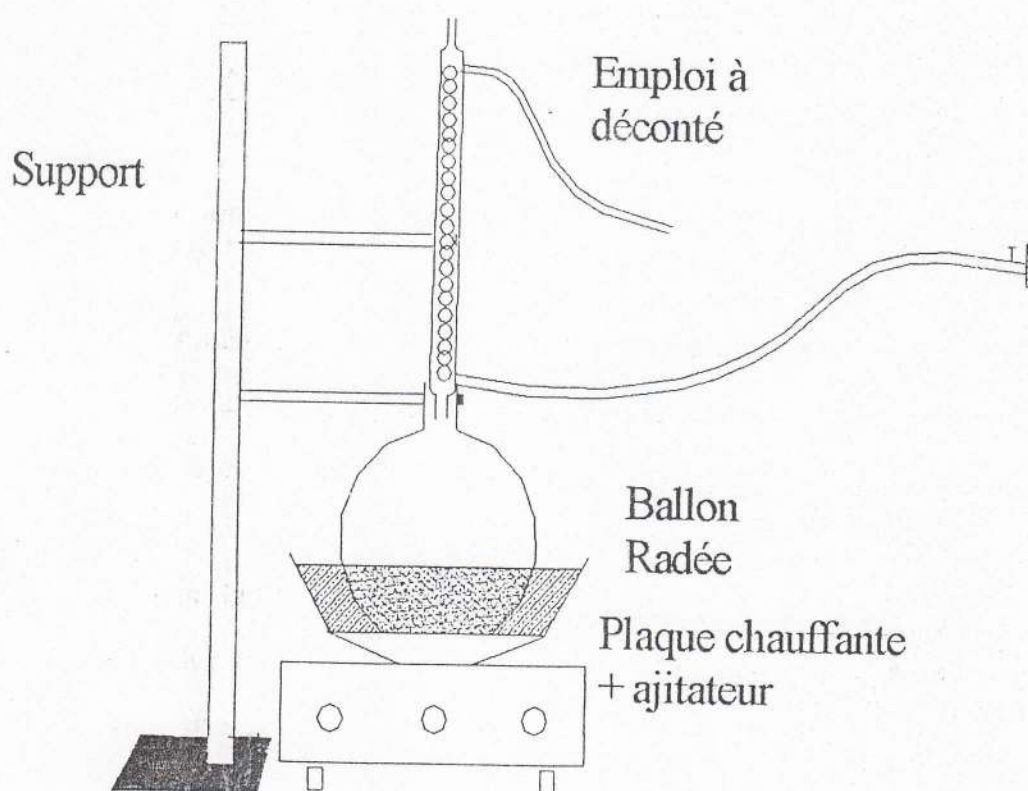


Figure N° 3 : L'extraction

I-2- Test de Biuret :

Dans un verre de montre on prend 1 ml de mélange (échantillon) (+2 ml) d'hydroxyde de sodium concentré avec 1 ml de sulfate de cuivre (1%).

-Si elle donne une couleur violette cela implique l'existence de protéines, dans ce cas on arrête la bouillie de mélange, et on laisse refroidir lentement

I-3- Neutralisation :

On neutralise le mélange partiellement avec 250 ml de solution d'hydroxyde de sodium et en complète avec 150 ml d'acétate de sodium, le papier de rouge de Congo est utilisé comme indicateur de neutralisation complète (le virage de changement de couleur de rouge de Congo est entre 3 et 5

- Si le pH de mélange est inférieur à 3 la couleur de papier sera bleu
- Si le pH de mélange est supérieur à 5 la couleur de papier sera rouge.

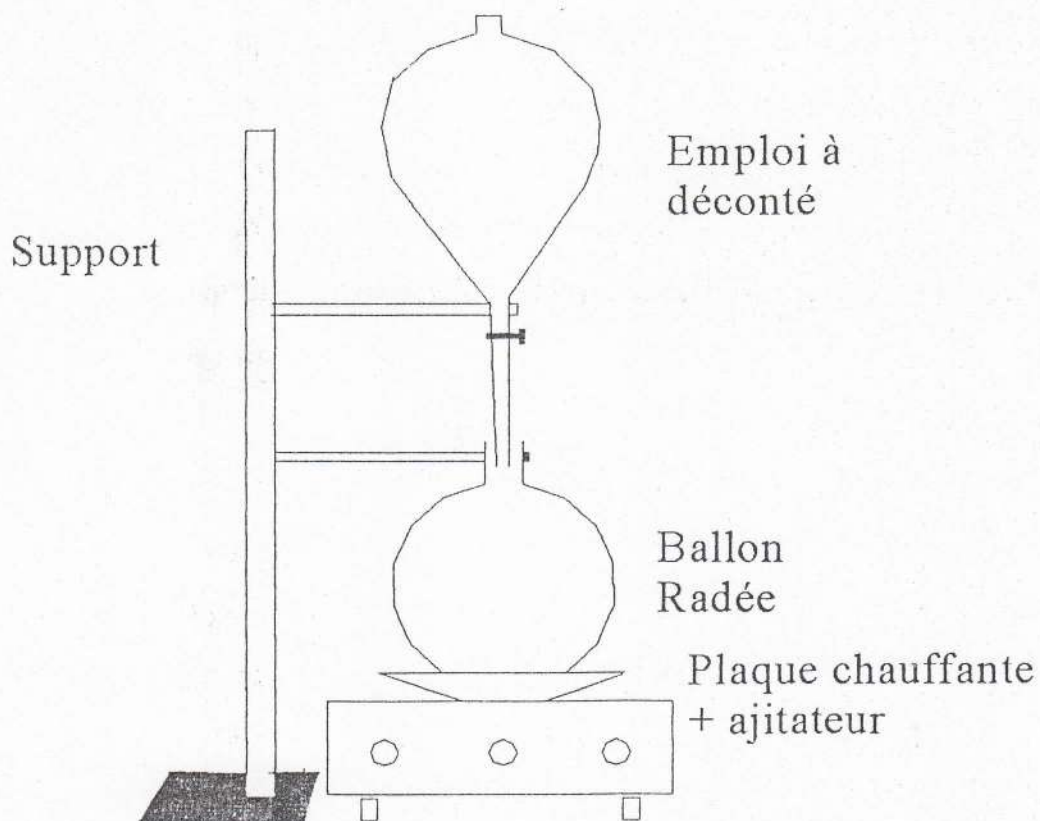


Figure N° 4 : La Neutralisation

I-4-La filtration :

On obtient un précipité brun, on transfère ce précipité dans un bûcher et on ajoute 150 ml d'acide hydrochlorique 20%. Après chauffage, on filtre la solution à l'aide d'un papier filtre, le filtrat obtenu devient clair, on le fait transférer dans un ballon et on ajoute 150 ml de méthanol, après le mélange est filtré et évaporé au rota vapeur.

I-5- Evaporation :

Le résidu sec est repris avec 100 ml d'eau, la solution devient Claire. on transfère cette solution dans un cristallisateur pour sécher.

Le séchage de la solution a été effectué dans une étuve à une température de 40° pendant 24 heures jusqu'à l'apparition des cristaux de cystines.

➤ Calcule de Rendement :

Après avoir peser le résidu obtenu, nous avons calculer le rendement de cette opération, il été de :

$$\eta = \frac{M}{M'} = \frac{15}{250} \cdot 100 = 6.0 \%$$

II- EXPERIENCE N°= 02 :**II- 1- Extraction liquide – liquide :**

Elle consiste à extraire le maximum de cystine initialement en solution dans les cheveux par une solution choisie (HCl 20%) pour son grand pouvoir dissolvant, on ajoute des cheveux propres et secs dans les portions d'environ 50 grs à 500 ml d'acide hydrochlorique concentré

(20 %) dans un ballon de 1000 ml à chauffer sur un bain d'eau avec agitation, on laisse le mélange secouer bien après additions de tous les cheveux (250 grs), le mélange est bouilli sous reflux pendant cinq à six heures.

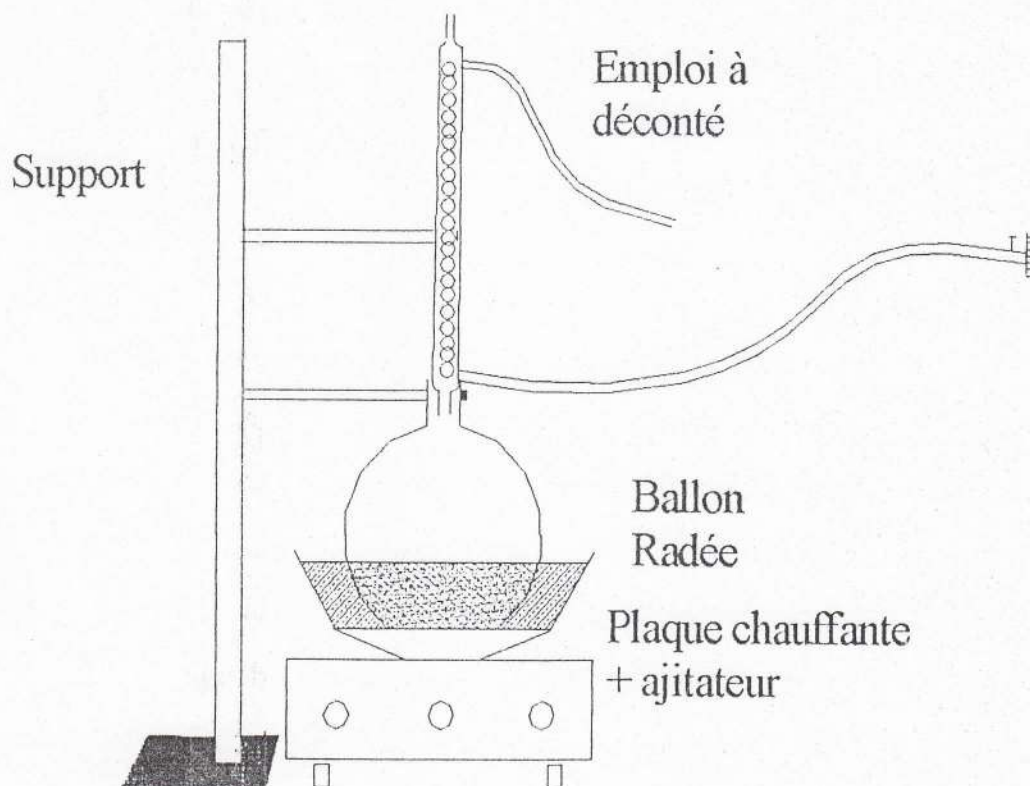


Figure N° 3 : L'extraction

II-2- Test de Biuret :

Dans une verrè de montre on prend 1 ml de mélange (Echantillon) et 2 ml d'hydroxyde de sodium concentré avec 1 ml de sulfate de cuivre 1%.

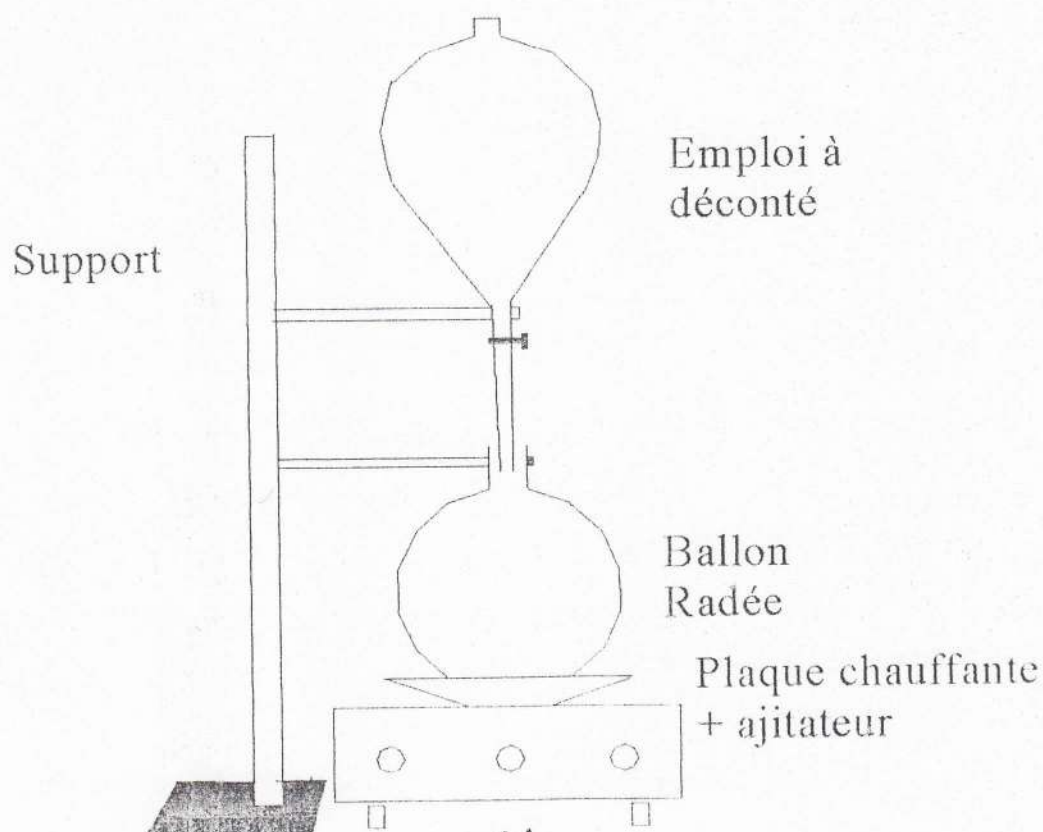
-Si elle donne une couleur violette cela implique l'existence des protéines dans Ce cas on arrête le bouilli de mélange, et on laisse refroidie lentement

II-3- Neutralisation :

On neutralise le mélange partiellement avec 250 ml de solution d'hydroxyde de sodium et complètement avec 150 ml d'acétate de sodium, le papier de rouge de Congo est utilisé comme indicateur de neutralisation complète (le virage de changement de couleur de rouge de Congo est entre 3 et 5)

- Si le pH de mélange est inférieur à 3 la couleur de papier est bleue
- Si le pH de mélange est supérieur à 5 la couleur de papier est rouge.

FIGURE N°= 04



II-4- La filtration sous vide :

On utilise la filtration sous vide pour accélérer le phénomène, la séparation de la phase liquide nécessite une fiole à vide, un joint conique en caoutchouc, un Buchner et de la tuyauterie pour éviter le problème de retour d'eau en l'interpose entre le système de filtration et la pompe à vide.

Après la filtration on obtient un précipité brun, on transfère ce précipité dans un bêcher et on ajoute 150 ml d'acide hydrochlorique 20%, et on bouillie et filtré, on rassemble le filtrat dans un becher et on ajoute 150 ml d'acide hydrochlorique et on bouillie et filtré, on combine les deux filtrats, on ajoute le charbon active et bouillie pour décolorer le mélange et filtrée.

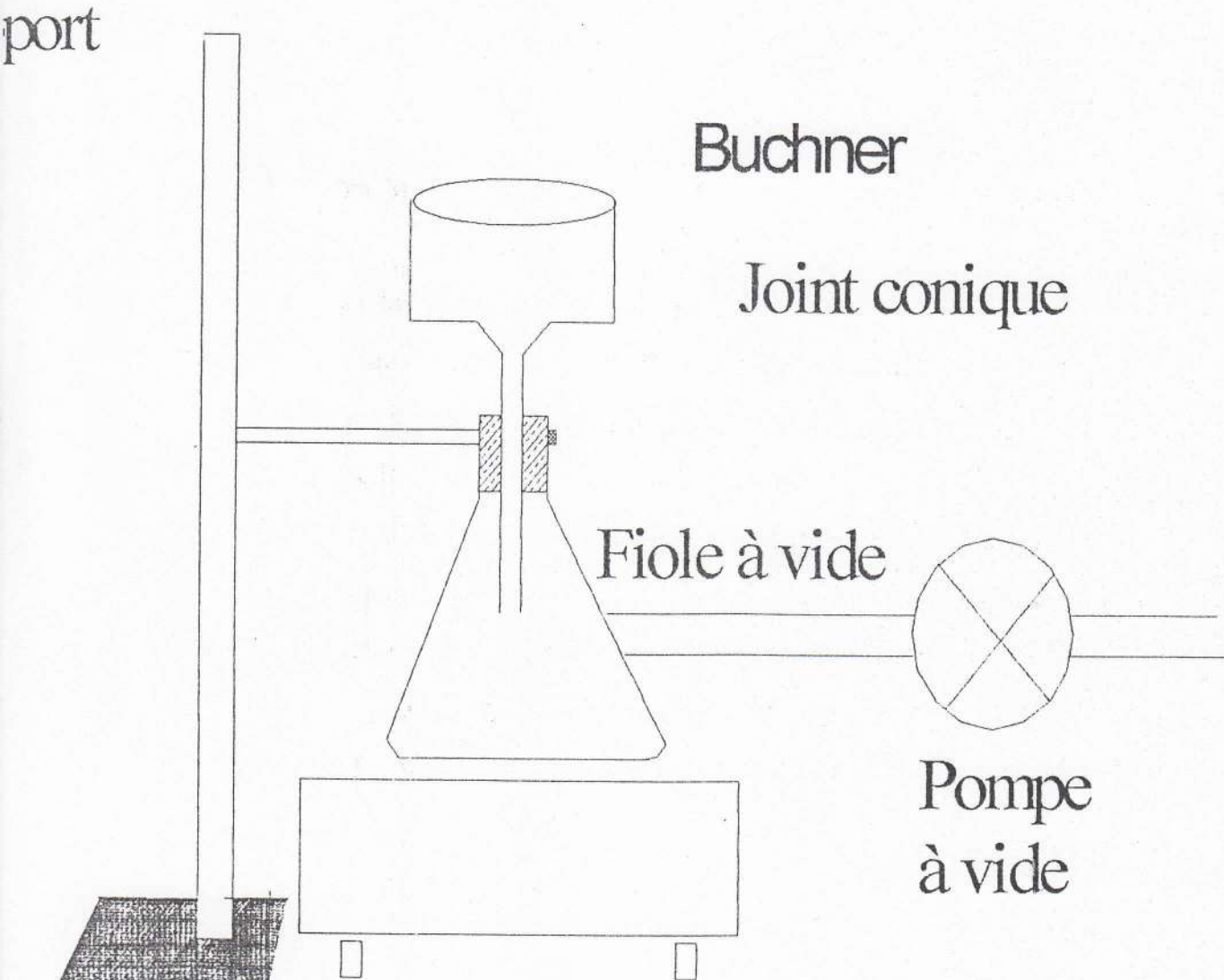


Figure N° 5 : La Filtration sous vide

II-5- Recristallisation:

Au filtrat chaud et clair on ajoute par excès une solution d'acétate de sodium Concentré.

On laisse refroidir lentement la solution dans un bain glacée et on suit avec attention jusqu'à l'apparition des cristaux hexagonales de la cystine.

➤ Calcule de Rendement :

Après avoir peser le residu obtenu, nous avons calculer le rendement de cette opération, il été de :

$$\eta = \frac{M}{M'} = \frac{18}{250} \cdot 100 = 7.2 \%$$

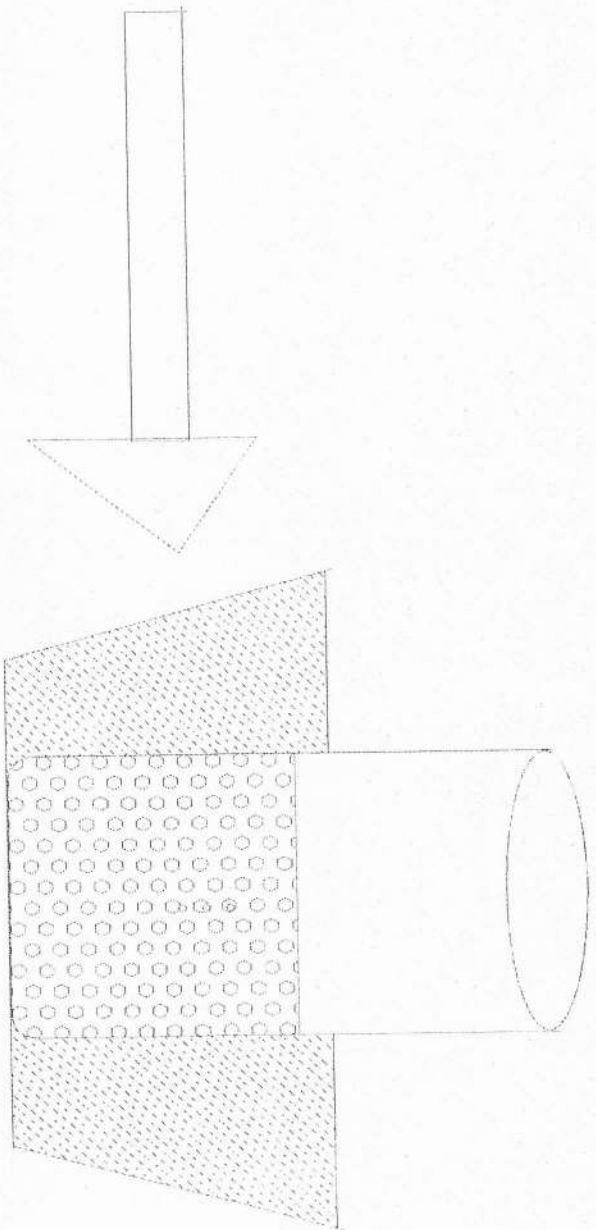
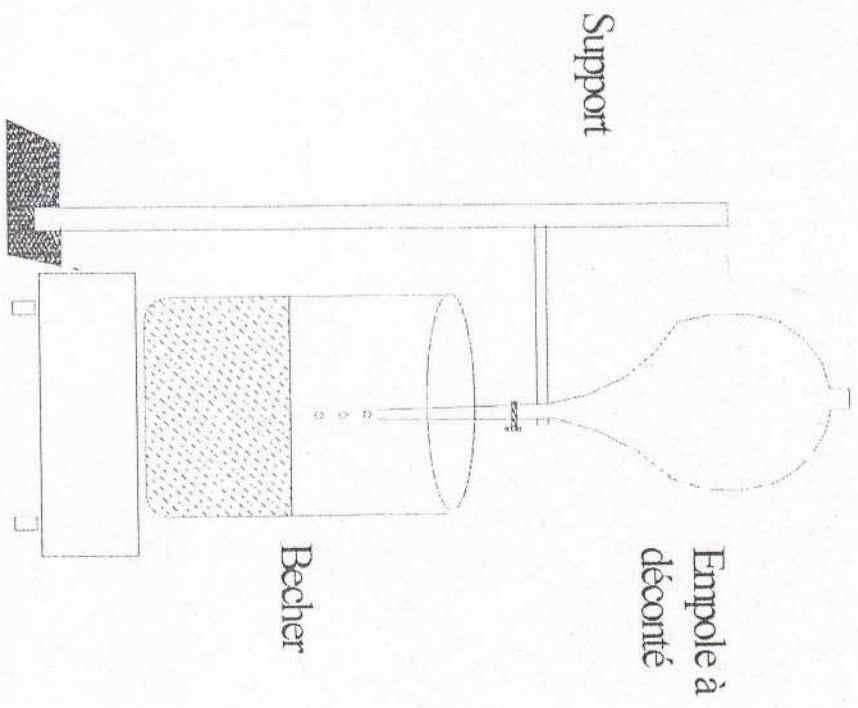


Figure N° 05 : Recristallisation

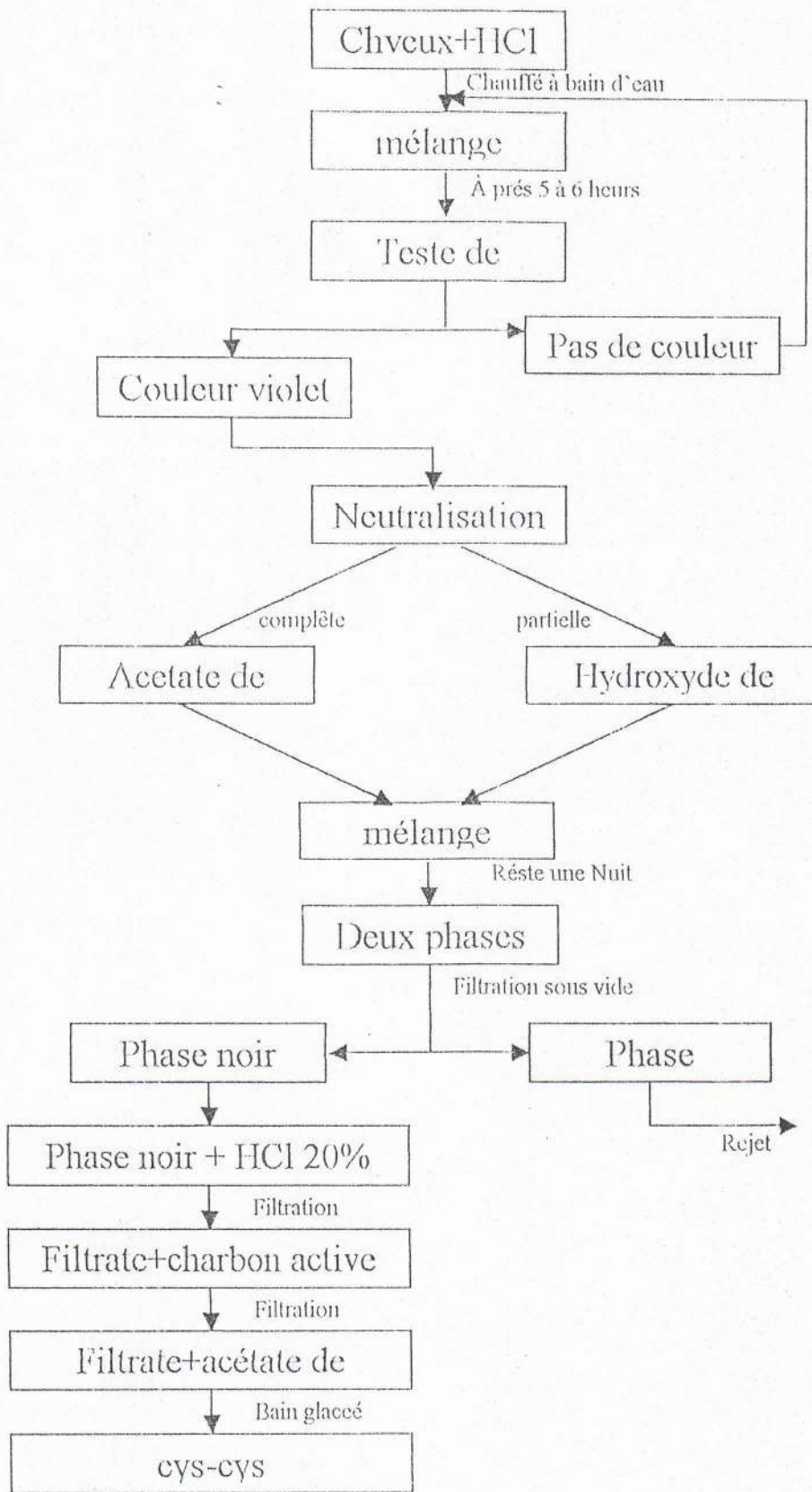


Figure N° 7 : Les étapes d'extraction de cystine

CHAPITRE VI
RESULTAT ET DISCUSSION

RESULTAT ET DISCUSSION :**Préparation de échantillon :**

Les spectres IR peuvent être obtenus à partir d'une substance dans n'importe quelle phase physique (gazeuse, liquide ou solide) ou même en solution. Le choix de la méthode appropriée s'effectue en fonction de la nature et des propriétés physiques de l'échantillon, comme le point de fusion et la solubilité.

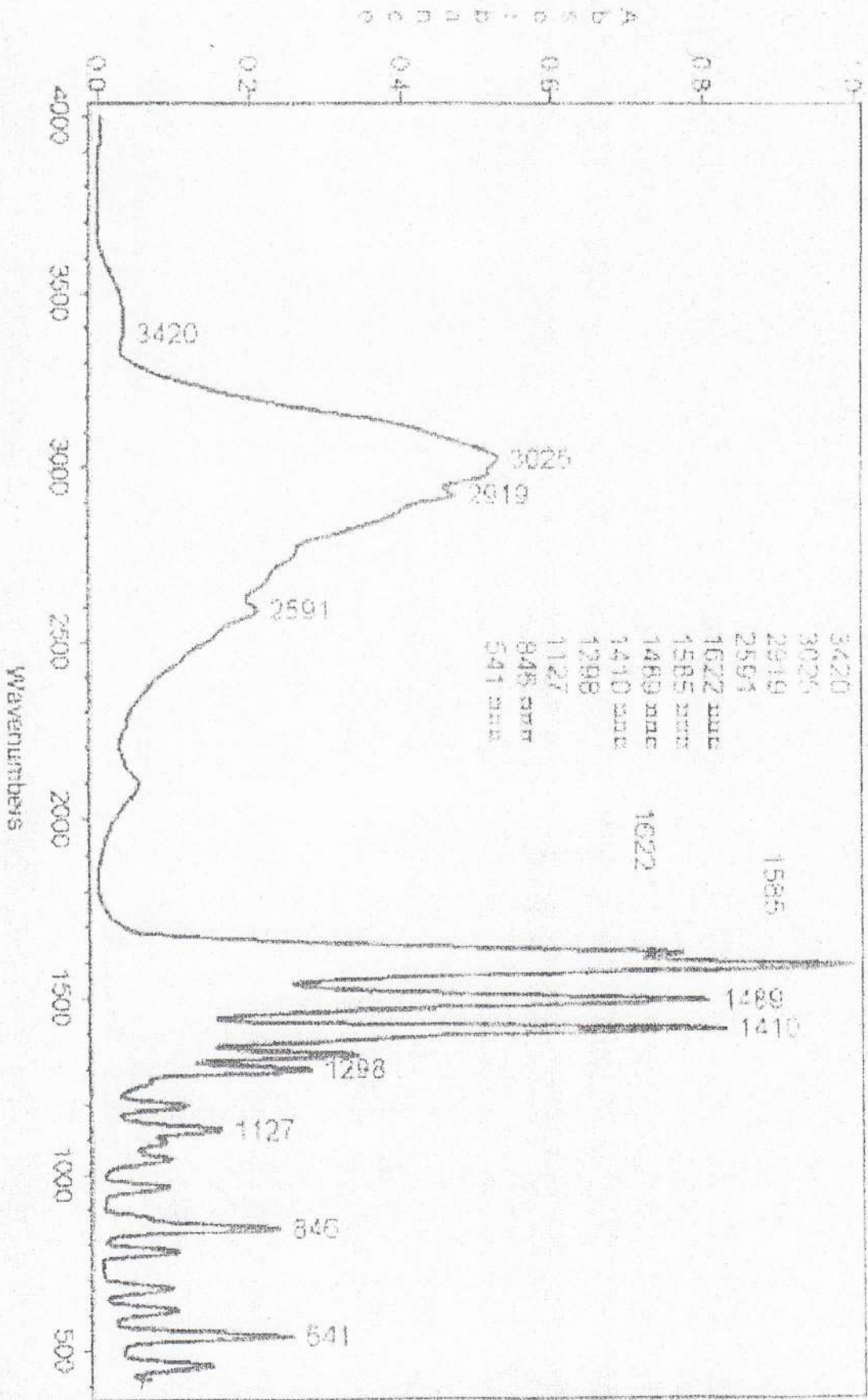
Pastillage dans du Bromure de Potassium :

La substance solide (1 mg) est mélangée intimement à une quantité de bromure de potassium (200 à 300 mg) dans un mortier d'agate et finalement comprimée dans une presse hydraulique sous vide. Le matériau se transforme en une tablette transparente, on l'appelle une pastille.

Analyse au infra-rouge :

A l'aide d'appareil IR on obtient les spectres suivants :

CYSTINE, reference



CYSTINE DE REFERENCE

TABLEAU N°= VI-01 : Fréquences de vibration des quelques liaisons

$\bar{\nu}(\text{cm}^{-1})$	Groupement
3000 — 2800	C — H aliphatique
3500 — 3100	N — H
3500 — 3300	O — H

2919 cm : vibration d'élongation de (C—H).

3025 cm : une bande large indique la présence d'un (O—H) libre.

3420 cm : vibration de d'élongation de (N—H) symétrique et antisymétrique
les amines secondaires absorbent faiblement.

TABLEAU N°=VI-02 : Fréquences de vibration des quelques liaisons

$\bar{\nu}(\text{cm}^{-1})$	Groupement
1680 — 1600	C=O
1360 — 1030	C—NH ₂
1200 — 600	C—S—
1300 — 1000	C—OH

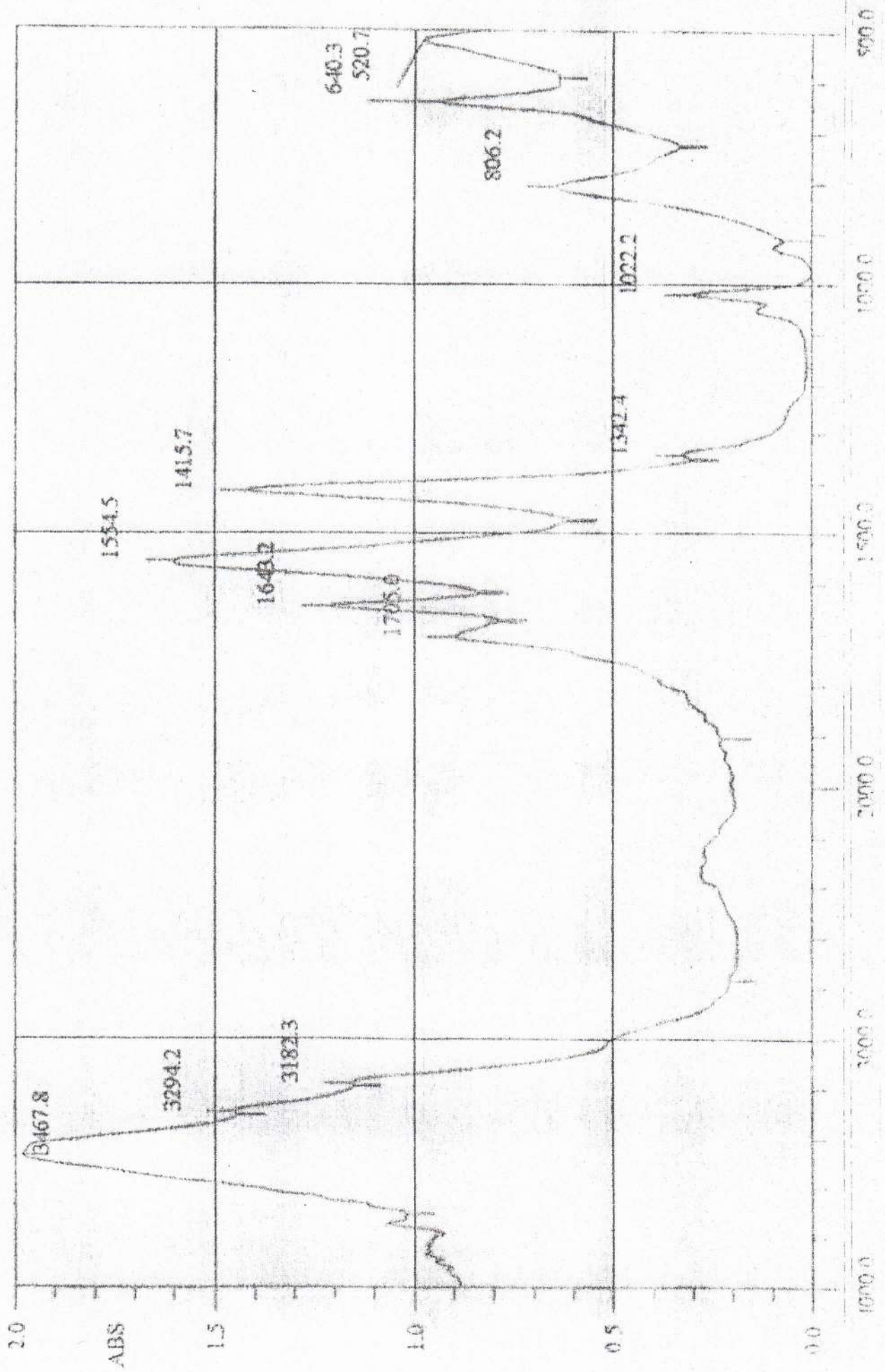
1622 cm : vibration de déformation de (N—H) dans les amides.

1298 cm : vibration d'élongation de (C—NH₂).

1127 cm : vibration de (C—S).

0846 cm : vibration d'élongation de alcane (C—C).

** Le spectre d'échantillons est le suivant :



En étudiant le spectre IR d'échantillon, on trouve les bandes suivants :

3467.8 cm : vibration d'élongation de (O—H).

3294.2 et 3182.3 cm : vibration de deux bande de (CONH) à l'état solide.

1643.2 et 1554.5 cm : vibration de déformation de (N—H).

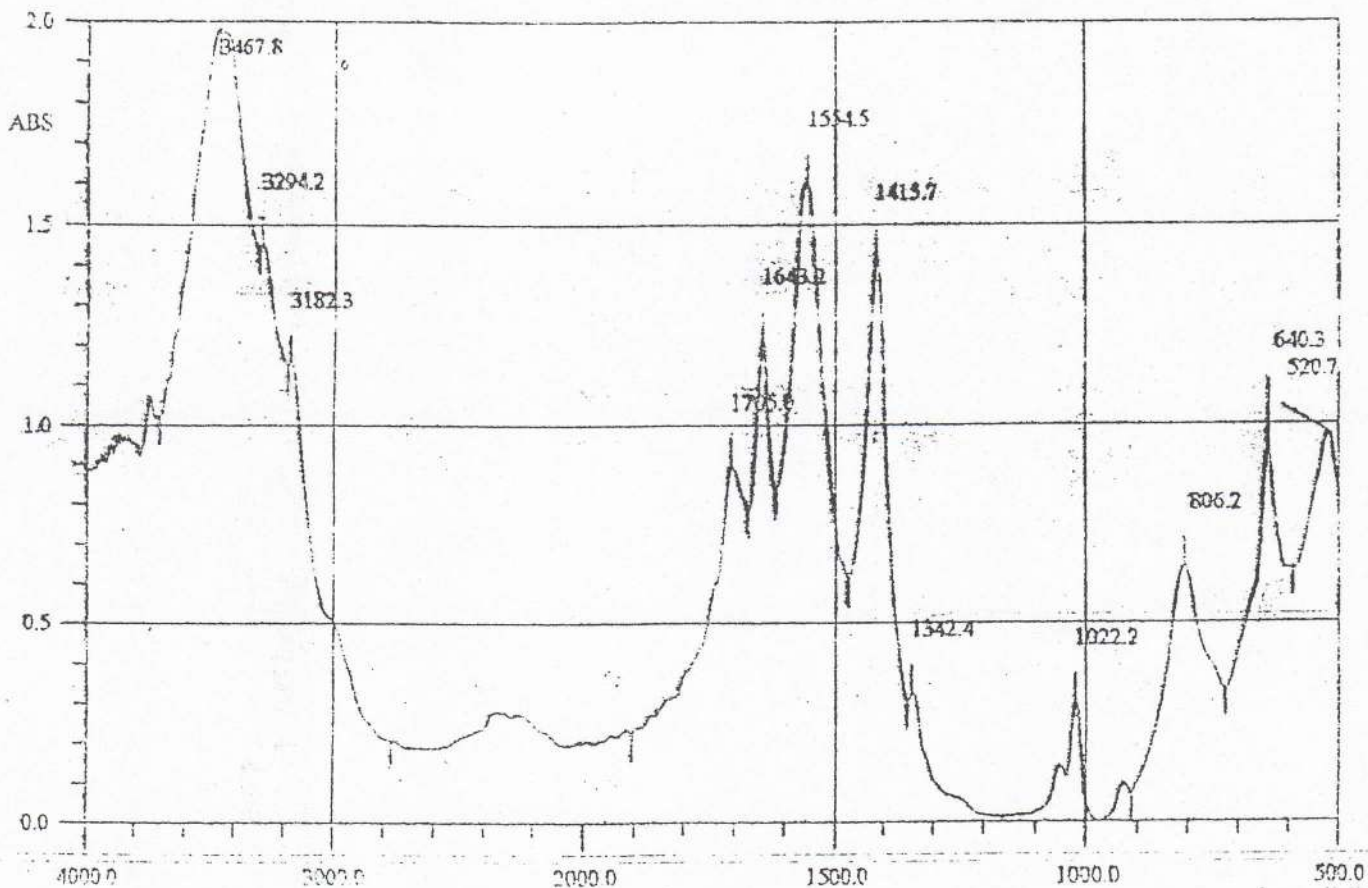
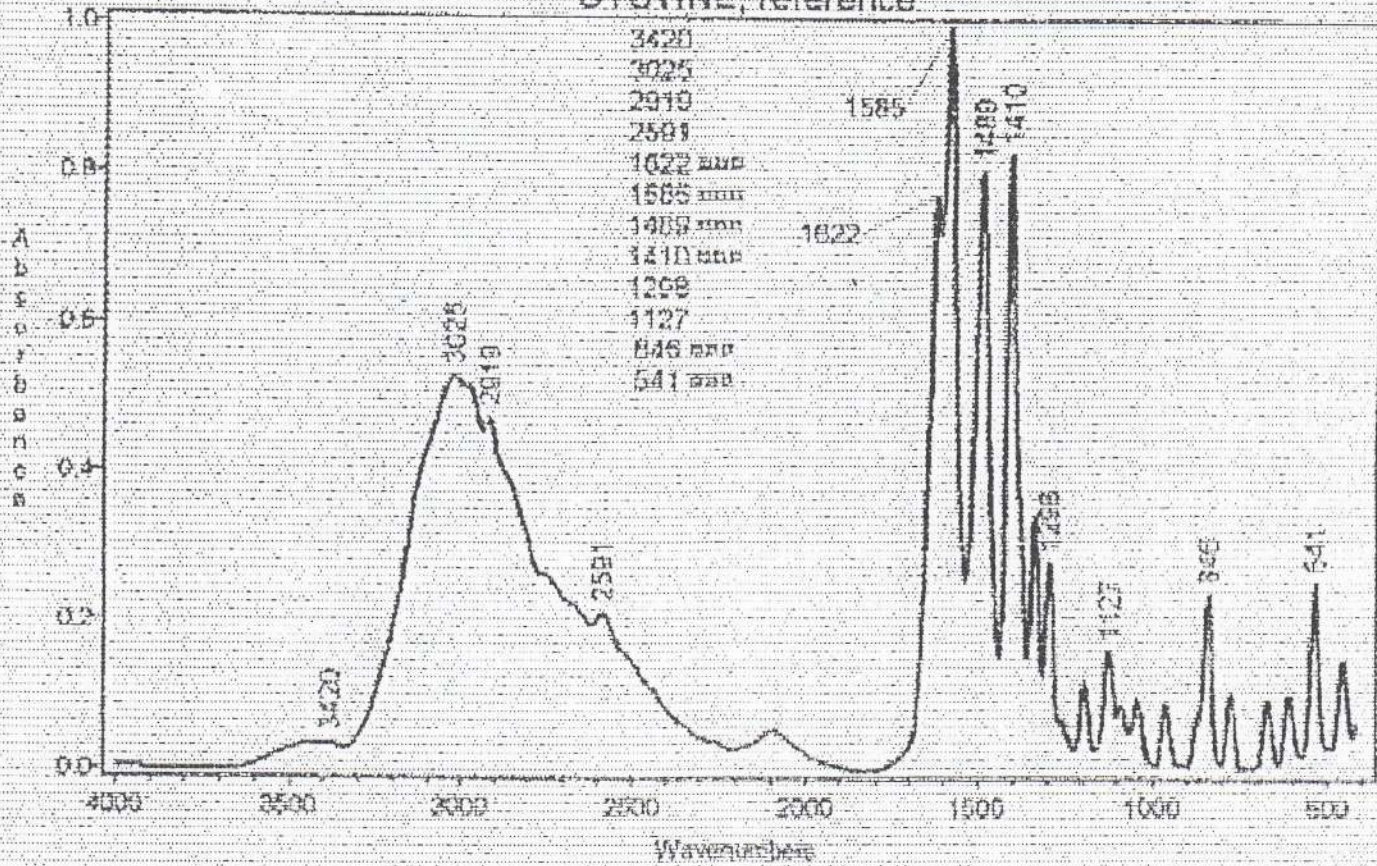
1415.7 cm : vibration d'élongation de (C=O).

1022.2 cm : vibration de (C—S).

0806.2 cm : vibration d'élongation de alcane (C—C).

De même, les résultats obtenus du spectre IR confirme que cet échantillon est du cystine si en compare ces résultats par rapport au spectre de référence du cystine.

CYSTEINE, référence



CONCLUSION

Cette étude nous a permis de maîtriser les techniques d'extraction des acides aminés et d'améliorer celle de la cystine à partir des cheveux humains.

L'analyse des spectres IR à transformée de FOURIER nous a permis de confirmer la structure de la cystine grâce à leur comparaison avec le spectre de référence.

La cystine extraite peut être utilisée dans d'autres synthèses organiques comme matière première à bas prix de revient.

LISTES DES TABLEAU

TABLEAU N°= I-1 : Principaux acides amines neutres

TABLEAU N°= VI-1 : Fréquences de vibration des quelques liaisons

TABLEAU N°= VI-2 : Fréquences de vibration des quelques liaisons

LISTE DES FIGURES

- Figure N° 1 : La forme spatiale de cystine
Figure N° 2 : Les cristaux des cystines
Figure N° 3 : L'extraction
Figure N° 4 : La Neutralisation
Figure N° 5 : La Filtration sous vide
Figure N° 6 : Recristallisation
Figure N° 7 : Les étapes d'extraction de cystine
Figure N° 8 : Le spectre infra rouge de Cystine reference
Figure N° 9 : Le spectre infra rouge de Cys 2