



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة غرداية

N° d'enregistrement

Université de Ghardaïa

/...../...../...../.....

كلية العلوم والتكنولوجيا

Faculté des Sciences et de la Technologie

قسم هندسة الطرائق

Département de Génie des Procédés

Mémoire

Pour l'obtention du diplôme de Master

Domaine: Sciences et Technologie

Filière: Génie des Procédés

Spécialité: Génie Chimique.

Thème

Évaluation physico-chimique et l'activité biologique des extraits des grains de coton et leur utilisation dans la production de biodiesel et bioadsorbant

Par

HAMEL Marwa Lamise

OULED BRAHIM Sabrina

Devant le jury composé de:

Mr. BABAARBI Ilias	MAA	Université de Ghardaïa	Encadreur
Dr. KHANE Yasmina	MCB	Université de Ghardaïa	Co-Encadreur
Dr. MANSOURI Khaled	MCB	Université de Ghardaïa	Examineur 1
Dr. RAACHE Imane	MCB	Université de Ghardaïa	Examineur 2

Année universitaire 2020/2021



Dédicace



*Je tenais à remercier avant tout Allah pour tout ce qui est passé cette année
Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut... Tous les
Mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, Le respect*

Je dédie ce modeste travail:

*A ceux qui m'ont entretenus sur leur amour et l'amour de la science, Qu'ils
Sachent que ce travail est en partie le fruit de leur soutien ; je leur suis
Très reconnaissant. Ma mère et mon père sont ma vie Je suis fier de vous
, Leur fierté à mon égard aujourd'hui est pour moi la meilleure des récompenses.*

A mon frère: Mustapha et mes sœurs: Laila, Asma

Qui m'ont poussé à continuer

Mes amis: Keltoum , Abdel raouf , Abdel aziz ,Lamis ,Safa .

*Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit
possible, je vous dis merci.*



Sabrina





*Je m'incline devant Dieu tout puissant qui m'a ouvert la
Porte du savoir et m'a aidé la franchir.*

C'est avec grand plaisir que je dédie cet humble travail

A ma grand-mère, que Dieu lui fasse miséricorde

*A mon père pour son soutien et son amour, à ma mère je dédie ma vie toute
entière car sans toi je n'aurai été ce que je suis aujourd'hui.*

A mon tante je remercie d'avoir cru en moi et en mes capacités

Mes amis: keltoum , Abdel Aziz, Abdel raouf , safa ,Sabrina ;

A mon binôme : Sabrina

Mes camarades de promotion

*Tous mes enseignants surtout Ms Khane Yasmine Et tous ceux qui m'ont
consacré temps, patience, et conseils surtout dans*

Les Moments difficiles.





Remerciements

Avant toute, nous remercions Dieu qui nous a guidé tout le long de ce chemin afin de réalisation ce modeste travail.

Nous souhaiterions tout d'abord remercier Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique ainsi que l'Université de Ghardaïa.

Nous remercions Mr. BABARBI Lias et Dr. KHANE Yasmine qui ont contribué au succès de notre stage et qui nous ont aidées lors de la rédaction de ce mémoire.

Nous remercions vivement les membres des jurys ; Merci à Dr.MANSOURI Khaled.et merci aussi à Dr. RAACHE Imane qu'a accepté d'examiner ce travail

Nous remercions également à tous membres de laboratoire, chercheurs, techniciens et ingénieurs avec qui nous eut le plaisir de travailler.

Nous remercions également Mr Aouf Dajaber et MELLE Imène drbali ingénieures du labo de génie de procédé pour leurs temps et d'avoir mis tous les moyens à notre disposition et nous n'oublie pas de remercier ingénieures de labo biologique.

Nous remercions tous nos enseignants qui nous ont suivis le long de nos études et tous qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

*Enfin, nous remercions tout la promo de Génie Chimique
2021.*

Merci à tous



Résumé

Dans le sud de l'Algérie, la diversité végétale comprend certaines espèces connues pour une utilisation limitée en médecine populaire, car elles ne sont pas endémiques à la région, telles que le *Gossypium* du cotonnier, où l'attention se concentre sur ses brins et l'abandon d'autres parties, comme les semences, les feuilles et les lotions comme déchets agricoles ou industriels. Nous avons décidé de faire une valorisation de l'une de ces parties négligées qui représente 46% de la fleur de la plante *Gossypium Arboreum*, à savoir les graines par une étude phytochimique et activité biologique (activité antioxydante, antibactérienne).

On a fait une macération des grains de *Gossypium Arboreum* par solution éthanol-eau puis on a réalisé une extraction par différent solvant (éther de pétrole, acétate d'éthyle, chloroforme, n-butanol) en on a réalisé des tests physico-chimique pour identifier les compositions bioactives. Les résultats montrent que les grains coton sont contenus des composés secondaires tels que Phénols, flavonoïdes, alcaloïde.).

L'évaluation du pouvoir antioxydant des extraits avec la méthode du DPPH a été montrée que l'extrait acétate d'éthyle est doté d'une activité antioxydant importante, mais relativement faible que celle d'acide ascorbique. et les autres extraits ont été révélés une faible efficacité antioxydant.

En plus, L'étude de l'activité antibactérienne des extraits contre une souche bactérienne Gram + (*Staphylococcus aureus*), deux Gram – (*Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*) et une levure (*Candida albicans*); notre résultat montre que l'effet d'activité antibactérienne est varié selon le type des bactéries.

Pour une meilleure valorisation des grains de coton par la fabrication de biodiésel à-partir de l'extraction et estérification de leur huile; ces résultats obtenus a été comparé par des caractéristiques mondiale. D'autre part, nous avons exploité les résidus d'extraction avec une excellente utilisation des polluants colorés comme vert malachite

Mots clés: *Gossypium Arboreum*, extraction, activité biologique, biodiesel, adsorption

Abstract

In southern Algeria, plant diversity includes some species known to have limited use in popular medicine, as they are not endemic to the region, such as cotton gossypium, where attention is focused on its strands and the abandonment of other parts, such as seeds, leaves and lotions as agricultural or industrial waste. We decided to make a valuation of one of these neglected parts that represents 46% of the flower of the plant *Gossypium Arboreum*, namely the seeds by a study phytochemical and biological activity (antioxidant activity, antibacterial).

The grains of *Gossypium Arboreum* were macerated with ethanol-water solution and extracted with different solvents (petroleum ether, ethyl acetate, chloroform, and n-butanol) in physico-chemical to identify bioactive compositions. The results show that cotton kernels contain secondary compounds such as Phenols, flavonoids, alkaloids).

The assessment of the antioxidant potency of the extracts using the DPPH method has been shown that ethyl acetate extract has significant antioxidant activity, but relatively low as that of ascorbic acid and other extracts have been shown to be low antioxidant effectiveness.

In addition, the study of antibacterial activity of extracts against a bacterial strain Gram positive (*S. aureus*), two Gram negative (*E. coli*, *P. aeruginosa*) and one yeast (*Candida albicans*); our result shows that the antibacterial activity effect is varied according to the type of bacteria.

For a better valorization of cotton grains by the manufacture of biodiesel from the extraction and esterification of their oil; these results obtained have been compared by world characteristics. On the other hand, we exploited the extraction residues with excellent use of colored pollutants like green malachite.

Keys words: *Gossypium Arboreum*, extraction, biological activity, biodiesel, adsorption

الملخص

في جنوب الجزائر ، يشمل التنوع النباتي بعض الأنواع المعروفة باستخدامها المحدود في الطب الشعبي ، حيث إنها ليست متوطنة في المنطقة ، مثل القطن *Gossypium* ، حيث يتركز الاهتمام على خيوطه والتخلي عن أجزاء أخرى ، مثل البذور والأوراق والمستحضرات كنفایات زراعية أو صناعية. قررنا إجراء تقييم لأحد هذه الأجزاء المهملة والذي يمثل 46% من زهرة نبات *Gossypium Arboreum* ، أي البذور من خلال دراسة نشاط كيميائي نباتي وبيولوجي (نشاط مضاد للأوكسدة ومضاد للبكتيريا).

تم تقييم حبيبات *Gossypium Arboreum* بمحلول ماء إيثانول ثم تم إجراء الاستخلاص بمذيب مختلف (إثير البترول ، أسيتات الإيثيل ، الكلوروفورم ، n-بيوتانول) وتم إجراء اختبارات فيزيائية كيميائية لتحديد التركيبات النشطة بيولوجياً. بينت النتائج أن بذور القطن تحتوي على مركبات ثانوية مثل الفينولات والفلافونويد والقلويد).

أظهر تقييم القوة المضادة للأوكسدة للمستخلصات باستخدام طريقة DPPH أن مستخلص أسيتات الإيثيل يتمتع بنشاط هام كمضاد للأوكسدة ، ولكنه ضعيف نسبياً من نشاط حمض الأسكوربيك. وقد ثبت أن المستخلصات الأخرى تحتوي على نشاط مضاد للأوكسدة عالي . كفاءة منخفضة في مضادات الأوكسدة.

بالإضافة إلى ذلك ، دراسة النشاط المضاد للبكتيريا للمستخلصات ضد سلالة بكتيرية غرام موجب (*aureus* Staphylococcus) ، واثنين من الجرام سالب (*Escherichia coli* ، *Pseudomonas aeruginosa*) وخميرة (*Candida albicans*)

من أجل تمييز أفضل لحبوب القطن من خلال تصنيع وقود الديزل الحيوي من استخراج وأسترة زيوتها ؛ تمت مقارنة هذه النتائج التي تم الحصول عليها من خلال الخصائص العالمية. من ناحية أخرى ، قمنا باستغلال مخلفات الاستخلاص باستخدام ممتاز للملوثات الملونة مثل اخضر الملاكيث.

الكلمات المفتاحية: *Gossypium Arboreum* ، الاستخلاص ، النشاط البيولوجي ، وقود الديزل الحيوي ، الامتزاز

Liste Tableau

et

Figure

Liste des tableaux

Chapitre I: Généralité sur coton

Tableau I. 1: présentation les type principale de <i>Gossypium</i>	7
Tableau I. 2: Compositions de la fibre du coton.....	14
Tableau I. 3: Composition de graine de coton.....	15

Chapitre II: Métabolisme secondaire et les méthodes d'extraction

Tableau II. 1 : structure des squelettes des polyphénols.....	21
Tableau II .1: Solvants et composés phytochimiques	32

Chapitre III: les applications des grains coton

Tableau III. 1: Les éléments chimiques d'huile de coton.....	41
Tableau III. 2: Quelques propriétés physique et chimique d'huile de coton.....	41
Tableau III. 3: Caractéristiques carburant de l'huile de coton naturelle et d'un ester éthylique comparées avec 7 autres huiles végétales et le gazole.....	42
Tableau III.4: comparaison entre fioul et huile de coton.....	43

Chapitre IV: Partie Pratique

Tableau IV .1: tableau des produits et Matériels	49
Tableau IV. 2: les tests phytochimique appliqué.....	63
Tableau IV. 3: Souches microbiennes	67
Tableau IV .4: Souches fongiques	68
Tableau IV. 5: Quantités des réactifs utilisés	72
Tableau IV .6: Propriétés de vert malachite	75

Chapitre V: résultat et discussion

Tableau V. 1:les résultats d'extraction	80
Tableau V. 2 : Les résultats des analyses physicochimiques des poudres de graine de coton.....	81
Tableau V. 3: Les résultats de Caractérisation physico-chimique de l'extrait des grains de coton.....	81
Tableau V. 4 : les résultat de test phytochimique	83
Tableau V. 5: Comparaison entre les résultats de test phytochimiques entre graine de <i>Gossypium herbaceum</i> et <i>Gossypium arboreum</i>	84
Tableau V. 6: Sensibilité des souches microbiennes en fonction des zones d'inhibition sont exprimés selon quatre niveaux d'activité.....	89
Tableau V. 7: zones d'inhibitions atteintes avec les différentes souches étudiées.....	90
Tableau V. 8: Résultats d'extraction	92
Tableau V. 9: Caractéristique d'huile obtenir.....	93
Tableau V. 10 : Comparaison entre la densité obtenir et densité d'autre étude	93
Tableau V. 11 : Comparaison entre les résultats de indice de réfraction de biodiésel obtenir et indice de réfraction de diesel en les normes international	94
Tableau V. 12: Comparaison entre les résultats de Point éclair (°C) et de biodiésel obtenir et indice de réfraction de diesel en les normes international	95

Liste des figures

Chapitre I: Généralité sur coton

figure I. 1: Plant de <i>Gossypium arboreum</i>	4
figure I. 2: Les saisons de croissance du coton dans certaines régions du monde.	5
figure I. 3 : Distribution de quatre principaux types de coton dans le monde.....	5
figure I. 4 :Fleurs de <i>Gossypium hirsutum</i>	7
figure I. 5: Fleurs de <i>Gossypium barbadense</i>	7
figure I. 6: <i>Fleurs de Gossypium herbaceum</i>	8
figure I. 7: <i>Fleurs de Gossypium arboreum</i>	8
figure I. 8 :a)Morphologie du cotonnier b) capsule de coton	10
figure I. 9: Cycle de développement du cotonnier	11
figure I. 10: Cycle de vie du coton.....	11
figure I. 11: vue microscopique de la structure de la fibre du coton.....	13
figure I. 12 : Structure du poil de coton	13
figure I. 13: Coton.....	13
figure I. 14: structure chimique de la fibre du coton.....	14
figure I. 15: Coupe longitudinale de graines de coton	15
figure I. 16 : a) Tourteau de coton pour nourrir les animaux ;b) Tourteau de coton.....	15
figure I. 17: : Autre utilisation de Tourteau de coton.....	16
figure I. 18: a)graine de coton b) huile de coton	18

Chapitre II: Métabolisme secondaire et les méthodes d'extraction

figure II. 1 : Dérivés de l'acide benzoïque formule générale	22
figure II. 2 : Dérivés de l'acide cinnamique formule générale	22
figure II .3:Structure de base de coumarine	23
figure II. 4 : Structure des alcools formant la lignane et la lignine	23
figure II .5: Squelette général des flavonoïdes.....	24
figure II .6: Etapes de la macération	29
figure II .7: Schéma de l'extracteur Soxhlet	29
figure II .8: Réaction soluté solvant.....	30
figure II. 9: Schéma du processus d'extraction liquide-liquide	31

Chapitre III: les application des grains coton

figure III. 1: Schématisation de la production des biocarburants.....	35
figure III. 2: Biocarburants de première génération tirés des plants	35
figure III. 3: Biocarburants de deuxième génération tires de déchets de l'agriculture et de L'exploitation forestière.....	36
figure III. 4: Les filières de 2ème génération.....	36
figure III. 5: Biocarburants de troisième génération tirés des cultures d'algues	36
figure III. 6: Schéma des filières de productions de biocarburants issus de microalgues lipidiques	37
figure III. 7: Procédé industriel de production du biodiesel.....	39
figure III. 8: Schéma simplifié de la synthèse du biodiesel	40
figure III. 9: consommation mondiale par type d'huile végétale en 2018	42

Chapitre IV: Partie Pratique

figure IV. 1: Organigramme descriptif de la méthodologie de travail	47
---	----

Liste des Figures

figure IV. 2: plant de coton	48
figure IV. 3: a. Graines de coton avant de broyer ; b et c : Graines de coton Après broyage	48
figure IV. 4 : les étapes d'extraction par macération	51
figure IV. 5: Processeur d'extraction par macération	51
figure IV. 6: Extraction liquide-liquide (éther de pétrole et filtrat).....	52
figure IV. 7: Schéma d'extraction par solvants organiques des graines de coton.....	53
figure IV. 8: a) Réaction d'acidité b)Test l'acidité libre	56
figure IV. 9: Schéma donnant un exemple d'extraction solide-liquide.....	60
figure IV. 10 : a) éliminations du méthanol avec rota vapeur b) l'extrait récupéré	60
figure IV. 11: Mécanisme de réaction de chlorure d'aluminium avec les flavonoïdes.....	63
figure IV. 12: La radication du DPPH par oxydation	66
figure IV. 13: Protocole du test de l'activité antimicrobienne	69
figure IV. 14: Montage de Soxhlet.....	70
figure IV. 15: Les étapes d'extraction d'huile de graine de coton par extracteur de Soxhlet	71
figure IV. 16: Protocole d'estérification d'huile de coton.	72
figure IV. 17: Séparation les phases.....	73
figure IV. 18: réfractomètre	74
figure IV. 19: Poudre de vert malachite	76
figure IV. 20:Les étape de préparation de biosorbant	77
figure IV. 21: Spectre d'adsorption du vert malachite en solution aqueuse.	78
figure IV. 22: courbe d'étalonnage de verte malachite	79
<u>Chapitre V: résultat et discussion</u>	
figure V. 1: pourcentage de teneur en eau.....	81
figure V. 2: test de DPPH.....	87
figure V. 3: Histogramme représente pourcentage de réduction du DPPH(%) avec différent extraits	88
figure V. 4: Histogramme de Pourcentage d'inhibition du radical DPPH et les valeurs de IC ₅₀ des échantillons testés	88
figure V. 5:les résultat de test antibactérienne avec différent extrait.....	90
figure V. 6:activité antibactérienne des différents extraits.....	91
figure V. 7: le taux de l'adsorption après différent temps de contact	96
figure V. 8: l'effet de masse déchet récupéré sur l'adsorption de vert malachite	96

*Liste des
abréviations*

Liste des abréviations

AG : Acide Gras

AFNOR : Association Française de Normalisation

FAO : Food Agriculture Organisation.

ISO : International Standard Organisation.

JORA : Journal Officiel Algérien

IC50 : Concentration Efficace à 50%

DPPH : Diphenulpicrylhydrazine

MH: Muller Hinton

KOH : Hydroxyde de potassium

NAOH : hydroxyde de soude

Abs: Absorbance.

Eq AA : équivalent d'acide ascorbique.

Eq G: Equivalent d'acide gallique

N : Normalité

pH : Potentiel d'Hydrogène

% : Pour cent.

µl : Microlitre.

M : Molaire (mol/l).

t : Temps.

Tr /min: Tour /minute

PE : Point d'éclair

Sommaire

Sommaire

Dédicace

Remerciements

Résumé

Abstract

الملخص

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale1*Première partie: Synthèse Bibliographique***Chapitre I : Généralité sur coton**

I.1. Généralité sur coton.....	4
I. 1.1. Origine et histoire	4
I. 1.2. Culture du coton:	5
I. 1.3. Taxonomie du cotonnier	6
I. 1.4. Morphologie du cotonnier	8
I. 1.5. Mode de croissance et développement de la plante	10
I. 1.6. Conditions édapho-climatiques	11
I.2. Structure du plant de coton.....	12
I.2.1. Les fibres de coton.....	12
I.2.2. Les graines de coton	14
I.2.3. Déchets du cotonnier	15
I.2.4. Utilisation de coton	15
I.2.4.1. Utilisation comme alimentation animale	15
I.2.4.2. Utilisation industrielle et énergétique:	16
I.2.4.3. Utilisation médecine	16
I.2.4.4. Utilisation alimentaire.....	17

Chapitre II : Métabolisme secondaire et les méthodes d'extraction

II.1. Métabolisme.....	19
II.1.1. Définition:	19

II.1.2. Métabolisme primaire :	19
II.1.2.1.Lipides	20
II.1.3. Les métabolites secondaires :	20
II.1.3.1. Classification des métabolites secondaires:	20
II.1.3.2. Les composés phénoliques:	21
II.1.3.3 Les alcaloïdes:.....	24
II.1.3.4. Les terpénoïdes:	24
II.1.3.5. Les saponines :	25
II.1.4. Activité biologique :	25
II.1.4. 1.Activité antioxydante:.....	25
II.1.4. 2. Activité antibactériens:	25
II.2. Procédures d'extractions	26
II.2.1. Définitions Extraction	26
II. 2.2. Méthodes d'extraction	26
II.2.2.1. Extraction liquide-liquide	26
II.2.2.2. Extraction solide-liquide.....	27
II. 2.3. Extraction solide-liquide	27
II. 2.3.1. Principe et mécanisme de l'extraction solide- liquide:.....	27
II. 2.3.2. Méthode d'extraction solide-liquide	27
II. 2.4. Extraction liquide-liquide.....	30
II. 2. 4.1. Solvant:	30
II.2.4.2. Mécanisme et le principe d'extraction par solvant.....	31
II.2.4.3. Classification des solvants selon leur structure moléculaire :	31
II.2.4.4. Critères de choix du solvant :	33

Chapitre III :Les applications des grains de coton

III. 1. Biodiesel	34
III.1.1. Généralité sur biocarburant :	34
III. 1.1.1. Définition de biocarburant (Carburants alternatifs) :	34
III.1.1.2. Type de biocarburant :	34
III. 1.1.2.1. Le biogaz :	34
III. 1.1.3. Classification des biocarburants :	35
III.1.2. Généralité sur biodiesel.....	37
III.1.2.1. Historique :	37

III.1.2.2. Définition de biodiesel :	37
III.1.2.3. La méthode de production de biodiesel :	38
III.1.2.4. Prouesse de production de biodiesel à partir d'huile végétale :	39
III.1.3. Huile coton comme biodiesel.....	41
III.1.3.1. Huile de coton	41
III. 1.3.2. Utilisation de l'huile de coton carburant	42
III2. Utilise comme adsorbant.	43
III.2.1. Définition d'adsorption	43
III.2.2. Description du mécanisme d'adsorption	44
III.2.3. Grands types d'adsorbants	44
III.2.3.1. les charbons actifs	45
III.2.3.2. Argiles	45
III.2.3.3. Les zéolithes.....	45
III.2.3.4. Adsorbants minéraux (Les alumines).....	45
III.2.3.5.gel silice	45
III.2.4. Généralité sur colorant	46

Deuxième partie :Partie Pratique

Méthode Et Matériel

I. Objectif du travail	47
II. Préparation d'échantillon	48
II.1. Présentation des plantes	48
II.2. Purification et égrenage.....	48
II.3. Séchage	48
II.4. Le broyage.....	48
III. Préparation des extraits : Extraction pour obtention des extraits végétaux	49
III.1. Matériel :	49
III.2. Extraction par macération	50
IV. Screening physicochimiques	54
IV .1. Caractérisation physico-chimique des poudres et huile de graine de coton Obtenue	54
IV.1.1. Détermination de taux d'humidité de la poudre (AFNOR, 1982)	54
IV.1.2. Détermination du pH.....	54
IV.1.3. Détermination de l'acidité titrable	55
IV.1.4. La densité relative d'huile de coton (NF ISO 6883).....	55
IV.1.5. Détermination de l'acidité libre	56
IV.1.6. Détermination du coefficient d'extinction spécifique.....	57

IV.1.7. Détermination de la teneur en pigments	58
IV.1.8. Extraction des composés phénoliques.....	59
IV.2. Test phytochimique.....	63
IV.3. Activité biologique :	65
IV.3.1. Activité antioxydant :	65
IV.3.2. Activité antibactérienne :	66
V. Application des grains de coton	70
V.1. Production de biodiesel à partir d'huile de coton.....	70
V.1.1. Extraction d'huile de coton :	70
V.1.2. La transestérification	72
V.1.3. Caractérisation du biodiesel obtenu:	74
V.2. Application comme biosorbant	75
V.1.2.1. Adsorption :	75
IV.1.2.2. Vert malachite:.....	75
V.1.2.3. Préparation de biosorbant:.....	76

Résultats Et Discussion

I. Extraction pour obtention des extraits végétaux	80
II. Screening physicochimiques.....	81
II.1. Caractérisation physico-chimique des poudres de graine et de l'huile de coton Obtenue	81
II. 1. La teneur en eau	81
II.2. pH	81
II.3. L'acidité titrable	81
II. 4. Coefficient d'extinction spécifique	82
II. 5. la teneur en pigments.....	82
III. 3. Test phytochimique	83
III.3.1. Extraction des composés phénoliques.....	85
III.3.2. Dosage des composés phénolique :	85
III.4. Résultat et discussion sur l'activité biologique	87
III.4.1. L'évaluation de l'activité antioxydante:.....	87
III.4.2. Activité antibactérien	89
IV. Discussion sur les applications :	92
IV.1. Discussion sur biodiesel :	92
IV.1.1. Production de biodiesel à partir d'huile de coton.....	92
IV.1.3. Caractérisation du biodiesel obtenu:	94
IV.2. Discussion sur biosorbant :	95

IV.2.1. Effet du temps de contact.....	95
IV.2.2. L'effet de la masse de déchet d'extraction des grains de coton.....	96
Conclusion générale.....	97
Références Bibliographique.....	99
Annexe	113

Introduction

Introduction générale

Depuis des milliers d'années, l'humanité a utilisé diverses ressources trouvées dans son environnement afin de traiter et soigner toutes sortes des maladies [1]. Aujourd'hui, selon l'organisation mondiale de la santé (OMS), près de 80% des populations utilisent la médecine traditionnelle pour des soins de santé primaire [2].

Dans la communauté scientifique, certaines plantes naturelles, ont suscité ces dernières décennies un intérêt croissant en raison de leurs précieuses propriétés biologiques, notamment grâce à leurs caractéristiques positives et considérer donc comme réservoir de composés chimiques naturels qui possèdent un large éventail d'activités biologiques : des pouvoirs antioxydant, anticancéreux, antimicrobien, antivirale, pharmacologique et thérapeutique [3].

La matière végétale contient un grand nombre de molécules qui ont des intérêts multiples mis à profit dans l'industrie, en alimentation, en cosmétologie et fabrication de médicaments. Parmi ces composés, on retrouve les polyphénols, alcaloïdes, coumarines, les acides phénoliques, les tannins, les terpènes et les flavonoïdes... [4]. Donc, ces plantes sont appelées plantes médicinales.

Le coton est classé comme plante médicinale car il contient un groupe de composés qui en font un bienfait médical [5].

Le mot « coton » vient de l'arabe « al qtn » qui est devenu « algodon » en espagnol; alors que le nom du genre *Gossypium* revient au mot arabe « goz » [6].

Le coton est l'une des cultures commerciales les plus importantes du monde, appréciée pour ses fibres, son huile et d'autres sous-produits. Il appartient au genre *Gossypium* sous la famille des Malvacées. L [7]. Le cotonnier est largement répandu dans les régions arides et semi-arides des zones tropicales et subtropicales du globe terrestre [8]. Parmi les principaux pays producteurs de coton, la Chine, suivie des États-Unis, Ouzbékistan, Pakistan et Inde [9].

Le Gossypium arboreum, un ancien type de coton, fréquemment utilisé en médecine traditionnelle africaine. La racine est considérée comme emménagogue et provoque des contractions utérines. Au Ghana et au Nigeria, l'extrait de racine ou l'écorce de racine se prend pour ses vertus abortives, et les extraits de graines sont utilisés contre les migraines, les fièvres intermittentes, la dysenterie et les brûlures d'estomac [6]. L'huile de coton a des

usages dans d'autres aspects, notamment énergétiques. Car elle est utilisée comme alternative au diesel dans le cadre du biodiesel.

Lors du traitement du coton pour préparer des extraits ou bien les huiles, une quantité de cosse de graine est produite sous forme de déchet qui pose des problèmes environnementaux lorsqu'elle n'est pas éliminée correctement. Par ailleurs, la valorisation des déchets de transformation des agro-ressources permet non seulement d'alléger l'impact écologique en minimisant la pollution mais aussi de proposer de nouvelles opportunités permettant un développement économique durable de nombreux secteurs. Dans le but de recyclage ces déchets, le cosse de graine est peut utiliser comme un bon adsorbant naturelle, efficaces, économique et moins polluants pour la purification des eaux chargées en colorant talque le vert malachite qui est largement utilisé dans les industries.

C'est pourquoi nous sommes intéressés à étudier cette plante dans le but d'identifier ses principaux métabolites secondaires et d'évaluer son pouvoir antibactérien et antioxydant. Et aussi l'étude de la transformation de l'huile de coton en biodiesel et de l'utilisation des déchets de graine de coton dans pour l'adsorption de colorants anionique la verte malachite.

Ce mémoire est composé de deux parties structurées comme suit :

➤ Première Partie : Synthèse bibliographique

Cette partie comporte trois chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à des généralités s et des données bibliographiques renfermant une présentation botanique sur le plant coton (*Gossypium arboreum*) de la famille Malvacées
- Le deuxième chapitre est consacré aux :

- les métabolismes primaire et secondaire et description sur activité biologique avec ses deux type activité antioxydant et activité antibactériens.

- généralité sur les méthodes d'extraction :

Solide -liquide, liquide –liquide et mécanisme et le principe d'extraction par solvant

- Le troisième chapitre est consacré aux : généralité sur biocarburant et transformation l'huile de coton a biodiesel, Utilisation des déchets des graines de coton résultant du processus d'extraction comme charbon actif.

- Deuxième Partie : Partie expérimentale cette partie regroupe deux chapitres :
- Le premier chapitre décrit le matériel végétal et les méthodes séparations et d'extractions, étudie la Caractérisation physico-chimique et les tests phytochimiques des poudres de de graine de coton et l'huiles obtenue, ainsi que les méthodes d'évaluations des activités: antioxydants, antibactériennes pour les déférents d'extraits. D'autre part, nous avons extrait l'huile des graines de coton et réalisé une réaction d'estérification pour obtenir du biodiesel, en étudiant ses propriétés et en les comparant avec le diesel. Pour terminer nous travail, le déchet de cosse de graines de coton issues du procédé d'extraction, qui ont été soumises à un séchage, elle a été utilisée pour l'adsorption de verte malachite à partir la solution aqueuse.
 - Le deuxième chapitre concernant les résultats obtenus, leurs analyses et leurs discussions.

Enfin, le manuscrit se termine par une conclusion générale qui permettra de tirer quelques perspectives de prolongements du travail.

Première partie

Synthèse

Bibliographique

Chapitre I

Généralité sur coton

I. 1. Généralité sur coton

I. 1.1. Origine et histoire

Le coton appartient au genre *Gossypium* (famille des Malvacées). Le coton est cultivé depuis la préhistoire et était utilisé comme vêtement au Brésil, au Pérou et au Mexique bien avant la découverte de l'Amérique par les Européens. Les plants de coton sont originaires de gommages tropicaux et se sont développés à travers les âges pour devenir la source de la fibre textile la plus importante. Découvertes archéologiques a montré que le coton était utilisé dans l'ouest du Pakistan dès 3000 av [10].

La seconde origine du coton serait issue des civilisations précolombiennes. Car, de vieux spécimens de coton ont été découverts dans les fouilles au Nord de la côte péruvienne et daterait de 2500 ans avant Jésus Christ. De ces civilisations, parvint jusqu'au Mexique, puis au Etats Unis où la principale variété cultivée à l'heure actuelle provient de la variété précolombienne *Gossypium hirsutum* L. Par la suite, la culture de la plante fut répandue dans le bassin méditerranéen par les arabes [11].

Le coton est une plante vivace d'origine tropicale et subtropicale, mais il est principalement cultivé comme culture annuelle pour obtenir principalement de la fibre, de l'huile de graines et de la farine animale [12]. Elle est une culture industrielle importante cultivée dans des conditions pédologiques et climatiques diverses. Les espèces de coton reconnues dans le monde sont environ 50, dont 4 sont cultivées. Deux d'entre eux (*Gossypium arboreum* et *G. herbaceum*) sont des diploïdes ($2n = 26$) et deux (*G. hirsutum* et *G. barbadense*) sont des tétraploïdes ($2n = 52$) [13].



figure I. 1: Plant de *Gossypium arboreum*

La culture du coton diploïde de l'Ancien Monde est limitée à l'Asie et à certaines régions d'Afrique. *G. barbadense* comprend des cultivars cultivés dans la zone de drainage du Nil (coton égyptien), au Pérou (coton Tanguis) et dans des zones restreintes des États-Unis (coton Pima). Environ 90% du coton commercial est obtenu à partir de *hirsutum* (coton upland), que l'on trouve dans presque toutes les régions cotonnières du monde [13].

I. 1.2. Culture du coton:

La culture du coton nécessite un sol fertile et une atmosphère appropriée, et chaque type de coton a des conditions spéciales telles que le temps et le sol qui peuvent ne pas convenir à d'autres types, et le moment de la culture du coton varie en fonction du lieu, La saison des semences commence en Amérique de mi-mars à fin avril, en Egypte de la première quinzaine de février au 15 avril, en Inde de mai à début août, et au Pérou et au Brésil de fin décembre à fin avril [14].

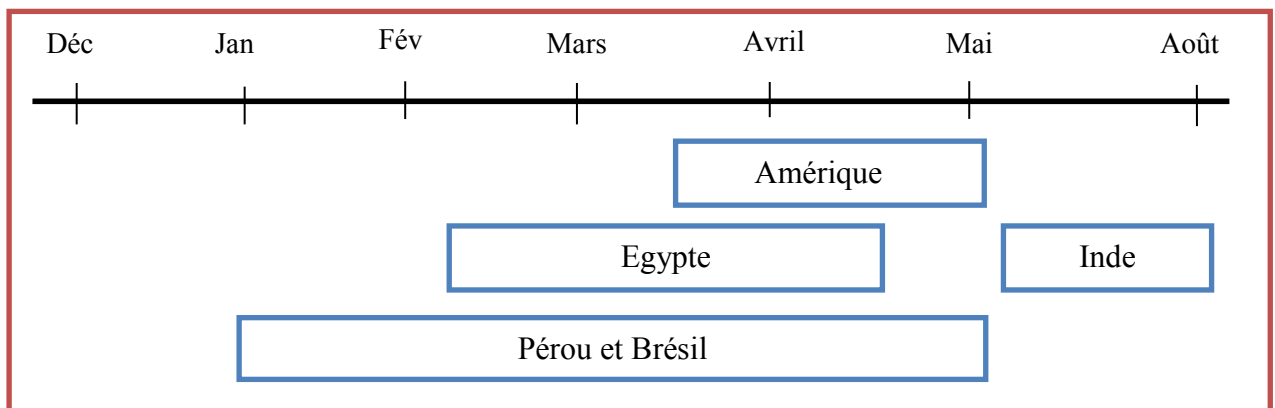


figure I. 2: Les saisons de croissance du coton dans certaines régions du monde [14].

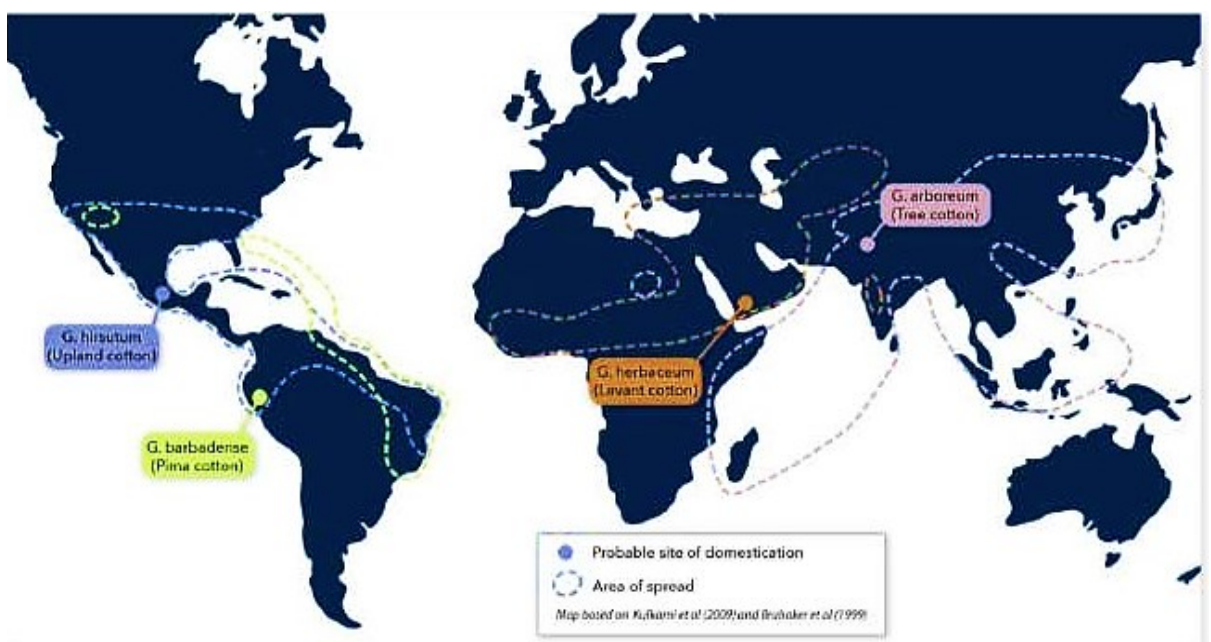


figure I. 3 : Distribution de quatre principaux types de coton dans le monde [E1]

I. 1.3. Taxonomie du cotonnier :

Les cotonniers sont classés en deux groupes en fonction de leur nombre de chromosomes. On a le groupe des diploïdes et le groupe des triploïdes [15].

Gossypium (coton) comprend environ 50 espèces dans le monde dans les régions tropicales arides à semi-arides et subtropicales. Les espèces cultivées sont regroupées selon leur niveau de ploïdie avec $X=13$ [16]:

- Diploïdes ($2n = 2x = 26$) : *Gossypium arboreum* et *G. herbaceum*.
- Tétraploïdes ($2n = 4x = 52$) : *G. hirsutum* et *G. barbadense*.

Seules quatre espèces ont été domestiquées et sont cultivées pour leurs fibres:

- Les espèces diploïdes *G. herbaceum* et *G. arboreum*, désignées généralement sous le terme de "cotonniers de l'ancien monde" ou fournissent le coton dit « indien », à fibres courtes et épaisses. Elles sont principalement cultivées en Asie [11].
- Originaires d'Amérique. Sont *Gossypium barbadense* qui donne le coton dit « égyptien », à fibres longues et fines et *Gossypium hirsutum* qui fournit le coton dit « à fibres intermédiaires ». Cette dernière espèce est économiquement la plus importante et fournit plus de 95 % de la production mondiale de coton et est la seule espèce cultivée en Afrique et au sud du Sahara depuis la quasi disparition de *Gossypium barbadense* [11].

Leur position systématique est la suivante [6] :

Royaume : Plantes

Embranchement : Angraspermes

Classe : Eudycotyledones

Ordre : *Malvales*



Famille : *Malvaceae*

Genre : *Gossypium*

Espèces: *G. hirsutum*, *G. arboreum*, *G. barbadense*, *G herbaceum*.

Ce tableau présente les quatre types importants de cotonniers :

Tableau I. 1: présentation les type principale de *Gossypium*

Type de <i>Gossypium</i>	Description sur la plant	Description botanique
 <p>figure I. 4 :Fleurs de <i>Gossypium hirsutum</i> [E2].</p>	<p><i>Gossypium hirsutum</i>, également connu sous le nom de coton upland ou coton mexicain, est l'espèce de coton la plus plantée aux États-Unis. Il est originaire du Mexique, des Antilles, du nord de l'Amérique du Sud, de l'Amérique centrale et peut-être de la Floride tropicale. Dans le monde, environ 95% de toute la production mondiale [17]. <i>Gossypium hirsutum</i> et <i>Gossypium herbaceum</i> sont les principales espèces utilisées pour produire de l'huile de coton [E2].</p>	<p>Elle est caractérisée par des fibres moyennes à longues (25 à 32 mm) [18].</p>
 <p>figure I. 5: Fleurs de <i>Gossypium barbadense</i> [E2]</p>	<p><i>Gossypium barbadense</i> connu sous le nom de coton extra-long, originaire de l'Amérique du Sud tropicale, elle s'est répandue en Amérique Centrale et aux Caraïbes. Elle a été introduite en Caroline du Sud à la fin du XVIIIème et en Égypte au XIXème siècle. Elle représente 5 à 7% du coton cultivé dans le monde et 8% de la production mondiale [18].</p>	<p>De cette espèce sont issus la cotons longue soie, à fibres extra longues (supérieures à 33 mm) [E2] et ses arbustes mesurent entre 3 et 8 pieds. Leurs tiges sont droites, rondes et lisses, avec de larges ramifications et ses feuilles sont larges et profondément lobées. ses fleurs jaunes se terminent avec des bases cramoisies, ses graines sont noires et lisses[14]</p>

 <p>figure I. 6: Fleurs de <i>Gossypium herbaceum</i> [E2]</p>	<p><i>Gossypium herbaceum</i>: communément appelé coton du Levant et c'est une espèce de coton originaire des régions semi-arides de l'Afrique subsaharienne et de l'Arabie où il pousse encore à l'état sauvage comme arbuste vivace. C'est une espèce sœur de <i>Gossypium arboreum</i> [19] et fournit moins de 2% de la production mondiale mais ne représente que 3 à 4% du coton cultivé [18].</p>	<p>est un arbuste buissonnant qui atteint une hauteur de 2 à 8 pieds. Il a une tige ligneuse épaisse avec des branches velues et douces. Les feuilles sont séparées du centre possèdent 3-7 partition. Les fleurs sont petites, jaunes avec ou sans tache rouge à la base des pétales [20].</p>
 <p>figure I. 7: Fleurs de <i>Gossypium arboreum</i>[E2]</p>	<p><i>Gossypium arboreum</i> communément appelé coton arboricole est une espèce de coton originaire d'Inde, du Pakistan et d'autres régions tropicales et subtropicales de l'Ancien Monde [21]. Il y a des preuves de sa culture il y a longtemps dans la vallée de l'Indus pour la production de textiles de coton [E2]. Cette espèce de coton a également été introduite en Afrique de l'Est et ne représente que 3 à 4% du coton cultivé, et moins de 2% de la production mondiale [17].</p>	<p>Les plantes de ce type se caractérisent par le fait qu'elles sont vivaces; elles ont la forme d'arbres allant de 6 à 12 pieds de long, avec des branches longues et délicates et des feuilles épaisses, douces et profondément lobées, avec 7-5 lobes, et ses grandes fleurs sont blanc rougeâtre, la tige est courte et ne dépasse pas 0.75 pouces de couleur jaunâtre ou verdâtre [14].</p>

I. 1.4. Morphologie du cotonnier :

Le cotonnier cultivé est un arbuste atteignant le plus souvent 1 m à 1,50 m de haut parfois plus, le cotonnier présente une partie souterraine et une partie aérienne:

- La partie souterraine du cotonnier comprend une racine pivotante pourvue de nombreuses ramifications latérales. Ces ramifications réalisent la fixation de la plante au sol et assurent la plus grande partie de son alimentation [22].
- la partie aérienne comprend une tige principale érigée servant de support au reste de la plante. De cette tige, partent des rameaux de deux natures: les branches fructifères et les branches végétatives [22].

La morphologie ou la structure fondamentale du cotonnier est relativement simple. Le cotonnier a une racine pivotante pourvue de nombreuses ramifications latérales. Ces ramifications réalisent la fixation de la plante au sol et assurent la plus grande partie de son alimentation. La tige principale est érigée, sa croissance est terminale et continue. La tige principale continue par une racine pivotante de longueur variable selon le sol, généralement de 0,6 m à 1,20 m et même parfois de 3 m [11].

Les branches latérales se développant sur la tige principale sont appelées soit des branches végétatives, c'est-à-dire celles qui sont situées à la base du plant et qui ne portent de fleurs que sur leurs ramifications ; soit des branches fructifères, c'est-à-dire celles qui sont situées plus haut sur la tige (ou sur les branches végétatives) et qui portent directement des fleurs; Puis des capsules [23].

Les feuilles du cotonnier peuvent avoir des formes et des dimensions différentes [18]. Les feuilles se développent sur les nœuds de la tige et des branches. Elles sont lobées palmées avec cinq lobes plus ou moins échancrés A l'aisselle des feuilles (selon les espèces). Des bourgeons donnent naissance soit à une branche, soit à une-fleur sur les branches fructifères [11].

Les fleurs du cotonnier elles sont de couleur blanche à leur ouverture puis virent au rose ou au jaune une fois fécondées selon les espèces. Les fleurs sont hermaphrodites et lorsqu'elles sont fécondées deviennent alors des fruits appelés capsules [11].

Les capsules sont de forme ronde ou oblongue, A l'intérieur des capsules se développent les graines sur lesquelles croissent les « fibres » [11].

Ces graines au nombre de 6 à 12 par loge sont assez volumineuses. Elle graine sont recouvertes de longs poils, appelés fuzz, sa coque de la graine est noire [24].

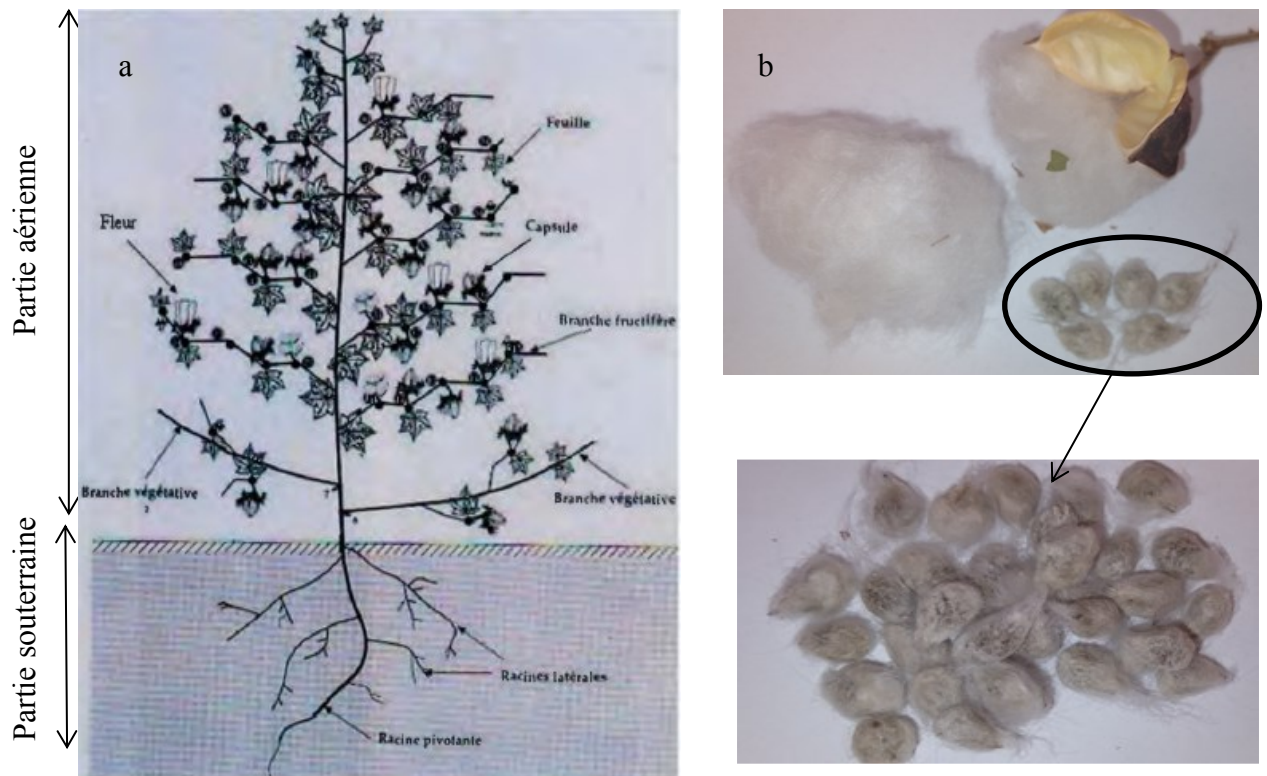


figure I. 8 :a)Morphologie du cotonnier b) capsule de coton [25]

I. 1.5. Mode de croissance et développement de la plante :

Le cotonnier est une plante à croissance continue dont les phases végétatives et fructifères ne sont pas séparées dans le temps. Le cycle du cotonnier peut être subdivisé en cinq (5) phases [26]:

- a) **La phase de levée** : qui va du semis à l'étalement des cotylédons. Elle dure 6 à 10 jours et peut atteindre 30 jours si les conditions sont défavorables [26];
- b) **La phase de plantule** : qui va de l'étalement des cotylédons au stade de 3 à 4 feuilles. Elle dure de 20 à 45 jours (jours après levée) [26];
- c) **La phase de pré-floraison** : qui va du stade 3 à 4 feuilles au début de la floraison. Elle dure 30 à 35 jours [26];
- d) **La phase de floraison** : qui dure de 50 à 70 jours [22]; La première fleur éclot en moyenne 60 jours après la levée ou environ 20 jours après la différenciation du premier « square » [24].
- e) **La phase de maturation des capsules** : juste après la fécondation, la jeune capsule commence à grossir. Elle atteint sa taille définitive après 20 à 25 jours [24].

Du semis à la récolte, le cycle dure environ 140 à 180 jours selon les variétés et les conditions environnementales [24] .

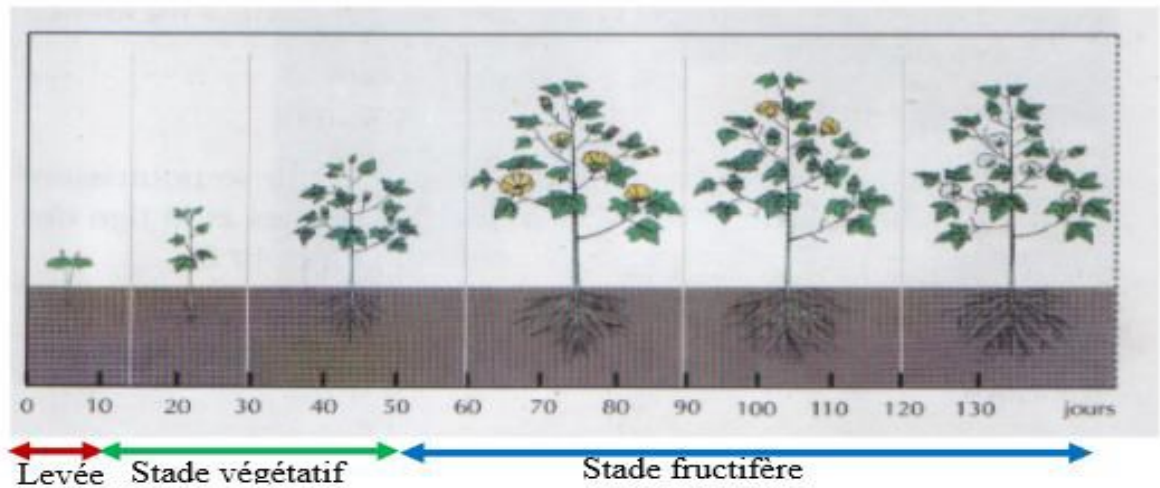


figure I. 9: Cycle de développement du cotonnier [27]

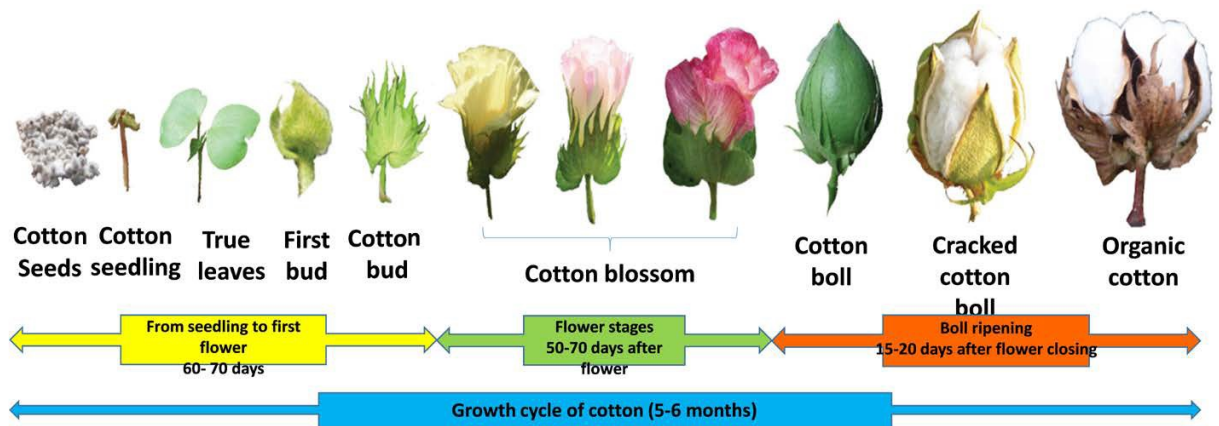


figure I. 10: Cycle de vie du coton[28]

I.1.6. Conditions édapho-climatiques :

Le cotonnier est une plante tropicale à relativement large adaptabilité

- **Climat** : chaud, avec une période sèche surtout lors de la maturation de la plante et de la récolte [29].
- **Sol** : la plante préfère des sols de texture moyenne, profonds et riches en matière organique, perméables, bien drainés et assez fertiles. Toutefois, cette plante à grande adaptabilité, peut être cultivée dans différents types de sols aux caractéristiques physiques plus hostiles et moins fertiles, avec un minimum de corrections [29].
- **Température** : Le coton est essentiellement une culture tropicale. Les conditions météorologiques favorables à la production de coton sont lorsque les températures estivales ne descendent pas en dessous de 25 ° C. La zone de production cotonnière se situe entre 37 ° de latitude nord et 32 ° de latitude sud [30].

Bien que le coton soit originaire d'une plante tropicale ou subtropicale, la majeure partie du coton est produite en dehors des tropiques. Le facteur température est donc d'une importance vitale lorsque l'on considère les superficies propices à une production cotonnière économique. Le rendement et la qualité de la fibre sont en grande partie déterminés par la température de l'air pendant la saison de croissance. Des températures inférieures à 20 ° C ont un effet de ralentissement sur la croissance de la plante, en particulier pendant les phases de floraison et de capsule. La température du sol dans le lit de semence doit être d'au moins 18 ° C pour assurer une bonne germination. Des températures particulièrement basses (15 ° C ou moins) pendant la période de développement de la capsule affecteront négativement à la fois le rendement et la qualité de la fibre. La croissance et le développement du coton sont optimaux lorsque la température moyenne estivale est supérieure à 25 ° C. La période la plus critique est la période de trois mois de décembre à février pendant laquelle le développement de la capsule a normalement lieu [29].

- **Humidité** : autour de 60% [29].
- **Précipitation** : de 700 à 1300 mm ; mais une production raisonnable peut être obtenue avec moins de 600 mm de pluies durant son cycle, ou au contraire avec plus de 2.000 mm comme dans l'état du Mato Grosso (MT) [29].
- **Altitude** : peut-être cultivé jusqu'à 1.000 m si la température le permet [29].

I.2. Structure du plant de coton

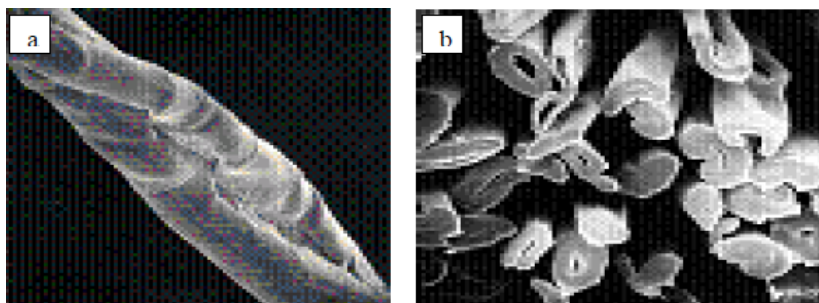
Le cotonnier se compose de trois éléments de base, les deux composants de la boule de coton (fibres et graines) et le troisième composant est le déchet de coton :

I.2.1. Les fibres de coton

Les fibres de coton sont la forme la plus pure de cellulose, le polymère le plus abondant de la nature. Près de 90% des fibres de coton sont de la cellulose. La cellulose des fibres de coton a également le poids moléculaire le plus élevé parmi toutes les fibres végétales.

Les fruits du cotonnier se présentent sous la forme de capsules ovoïdes, Les graines sont recouvertes de longs poils unicellulaires. Après la maturité de la plante, les capsules s'ouvrent, se dessèchent et la fibre s'effondre plus au moins sur elle-même pour donner la section typique en forme de haricot. On distingue deux types de fibres : des grandes fibres (soies ou lints) et des poils plus courts (duvet ou linters) [31].

La coupe transversale d'une fibre de coton montre une structure en plusieurs couches (figure I.1 et figure I.12):



Vue microscopique de la structure de la fibre du coton :
a)- vue longitudinale, b)- coupe transversale.

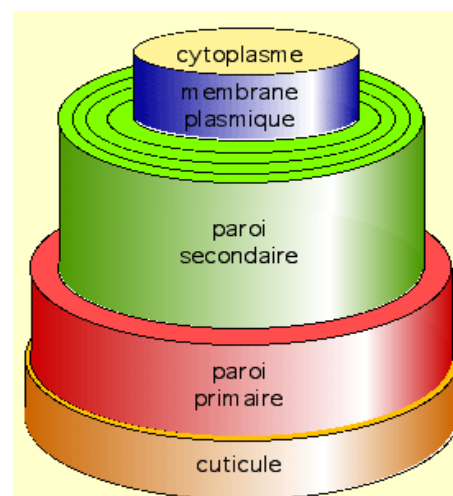


figure I. 12 : Structure du poil de coton [31]

figure I. 11: vue microscopique de la structure de la fibre du coton [32]

- Une paroi primaire externe mince (0,1 mm d'épaisseur) composée de cellulose, de cires, de lipides et de pectine : c'est la gaine de la fibre (**BENBEKHMA, 2008**);
- Une paroi secondaire interne plus épaisse (0,4 mm d'épaisseur) formée de trois couches cellulosiques formant une spirale (**BENBEKHMA, 2008**);
- Un canal ou lumen qui occupe le centre de la fibre et contient les constituants cellulaires (**BENBEKHMA, 2008**).



figure I. 13: Coton

Du point de vue chimique, le coton est constitué presque exclusivement de cellulose (généralement plus de 92%). Celle-ci est disposée dans la paroi secondaire en couches concentriques hélicoïdales ayant un angle d'hélice d'environ 25° (**BENHADI, 2010**).

➤ **Compositions moyenne de la fibre du coton.**

Tableau I. 2: Compositions de la fibre du coton [31].

Matière	Variation	Meilleur coton
Cellulose	88 à 96	95
Protéine	1.3 à 1.9	1.3
Pectines	0.7 à 1.2	1.2
Cendre	0.7 à 1.6	1.2
Cire	0.4 à 1	0.6
Sucre	0.1 à 1	0.3
Pigment	-	Traces
Autres	-	1.4

➤ **La cellulose**

La cellulose est le principal composé de la totalité des fibres végétales et c'est la matière la plus abondante sur la Terre (plus de 50% de la biomasse) [33].

La fibre de coton est formée essentiellement de cellulose. Celle-ci se forme à partir d'un glucide simple, le glucose qui, par polymérisation forme des substances de poids moléculaire plus élevé comme la cellulose $(C_6H_{10}O_5)_n$. Dans la molécule de cellulose, les anhydrides de glucose sont polymérisés pour former des chaînes de 6100 à 12500 unités [34].

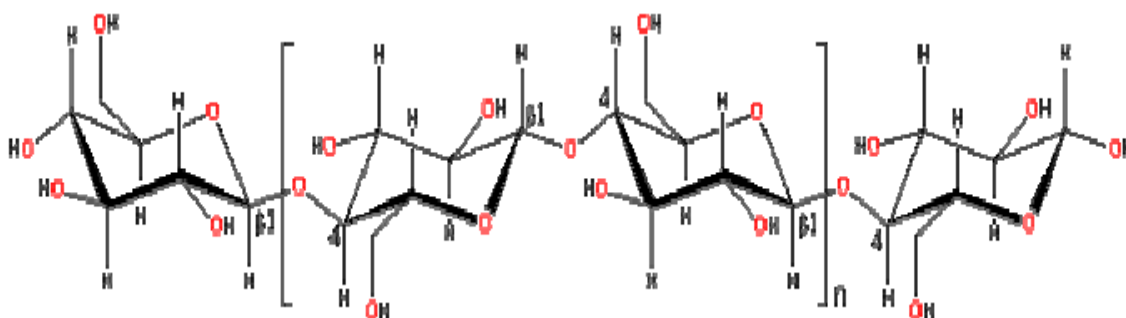


figure I. 14: structure chimique de la fibre du coton [32]

I.

II.2.2. Les graines de coton :

La graine de coton représente la deuxième importance économique après la fibre de coton pour cette culture, elle est constituée d'une amande (50 à 55% de son poids) enveloppée d'une

coque de couleur brun foncé ou noire (40 à 45% du poids de la graine) [18], la coque peut être recouverte de linter ou duvet. La graine à maturité se compose de glycérides, de protéines, de sucres, de pectocellulose, de pigments divers, de matières minérales et d'eau [34].

➤ **Composition de graine de coton**

Tableau I. 3: Composition de graine de coton [35]

Composition	Poids %
l'eau	7-14
l'huile	15-25
Protéine	22
Les glucides	20
Cellulose brute	28
Cendre	4-2



figure I. 15: Coupe longitudinale de graines de coton

I.2.3. Déchets du cotonnier:

Ce sont les tiges, les feuilles après la récolte du coton et il contient généralement un pourcentage élevé de glucides tels que la cellulose, alors qu'il contient de faibles proportions de protéines brutes et de matières grasses, et les graines de coton contiennent également de nombreux résidus, y compris les peluches à la surface de la graine, ainsi que le tourteau résultant de l'extraction de l'huile des graines, où nous estimons 80% des graines, et c'est le plus utile pour le fourrage des vaches laitières car il contient beaucoup de protéines 20% et de matières grasses 22% et du charbon hydrophile 25% qui est donc plus riche que les graines elles-mêmes et plus digestible.

I.2.4. Utilisation de coton :

I.2.4.1. Utilisation comme alimentation animale

-La pâte qui reste après l'extraction de l'huile est transformée en tourteaux destinés à l'alimentation des ruminants (vaches, moutons).



figure I. 16 : a) Tourteau de coton pour nourrir les animaux ;b) Tourteau de coton

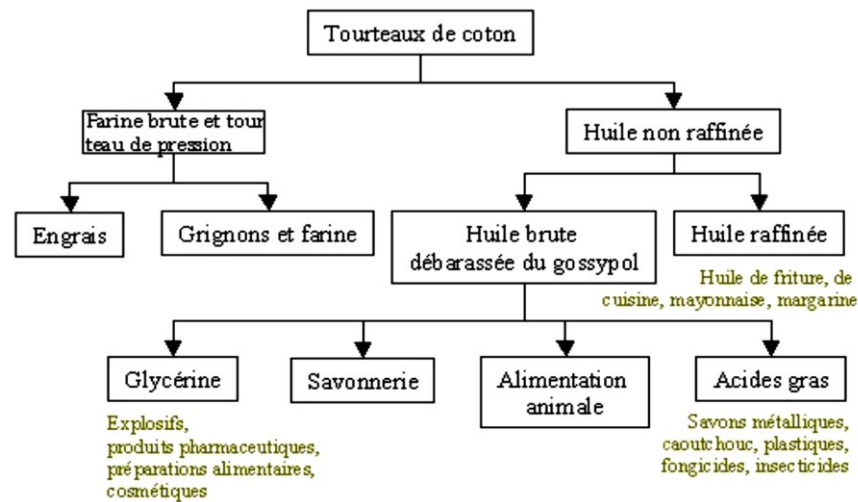


figure I. 17: : Autre utilisation de Tourteau de coton [36]

I.2.4.2. Utilisation industrielle et énergétique: [36]

- le fibre utilise dans l'industrie de la filature et du tissage.
- les résidus de d'huile de coton sont également utilisés la fabrication de la peinture.
- utilise comme bio diesel.
- les résidus des tiges et coques de graine sont utilisés pour la production de gaz par pyrolyse.
- les déchets de fibres d'usine d'égrenage, sont utilisés pour la production d'éthanol après fermentation.

I.2.4.3. Utilisation médecine

- L'huile de coton est sans cholestérol, ce qui en fait un excellent choix pour réduire le taux de cholestérol (SAMBASIVA RAO KRS).
- Elle contient suffisamment d'acides gras saturés (palmitique, stéarique, myristique) ainsi que suffisamment d'insaturés (oléique, linoléique et linoléique généralement) pour en faire une huile saine pour le cœur [37].
- La présence d'acide linoléique donne au corps l'apport indispensable en graisses mono et poly-saturées qui aident à réduire les risques de problèmes cardiaques tels que les accidents vasculaires cérébraux, les troubles artériels obstrués et les crises cardiaques [37].
- L'huile de coton a une forte concentration de vitamine E [37].
- La vitamine E, ou alpha-tocophérol, joue un rôle important dans le métabolisme cellulaire et aurait des bienfaits anti-âges. Cette vitamine importante peut également aider à protéger

contre certaines maladies, les maladies cardiovasculaires, notamment le cancer, les cataractes et le diabète [E3].

-L'huile peut être extraite de la graine de coton utilisée dans le traitement de produits tels que le savon, les cosmétiques, les produits pharmaceutiques.

- Les nutriments contenus dans l'huile de coton contribuent à un cerveau sain et à une bonne fonction nerveuse) [37].

- Les huiles de graines de coton étant utilisé Production de pommades comme Neosporin dont la base est faite d'huile de graines de coton [37].

- L'utilisation régulière de cette huile peut soulager les symptômes chroniques de l'arthrite, de la goutte, des maux de tête et des troubles articulaires.

-Lorsque vous consommez de l'huile de coton, vous augmentez votre consommation d'acides gras oméga-3 et oméga-6 [E3]:

Les acides gras oméga-3 contenus dans l'huile de coton aident à réduire la coagulation sanguine et l'inflammation dans le corps et peuvent également aider à dilater les vaisseaux sanguins et à abaisser la tension artérielle. Les oméga-6 contenus dans l'huile de coton aident à réduire votre risque de maladie cardiaque et peuvent également contribuer à réduire votre risque de cancer [E3].

- Le coton trouve également une application particulière dans les utilisations hygiéniques. Plus particulièrement, la fibre est utilisée pour fabriquer du coton hydrophile (coton), des compresses, des bandages de gaze, des tampons ou des serviettes hygiéniques et des cotons tiges.

-Le coton est également utilisé dans la fabrication de certains types de ruban adhésif qui peuvent être utilisés pour fixer les bandages [7].

- Les feuilles du plant de coton possèdent certaines propriétés antibactériennes et antifongiques et considérée comme un antidote contre le rhume et la bronchite [38].

I.2.4.4. Utilisation alimentaire :

-L'huile de graines de coton est l'une des meilleures huiles pour la friture, elle est souvent utilisée pour la friture et d'autres techniques de cuisson à haute température.

- L'huile de cuisson à base de graines de coton a une saveur douce et neutre. Il est idéal pour la friture. L'huile de coton est recommandée pour la cuisson, les vinaigrettes et les applications de mayonnaise. Huile de coton est principalement utilisée aux États-Unis comme salade ou huile de cuisson. Environ 56% sont consommés dans cette catégorie [39].



figure I. 18: a)graine de coton b) huile de coton [40]

Chapitre II

Métabolisme secondaire et les méthodes d'extraction

Les plantes sont riches en substances bioactives tels que les composés phénoliques, les alcaloïdes, les stéroïdes, les terpènes...., l'extraction des composés bioactive à partir les différentes plantes a considérablement attiré l'intérêt scientifique pour leurs effet antioxydante, thérapeutique, antivirale, antifongique et antibactérienne grâce à ces potentielles, les extraits des plantes sont utilisés comme des antioxydants et antibiotiques naturels, conservateurs principalement dans les aliments mais aussi dans l'industrie pharmaceutique et cosmétique ou en d'autres applications telles que la chimie.

II.1. Métabolisme

II.1.1. Définition:

Les plantes ont une importance capitale pour la survie de l'homme et des différents écosystèmes. Elles renferment une part importante des composés qui interviennent dans l'ensemble des réactions enzymatiques ou biochimiques ayant lieu dans l'organisme. La plante est le siège d'une intense activité métabolique aboutissant à la synthèse de principes actifs les plus divers. Ces processus métaboliques sont liés aux conditions de vie de la plante.

On distingue ainsi deux groupes de métabolites: les métabolites primaires et les métabolites secondaires [41]

On conçoit donc que la plante doit faire face à de multiples agressions de l'environnement dans lequel elle vit (prédateurs, micro-organismes pathogènes, etc.); elle puisse développer un métabolisme particulier lui permettant de synthétiser les substances complexes les plus diverses pour se défendre : les métabolites secondaires [42].

II.1.2. Métabolisme primaire :

Le métabolisme primaire représente tous les composés impliqué dans les processus de bases de la cellule, comme la croissance ou la respiration, qui sont caractérisés par leur caractère nécessaire et vital à la survie de la cellule, de l'organisme. Elles proviennent de ces réactions et sont les composés essentiels de la machinerie moléculaire de la cellule [43]:

- les glucides, source d'énergie, paroi cellulaire
- les lipides, source d'énergie, membranes cellulaires
- les acides aminés, source primaire de construction des protéines

Le métabolisme secondaire constitue donc tous les autres processus.

II.1.2.1. Lipides

Les lipides sont des esters d'alcools et d'acides gras ; ce sont des corps insolubles dans l'eau (hydrophobes), solubles dans les solvants organiques apolaires et ils ne sont pas volatils (huiles fixes). Selon la nature de l'alcool, on distingue [44]:

- le glycérol, constitutif des triglycérides [44].
- les cérides, où l'alcool est aliphatique et à poids moléculaire élevé [44].
- les stérides, où l'alcool est un stérol [44].

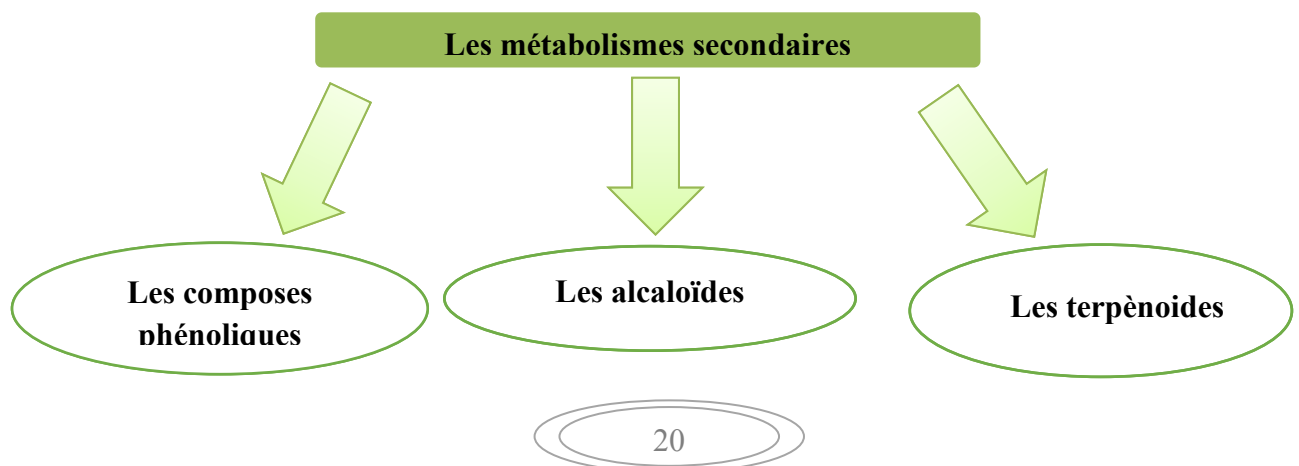
II.1.3. Les métabolites secondaires :

Les métabolites secondaires sont des molécules organiques complexes synthétisées par les plantes autotrophes [45]. Ces molécules peuvent être définies comme des molécules indirectement essentielles à la vie des plantes [46]. Ces composés sont souvent considérés comme des molécules indirectement essentielles à la vie des plantes mais leurs absences peut limiter la survie. La teneur peuvent être modifiées par des facteurs abiotiques, facteurs environnementaux spatiaux (exposition, altitude, climat, ...) ou temporels (saison, âge, ...), et les molécules induites par des facteurs biotiques, telles les phytoalexines excitées par la présence d'un pathogène ou des herbivores; Donc ils participent à la protection de l'attaque des pathogènes, attraction des pollinisateurs [47].

II.1.3.1. Classification des métabolites secondaires:

Les métabolites secondaires dépassant actuellement des dizaines de milliers de molécules différentes classées en familles chimiques. Ces métabolites secondaires se caractérisent généralement par de faibles concentrations dans les tissus végétaux ainsi que par leur stockage souvent réalisé dans des cellules ou organes spécialisés [45].

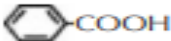
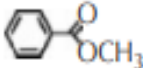
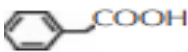
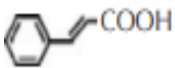
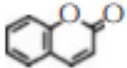

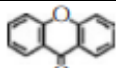
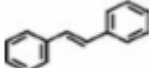
Ils appartiennent à trois grandes familles [45]:

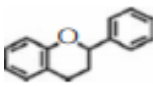


II.1.3.2. Les composés phénoliques:

Les polyphénols ou composés phénoliques, sont des molécules spécifiques du règne végétal. D'un poids moléculaire élevé [48]. Ces composés ont tous en commun la présence d'un ou de plusieurs cycles benzéniques portant une ou plusieurs fonctions hydroxyles. La structure des composés phénoliques naturels varie depuis les molécules simples (acides phénoliques simples) vers les molécules les plus hautement polymérisées (tanins condensés), avec plus de 8000 structures phénoliques identifiées [49]. Les polyphénols forment un très vaste ensemble de substances chimiques, ils peuvent être classifiés selon le nombre et l'arrangement de leurs atomes de carbones **Tableau II.1**. Ces molécules sont généralement trouvées conjuguées aux sucres et les acides organiques [50].

Tableau II. 1 : structure des squelettes des polyphénols [51]

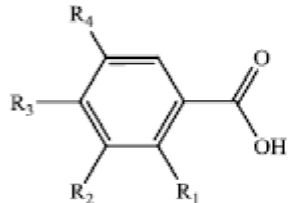
Nombre de carbones	Squelette	Classification	Structure de base
7	C6-C1	Acides phénols	
8	C6-C2	Acétophénonnes	
	C6-C2	Acide phénylacétique	
9	C6-C3	Acides hydrodynamiques	
9	C6-C3	Coumarines	
10	C6-C4	Naphthoquinones	
13	C6-C1-C6	Xanthones	
14	C6-C2-C6	Stilbènes	

15	C6-C3-C6	Flavonoïdes	
----	----------	-------------	---

II.1.3.2.1. Les Principales classes des composés phénoliques:

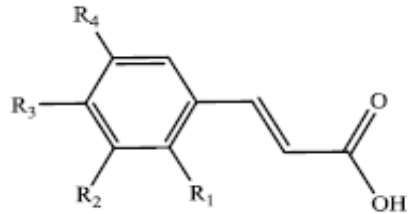
II.1.3.2.1.1. Les acides phénoliques (C6-C1 ou C6-C3):

Les acides phénoliques On distingue deux principales classes d'acide phénolique; les dérivés de l'acide benzoïque et les dérivés de l'acide cinnamique. La concentration de l'acide hydroxybenzoïque est généralement très faible chez les végétaux comestibles. Ces dérivés sont assez rares dans l'alimentation humaine par contre ceux d'acides hydroxycinnamiques sont très présents [51].



Composés	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
Ac. benzoïque	H	H	H	H
Ac. salicylique	OH	H	H	H
Ac. p-hydroxy-benzoïque	H	H	OH	H
Ac. gallique	H	OH	OH	OH
Ac. protocatéchuique	H	OH	OH	H

figure II. 1 : Dérivés de l'acide benzoïque formule générale



Composés	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
Ac. cinnamique	H	H	H	H
Ac. o-coumarique	OH	H	H	H
Ac. m-coumarique	H	OH	H	H
Ac. p-coumarique	H	H	OH	H
Ac. caféique	H	OH	OH	H

figure II. 2 : Dérivés de l'acide cinnamique formule générale

II.1.3.2.1.2. Les tanins:

Les tanins sont des composés naturels largement distribués dans le règne végétal. Ces composés sont présents dans les racines, feuilles, fruits et graines, représentent une classe très importante de polyphénols localisés dans les vacuoles. Ce sont des composés phénoliques ayant une masse moléculaire comprise entre 500 et 3000 Da et qui présentent, à côté des réactions classiques des phénols, la propriété de précipiter les alcaloïdes, la gélatine et

d'autres protéines. Sur le plan structural, Les tanins naturels sont subdivisés selon leur structure chimique en deux groupes : les tanins hydrolysables et les tanins condensés [52].

II.1.3.2.1.3. Les coumarines :

Les coumarines constituent une classe importante de produits naturels et donnent une odeur caractéristique semblable à celle du foin fraîchement fauché, ces composés sont les constituants caractéristiques du règne végétal chlorophyllien. Les familles les plus riches en coumarines sont : les Légumineuses, Rutacées, Apiécées et Thymeleacées. Elles se trouvent dans toutes les parties de la plante et notamment dans les fruits et les huiles essentielles des graines [53].

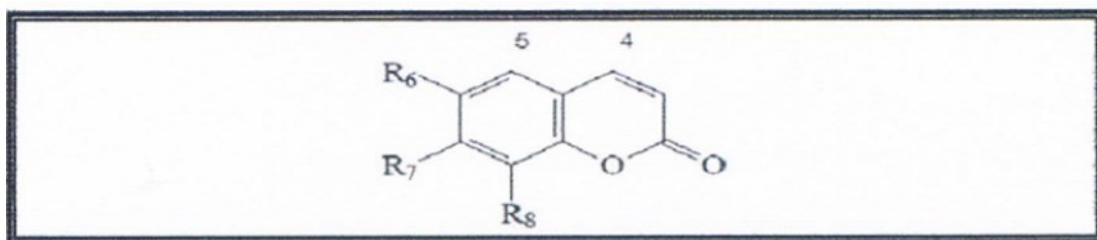


figure II .3:Structure de base de coumarine [53].

II.1.3.2.1.4. Les lignanes et les lignines :

Les lignanes sont des composés dont la formation implique la condensation d'unités phénylpropaniques (C6-C3). Leur distribution botanique est large, plusieurs centaines de composés ont été isolés dans environ soixante-dix familles. Ils sont formés par dimérisation de trois types d'alcools : alcool p-coumarique, alcool coniférique et alcool sinapique, par des réactions de couplage radicalaire [54].

La lignine est le résultat de polymérisation d'unités en C6-C3 des lignanes, plus ou moins réticulé et d'une grande complexité structurale. C'est le deuxième biopolymère abondant sur la terre après la cellulose. Elle joue un rôle structural en conférant au bois sa rigidité [3].

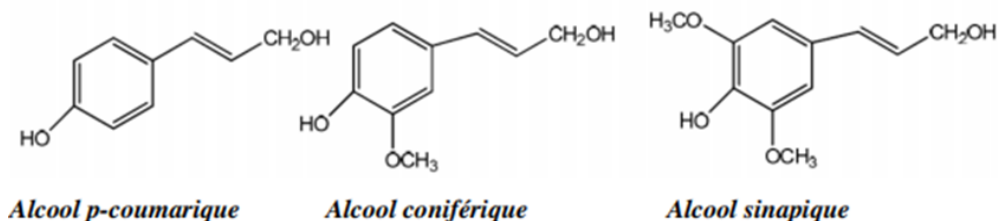


figure II. 4 : Structure des alcools formant la lignane et la lignine [3]

II.1.3.2.1.5. Les flavonoïdes:

Les flavonoïdes sont des molécules très répandues dans le règne végétal appartiennent à la grande famille des polyphénols, molécules connues pour leurs multiples activités biologiques. Les flavonoïdes sont omniprésents dans les légumes et les fruits; presque tous les tissus végétaux sont capables d'en synthétiser. Il existe également une grande variété naturelle. Le nombre de structures de flavonoïdes rapporté était d'environ 4000 [3]. Les flavonoïdes sont importants pour la santé humaine en raison de leurs activités pharmacologiques élevées en tant que récupérateurs radicaux [55].

La structure de base des composés flavonoïdes qui regroupent un grand nombre de molécules, est constituée d'un squelette carboné en C6-C3-C6 de type phényl-2-benzopyrane [56].

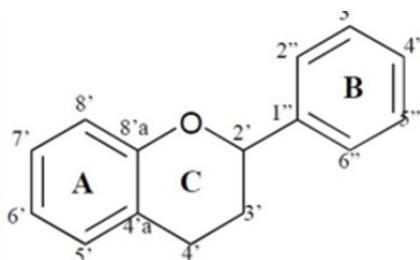


figure II .5: Squelette général des flavonoïdes [56].

II.1.3.3 Les alcaloïdes:

Un alcaloïde est un composé organique naturel (le plus souvent d'origine végétale), hétérocyclique avec l'azote comme hétéroatome, de structure moléculaire complexe plus ou moins basique et doué de propriétés physiologiques prononcées même à faible dose. Leur caractéristique commune sont leur solubilité dans l'eau, la présence dans leur structure d'au moins un atome d'azote et leur forte activité biologique [2].

II.1.3.4. Les terpénoïdes:

Les terpénoïdes (ou terpènes) regroupent un ensemble de molécules très différentes tant d'un point de vue structurel que fonctionnel. Avec plus de 40 000 molécules connues, ils constituent probablement la classe la plus vaste et la plus diversifiée de composés organiques végétaux [57]. Leur squelette carboné est constitué d'unités isopréniques reliées, c'est ce que l'on appelle la règle de l'isoprène. Ces squelettes peuvent être arrangés de façon linéaire ou bien former des cycles [58].

II.1.3.5. Les saponines :

Les saponines sont très communes dans les plantes médicinales. Du point de vue chimique, elles se caractérisent également par un radical glucidique (glucose, galactose) joint à un radical aglycone [52].

▪ Définition :

Les saponosides sont une classe d'hétérosides très répandue chez les plantes et les animaux marins. Ce sont des glycosides stéroïdiques ou triterpéniques qui ont la propriété de former des solutions moussantes en présence d'eau et de précipiter le cholestérol [52].

➤ Les stéroïdes :

Les stéroïdes c'est une forme des saponosides. La structure chimique des stéroïdes est similaire à celle de nombreuses hormones humaines (œstrogène, cortisone), et de nombreuses plantes qui en contiennent ont un effet sur l'activité hormonale. Elles sont souvent expectorantes et facilitent l'absorption des aliments [59].

II.1.4. Activité biologique :**II.1.4. 1. Activité antioxydante:**

L'activité antioxydante se manifeste par diverses actions, telles que le transfert d'un hydrogène, la chélation des métaux de transition, l'inhibition des enzymes d'oxydation ou la détoxification enzymatique des ROS [60]. Activité antioxydante est mesurée par plusieurs méthodes, généralement le plus utilisant est le radical DPPH, la seconde utilisant le radical ABTS souvent utilisé pour les composés simples et d'autres mélanges complexes[61]

II.1.4. 2. Activité antibactériens:

L'activité antimicrobienne des composés phénoliques des végétaux et des plantes médicinales est largement étudiée contre un large éventail de micro-organismes. Parmi les polyphénols, les flavan-3-ols, les flavonols et les tanins ont reçu plus d'attention en raison de leur large spectre et leur forte activité antimicrobienne en comparaison avec d'autres polyphénols et au fait que la plupart d'entre eux ont capables de supprimer le facteur de virulence de certain nombre de microbes telles que l'inhibition de la formation de biofilm, la réduction de l'hôte ligands adhérence et la neutralisation des toxines bactériennes et montrent une synergie avec des antibiotiques [62].

Les propriétés antimicrobiennes de certains types de polyphénols ont été proposés pour développer de nouveaux conservateurs alimentaires et d'éviter les conservateurs de synthèse ou pour développer des thérapies innovantes pour le traitement de diverses infections microbiennes, compte tenu de l'augmentation de la résistance microbienne contre la conventionnelle antibiothérapie [62].

II.2. Procédures d'extractions :

Le choix de la procédure d'extraction est basé sur les caractéristiques physicochimiques des composés à extraire [59].

Deux procédures d'extraction sont généralement utilisées [59]:

- Extraction par mise en contact avec un solvant : les échantillons végétaux broyés sont mis en contact avec le solvant dans un mélangeur, puis l'extrait est filtré. Le filtrat peut être séché sous pression réduite, puis redissout dans le solvant.
- Extraction successive avec des solvants de polarité croissante : d'un solvant apolaire à un solvant polaire afin d'assurer une extraction optimale des composés de polarités différentes.

II.2.1. Définitions Extraction

L'extraction est une opération qui consiste à séparer certains composés d'un organisme végétal selon diverses techniques [59].

Il s'agit dans notre étude d'extraire des substances (composés phytochimiques) présente dans un solide (graine de coton) pour la faire passer dans un solvant liquide (chloroforme, méthanol et eau) [59].

II. 2.2. Méthodes d'extraction

II.2.2.1. Extraction liquide-liquide

L'extraction liquide/liquide, c'est-à-dire l'opération de transfert ou d'échange de matière entre deux phases liquides, la solution et le solvant. Il s'agit d'une extraction systématique en continu, utilisée pour extraire un constituant particulier ou pour en éliminer d'autres, en utilisant deux solvants non miscibles à pouvoir dissolvant plus spécifique de chaque groupe [63].

II.2.2.2. Extraction solide-liquide

L'extraction solide-liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer, de dissoudre soit par immersion soit par percolation d'un liquide, un ou plusieurs composants (liquide ou solide) mélangés à un solide. C'est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide, qui contient la matière à extraire et une phase liquide, le solvant d'extraction [64].

II. 2.3. Extraction solide-liquide**II. 2.3.1. Principe et mécanisme de l'extraction solide- liquide:**

L'extraction solide-liquide est une opération physique de transfert de matière entre une phase solide, qui contient la substance à extraire et une phase liquide, le solvant d'extraction. Suite au contact entre le solvant et le solide hétérogène, les substances ayant une affinité pour le solvant sont solubilisées et passent de la phase solide dans la phase liquide. Au cours de l'extraction, leurs teneurs (fractions) dans la phase solide diminuent et leurs concentrations dans la phase liquide augmentent. Le transfert de matière se réalise par diffusion moléculaire et par convection. La solution obtenue est appelée extrait. La source solide épuisée après l'extraction contient très peu ou pas de soluté. Elle est appelée raffinat ou résidu. Dans certains cas, la matière végétale est prétraitée avant l'extraction pour améliorer le contact entre les phases. Le séchage, le broyage et le morcellement sont souvent utilisés comme opérations de prétraitement [65].

Après l'extraction, l'extrait obtenu est séparé du solide épuisé par sédimentation, filtration ou centrifugation [65].

II. 2.3.2. Méthode d'extraction solide-liquide

Le choix de la méthode d'extraction est basé sur des données préalables sur les caractéristiques physicochimiques des métabolites à extraire. On distingue de nombreuses méthodes d'extraction (solide-liquide) des composés phytochimiques : des méthodes conventionnelles et des méthodes nouvelles [59]

II. 2.3.2.1. Méthodes conventionnelles :

Parmi les méthodes conventionnelles, on trouve la macération, l'infusion, la digestion, la décoction, la percolation, entrainement à la vapeur d'eau, Extraction à chaud en continu (*Soxhlet*) et chauffage sous reflux [59]

Les méthodes conventionnelles d'extraction se basent le plus souvent sur l'affinité des molécules pour différents solvants et sur l'utilisation de chauffage et/ou d'agitation [66].

➤ **L'extraction par solvant**

Dans le cas de processus d'extraction par solvant et de séparation de molécules spécifiques présentes dans un milieu solide, l'opération fait souvent appel, à la diffusion au sein du solide d'un fluide (liquide) porteur, appelé solvant d'extraction ; l'extraction se présente ainsi comme une interaction solide – liquide [67].

L'utilisaient des solvants organiques, soit par macération (extraction discontinue) ou en utilisant certains appareils comme le *Soxhlet* [68].

Les opérations d'extraction solide-liquide regroupent plusieurs méthodes différentes consistant toutes à faire interagir le solvant sur le matériau solide afin de dissoudre ses composants solubles [67]:

a- La macération :

Connue comme une méthode traditionnelle, a été couramment employée. Est la méthode d'extraction solide-liquide la plus simple [3].

Elle consiste en la mise en contact du matériel végétal avec le solvant sans ou avec agitation, habituellement à température ambiante. L'opération bien que généralement longue et à rendement souvent médiocre, est utilisée dans le cas d'extraction de molécules thermosensibles [65]. Qui est très positif pour conserver l'intégrité des molécules poly-phénoliques qui sont sensibles aux changements de température [3]. Pour être efficace, une macération sans agitation, peut durer de 4 à 10 jours environ. Ces phénomènes peuvent entraîner une dégradation rapide des molécules actives. En vue d'éviter ou de réduire ces inconvénients, la macération peut être opérée dans un récipient couvert, le tout à l'abri de la lumière et, dans certains cas, maintenue dans un réfrigérateur [67]. Le mélange est alors tendu, le marc (la matière solide humide) est pressé, et les liquides combinés sont clarifiés par filtration ou décantation après repos [59].

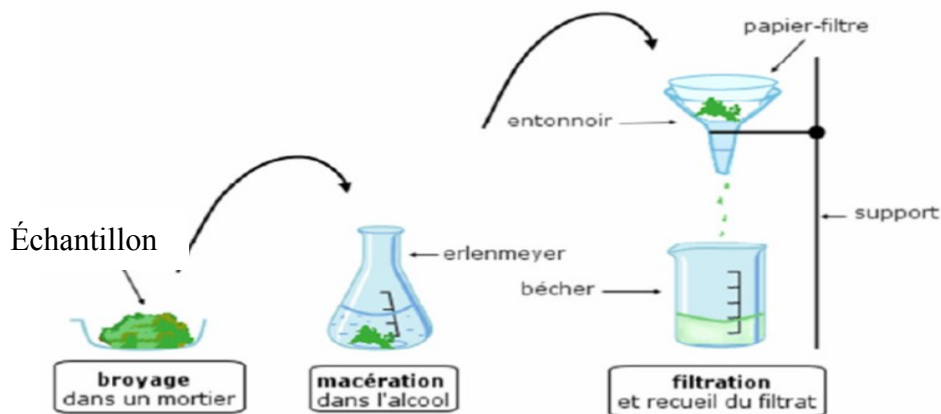


figure II .6: Etapes de la macération [59]

b- Le Soxhlet (extraction à chaud en continu)

Soxhlet est une méthode classique pour l'extraction solide-liquide, inventé pour la première fois en 1879 par l'allemand *Franz von Soxhlet* (1848-1926) [69].

L'extraction par Soxhlet est une méthode simple et convenable permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à l'épuisement complet du soluté dans la matière première. Elle est relativement peu coûteuse [3].

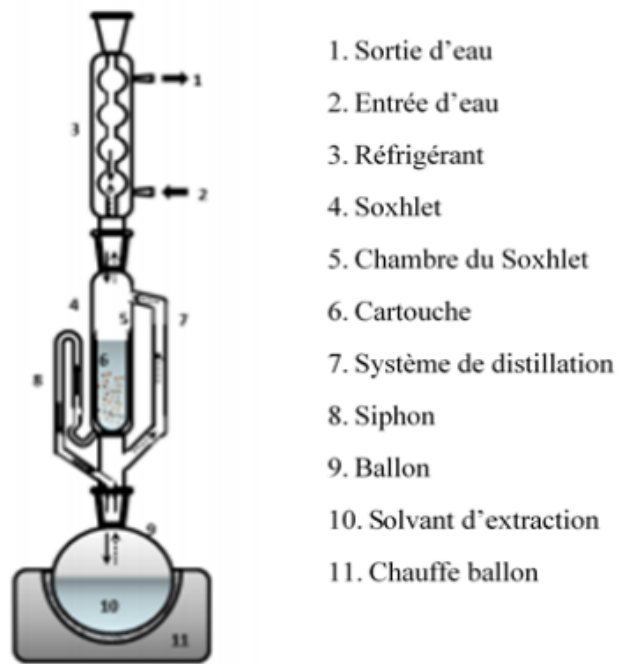


figure II .7: Schéma de l'extracteur Soxhlet [70]

▪ **Principe du *Soxhlet* :**

L'extracteur de *Soxhlet*, est un appareil spécifique conçu pour l'extraction continue solide-liquide (Figure II.3). Le solvant (5 à 10 fois la quantité de l'échantillon solide à extraire) est porté à ébullition. Ensuite, il est condensé avec le condenseur, contenant le solide à extraire dans une cartouche de papier épais. Le contact entre le solvant et le produit à extraire dure pendant l'accumulation du solvant dans le réservoir, puis quand le solvant atteint un certain

niveau, il amorce le siphon et retourne dans le ballon en entraînant la substance dissoute. Ce cycle peut être répété plusieurs fois [71]. L'hexane est le solvant le plus couramment utilisé pour extraire les huiles de plantes, est le solvant plus utilisé pour extraction *Soxhlet*.

L'extraction *Soxhlet* présente les avantages suivants [65]:

- l'échantillon est en contact de manière répétée avec du solvant frais (déchargé des solutés déjà extraits) ;
- l'extraction est effectuée avec du solvant chaud favorisant la dissolution des composés recherchés ;
- aucune filtration n'est nécessaire après l'extraction.

II.2.3.2.2. Méthodes nouvelles :

Extraction assistée par ultrasons (EAU), extraction assistée par micro-ondes (EAM), extraction par liquide pressurisé (ELP) et extraction par fluides supercritiques (EFS) [65].

II. 2.4. Extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide, encore appelé extraction par solvant, consiste à mettre en contact deux solutions immiscibles, l'une étant en général une solution aqueuse et l'autre une solution organique contenant un ou plusieurs solutés à extraire [72].

II. 2. 4.1. Solvant:

Les solvants appelés aussi diluants sont des composés organiques liquides capables de dissoudre, de diluer ou d'extraire d'autres substances. Le processus de dissolution ne modifie ni le solvant ni les composés dissous (soluté). Il présente des propriétés physico- chimiques lui permettant de former une phase organique continue, non miscible à la phase aqueuse [73].

Les solvants jouent un rôle important au niveau du transfert du soluté entre les phases et notamment agissent sur la cinétique d'extraction.

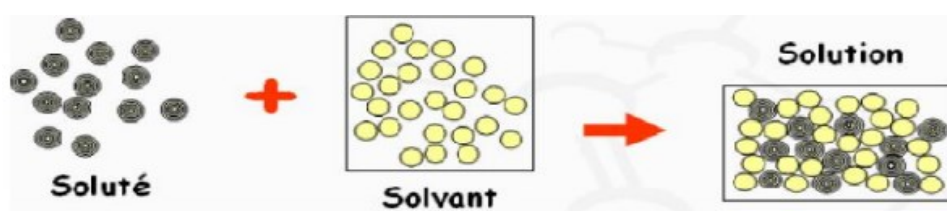


figure II .8: Réaction soluté solvant [73]

II.2.4.2. Mécanisme et le principe d'extraction par solvant

L'extraction liquide- liquide est un procédé physique consiste à séparer un ou plusieurs constituants d'un mélange entre deux liquides pratiquement non miscibles [74].

Dans cette opération, il est essentiel que la solution d'alimentation et le solvant soient au moins partiellement si pas totalement non-miscibles et, essentiellement, trois étapes soient impliquées [74] :

- a. Mettre le mélange d'alimentation et le solvant en contact intime dans des appareils destinés à mélanger les deux phases (ampoules, colonnes, mélangeurs);
- b. Séparation des deux phases résultantes par décantation gravimétrique ou centrifuge;
- c. Déplacement et récupération du solvant dans chaque phase.

On utilise le phénomène de la solubilité différente envers deux phases liquides, étant en général une solution aqueuse s'appauvrit en soluté, elle est alors appelée raffinat (R) et l'autre une solution organique s'enrichit en soluté, elle est alors appelée extrait (E).

Généralement, la densité des deux phases liquides sortantes est différente et elles peuvent donc être séparées par décantation.

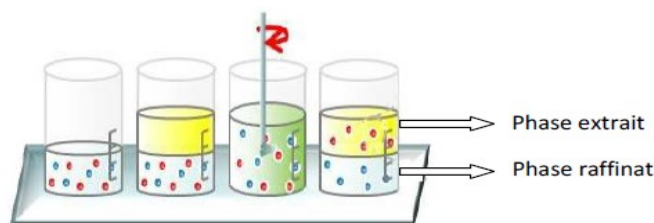


figure II. 9: Schéma du processus d'extraction liquide-liquide [74]

II.2.4.3. Classification des solvants selon leur structure moléculaire :

- Les solvants portiques polaires (également appelés solvants protogènes) : possédant un ou plusieurs atomes d'hydrogène susceptibles de former des liaisons hydrogènes, possèdent un fort moment dipolaire (μ élevé) et un fort pouvoir ionisant. Ils sont souvent miscibles à l'eau. Par exemple, l'eau, le méthanol, l'éthanol, etc [75].
- Solvants aprotiques et dipolaires : Ce sont des solvants miscibles à l'eau le plus souvent, qui ne donnent et n'acceptent pas de liaisons H, et qui ont un fort pouvoir ionisant et un caractère dissociant. Ce sont par exemple l'acétone [75].

- Solvants aprotiques et apolaires : Ces derniers ne forment pas de liaison H, présentent un moment dipolaire très faible et sont souvent non miscibles dans l'eau : hexane, benzène, toluène ou tétrachlorure de carbone [75].
- Solvants aprotiques et peu polaires: Ce sont des solvants intermédiaires. Ils possèdent un moment dipolaire faible et ne peuvent pas former de liaisons H [75].

Tableau II .1: Solvants et composés phytochimiques [59]

solvants	Composés phytochimiques
Eau	-Anthocyanes -Amidons -Tanins -Saponines -Terpénoïdes -Polypeptides -Lectines
Ethanol	- Stérols -Polyphénols -Alcaloïdes -Terpénoïdes -Polyacétylène
Méthanol	- Anthocyanes -saponines -Alcaloïdes -Terpénoïdes -Xanthoxylle -totarol -Quassinoides -Lactones -Flavones -Phenones
Chloroforme	-Terpénoïdes -Flavonoïdes

Ether	-Alcaloïdes -Terpénoïdes -Coumarine -Acide gras
Acétone	-Phénol -Flavonols

II.2.4.4. Critères de choix du solvant : Les principaux critères requis pour un solvant sont:

- Une solubilité totale avec l'extractant [73].
- Être fortement hydrophobe pour que sa miscibilité avec les phases aqueuses soit la plus faible possible [73]
- Avoir une température d'ébullition élevée si possible supérieure à 170°C afin d'éviter son évaporation au cours du transport [73]
- Une faible viscosité et volatilité [73]
- Une parfaite stabilité chimique et une absence de toxicité [73].
- Une tension interfaciale avec l'eau supérieure à 10 mN/m [73].
- Une différence de masse volumique avec la solution aqueuse d'au moins 120kg/m³. [73].
- Efficacité de solvant [76].
- Le solvant doit assurer une bonne sélectivité, et un coefficient de distribution le plus élevé possible [76].
- Régénération du solvant [76].
- Une différence de masses volumiques entre les phases en présence (organique et aqueuse) [76].
- Il ne doit être ni corrosif et ni chimiquement très réactif dans les conditions de son utilisation. [76].
- point éclair élevé[76].
- Les coûts de fonctionnement soient peu élevés [76].

Chapitre III

Les applications des grains de coton

III. 1. Biodiesel

La production du biodiesel a attiré une attention considérable dans le passé récent comme biocarburant pouvant contribuer à diminuer notre dépendance vis-à-vis des combustibles fossiles. C'est un biocombustible biodégradable et une alternative écologique au diesel, produit par transformation d'huiles d'origine végétales, animales ou usées en esters alkylés. Il présente les avantages de renouvelabilité, non toxique, un point d'éclair élevé et moins de pollution [77].

III.1.1. Généralité sur biocarburant :**III. 1.1.1. Définition de biocarburant (Carburants alternatifs) :**

L'expression « biocarburant » (du grec *bios*, vie, vivant et du latin *carbo*, charbon, carbone) signifie que ce carburant est obtenu à partir de matériaux organiques. On emploie également les expressions « carburant vert » [78].

Les biocarburants (ou agro carburants) sont des carburants produits à partir de matériaux organiques renouvelables et non-fossiles (des sources végétales ou animales) [78].

Les biocarburants ont l'avantage d'être des sources renouvelables d'énergie et qui ont une faible contribution au bilan de CO₂, donc ils contribuent à limiter les émissions des gaz à effet de serre [79]. Le terme biocarburant est générique et inclut le bioéthanol, le biodiesel, la bio-huile, le biogaz, les liquides de Fischer-Tropsch et le bio-hydrogène. Le bioéthanol et le biodiesel sont les plus produits et peuvent être synthétisés à partir de la biomasse par l'intermédiaire de la catalyse chimique ou biologique [80].

III.1.1.2. Type de biocarburant :**III. 1.1.2.1. Le biogaz :**

Les biogaz sont les produits gazeux obtenus à partir de la biomasse par différents procédés ; ils sont produits par fermentation (digestion microbienne en l'absence d'oxygène) de la matière organique. Il en résulte principalement la production du méthane (molécule combustible dans le gaz naturel), du monoxyde de carbone et de l'hydrogène [80].

III.1.1.2.2. Le bioéthanol :

Un biocarburant qui est produit par fermentation de matières organiques riches en sucre. Source : Betterave, Canne à sucre, Blé, Maïs, Pomme de terre, Cellulose...etc [81].

III.1.1.2.3. Bio-oil:

Ce sont les produits liquides sortants de la pyrolyse de la biomasse (bois, huiles végétales et graisses animales). Elles peuvent avoir des compositions et des propriétés différentes destinées à l'utilisation dans plusieurs domaines comme les carburants et les solvants [79].

III.1.1.2.4. Biodiesel:

Le biodiesel est un biocarburant destiné à être utilisé dans les moteurs diesel, il est fabriqué à partir des huiles végétales et des graisses animales. C'est un carburant prometteur ayant des propriétés très proches du gasoil et qui pollue moins [79].

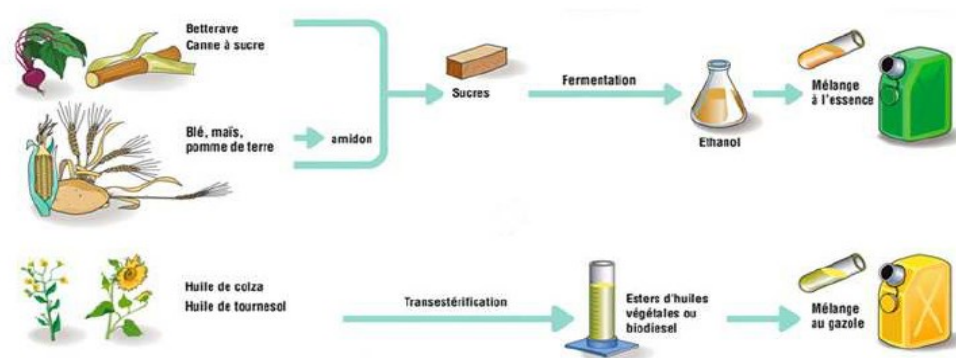


figure III. 1: Schématisation de la production des biocarburants [82]

III. 1.1.3. Classification des biocarburants :

III.1.1.3.1. Biocarburants de première génération :

La première génération correspond aux biocarburants, tels que l'éthanol, produit à partir du sucre ou de l'amidon provenant de parties comestibles des plantes. Le biodiesel provient des huiles végétales et les biogaz sont issus de la digestion anaérobie de la biomasse [81]. Le biocarburant de première génération le plus répandu est l'éthanol, Un autre biocarburant de première génération, le plus connu et le plus consommé, est le biodiesel produit à partir de plantes oléagineuses par transestérification [80].

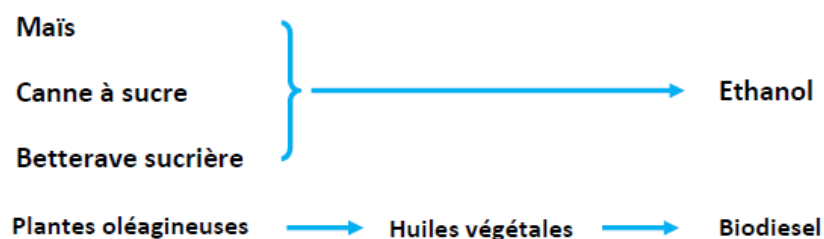


figure III. 2: Biocarburants de première génération tirés des plants [83]

III.1.1.3.2. Les biocarburants de seconde génération :

Les biocarburants de seconde génération utilisant l'intégralité de la lignocellulose des plantes ou de la biomasse, permettent d'élargir l'horizon des matières premières : bois, paille, résidus forestiers...etc [82].

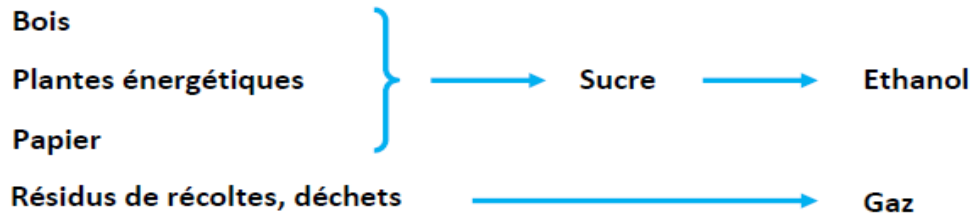


figure III. 3: Biocarburants de deuxième génération tirés de déchets de l'agriculture et de L'exploitation forestière [83]



figure III. 4: Les filières de 2^{ème} génération [E4]

III.1.1.3.3. Biocarburants de troisième génération :

Il s'agit des agros carburants à partir de micro-algues ou les Algotcarburants. Les micro-algues peuvent fournir différents types d'énergies renouvelables. Il s'agit notamment du méthane produit par la digestion anaérobie des algues, du biodiesel dérivé de l'huile des micro-algues [78].



figure III. 5: Biocarburants de troisième génération tirés des cultures d'algues [83]

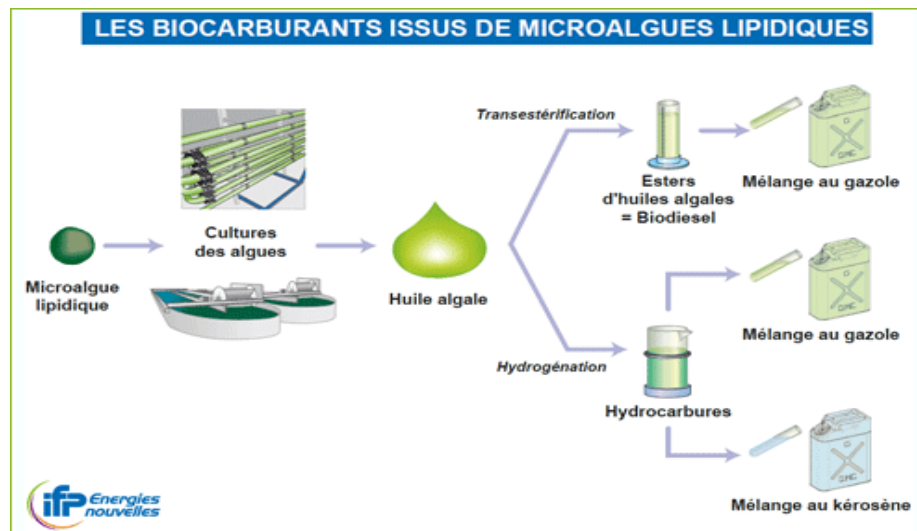


figure III. 6: Schéma des filières de productions de biocarburants issus de microalgues lipidiques [84]

III.1.2. Généralité sur biodiesel

III.1.2.1. Historique :

Lors de l'exposition universelle de Paris en 1900, l'un des cinq moteurs diesel exposés fonctionnait à base d'huile d'arachide, et ce fut la première utilisation avérée d'une huile végétale en guise de gazole. Le gouvernement français de l'époque s'intéressait d'ores et déjà à une source d'énergie locale pour ses colonies africaines, comme l'affirmait Rudolf Diesel (1858 – 1913), l'inventeur du moteur qui porte son nom, dans certains de ses écrits. L'idée répandue selon laquelle Diesel avait inventé « son » moteur spécialement pour l'utilisation des huiles végétales en guise de carburant est donc fautive. L'objectif principal de Diesel était de développer un moteur plus efficace, tel qu'il l'avait annoncé dans le premier chapitre de son livre de 1913, intitulé *Die Entstehung des Diesel Motors* (Emergence du moteur Diesel). En revanche, Diesel a mené des expériences ultérieures en utilisant les huiles végétales en guise de carburant [83].

III.1.2.2. Définition de biodiesel :

Le biodiesel est un biocombustible biodégradable et une alternative écologique au diesel [85]. Est un biocarburant destiné à être utilisé dans les moteurs Diesel et provient de la conversion de lipides (huiles végétales et graisses animales) en carburant [80].

Il est produit par réaction de transestérification entre des triglycérides (huile végétale) ou des acides gras avec de l'alcool (méthanol) [86], formant ainsi les esters méthyliques ou éthyliques d'huiles végétales et du glycérol [87].

Il permet de réduire les émissions de CO₂ atmosphérique, Par ailleurs, l'utilisation du biodiesel dans les moteurs peut réduire également les émissions de dioxyde d'azote (NO₂) [85].

Les sources de matière première les plus utilisées pour la fabrication du biodiesel sont [80] :

- Les huiles végétales (par exemple, huile de soja, huile de coton, huile de canola, huile de maïs), vierges ou usées ; il s'agit aussi d'un agro-carburant.
- Les huiles extraites d'algues ou de microalgues (algo-carburant).
- Les graisses animales (relativement peu utilisées).

III.1.2.3. La méthode de production de biodiesel :

Le biodiesel est un diesel produit à partir de l'huile végétale ou animale. Il existe plusieurs méthodes de synthèse du biodiesel à partir des huiles végétales, parmi lesquelles on peut citer [88]:

- La pyrolyse
- La dilution
- Le craquage et l'hydrocraquage
- La microémulsion
- La transestérification

Dans notre travail on s'intéressera particulièrement un procédé qui est la transestérification.

➤ Production de biodiesel :

La production de biodiesel à partir de produits agricoles oléagineux comprend deux phases de traitement [82] :

- La première phase est l'extraction d'huile par pressage (à chaud ou à froid) ou par extraction à l'aide de solvant.

- La seconde phase, consiste en la transformation de l'huile en biodiesel par transestérification ; un procédé chimique qui, à l'aide d'un alcool, permet d'obtenir des composés d'ester (composante principale de biodiesel).

La production de biodiesel à partir de grains oléagineux génère deux types de coproduits.

D'une part, nous avons les tourteaux oléagineux résidus solides de la trituration des grains qui représente 50 % à 75 % de la masse des grains. D'autre part, le glycérol pour la fabrication de produits pharmaceutiques et cosmétiques [82].

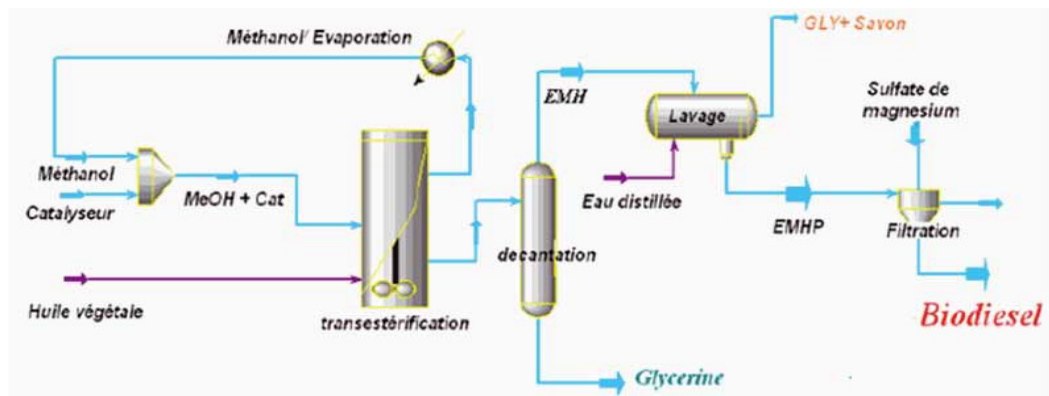


figure III. 7: Procédé industriel de production du biodiesel [87].

III.1.2.4. Prouesse de production de biodiesel à partir d'huile végétale :

La transestérification est l'une des plus importantes méthodes utilisées pour la transformation des huiles végétales en carburant diesel [77].

III.1.2.4.1. Définition d'huile végétale :

Les huiles végétales sont des substances hydro-insolubles produites à partir des différentes parties d'une plante telles que le coton (graine), ou de la noix de coco pour ne citer que celles-là. Elles sont majoritairement composées de triglycérols communément appelés triglycérides. Ceux-ci sont les composés d'une molécule de glycérol et de trois molécules d'acides gras. Ce sont donc des triesters du glycérol (glycérine) et d'acides gras [88].

- Composition des huiles végétales :

Les triglycérides, triesters d'acides gras et de glycérol, sont les constituants essentiels des huiles végétales. Ils doivent aux longues chaînes hydrocarbonées des acides gras leurs propriétés physiques principales comme la polarité et l'hydrophobie [89].

III.1.2.4.2. Réaction de transestérification

La transestérification est ou alcoololyse une réaction chimique la plus importante méthode utilisée pour la transformation des huiles végétales en carburant diesel. Elle consiste à estérifier les triglycérides des huiles végétales en ajoutant un alcool, généralement le méthanol ou l'éthanol en présence d'un catalyseur [90], pour former le glycérol et un mélange de mono-esters utilisés comme biocarburant (biodiesel) [78].

La réaction fait intervenir, pour une mole de triglycéride, trois moles de méthanol donnant ainsi une mole de glycérol et trois esters méthyliques [91].

L'équation de la réaction s'écrit :

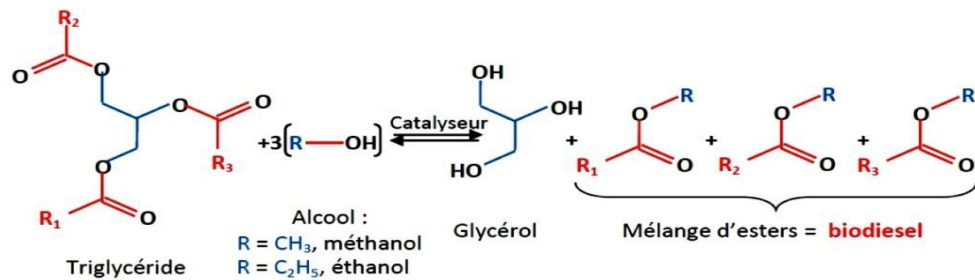


figure III. 8: Schéma simplifié de la synthèse du biodiesel [92]

III.1.2.4.3. Le processus de fabrication du biodiesel à partir d'huile végétale

La production de biodiesel à partir de grains oléagineux comprend deux phases importantes, soit la production de l'huile à partir des grains et la transformation de cette huile végétale en biodiesel.

A. Production de l'huile

Cette première phase est identique à celle requise pour produire de l'huile végétale. Elle est réalisée par pressage, à froid ou à chaud, ou par extraction à l'aide d'un solvant. On se étudie base sur extraction à l'aide d'un solvant [93].

- Par pressage.

- Par extraction : Le procédé d'extraction consiste à retirer l'huile du grain à l'aide d'un solvant. Les graines doivent être préalablement dépoussiérées et le plus souvent décortiquées ou dépelliculées. Les lipides sont ensuite extraits par solubilisation dans un solvant organique (comme l'hexane) chauffé à 50-60 °C puis, par percolation à contre-courant du solvant pendant 4 à 6 heures [93].

B. Transformation de l'huile

1-Etape de mélange des réactifs

Les réactifs, l'huile et l'alcool (méthanol ou éthanol) sont introduits, puis mélangés dans la cuve servant de réacteur en présence du catalyseur [94]. (Hydroxyde de potassium ou hydroxyde de sodium) pour accélérer la réaction [93].

2- Etape de réaction

Une fois que le mélange huile/alcool ait lieu dans le réacteur, le processus de la réaction de transesterification se déclenche pour durer un certain temps. Les conditions de température et de pression sont fonction du type de catalyse. La réaction s'effectue à une température légèrement supérieure au point d'ébullition de l'alcool (environ 70 °C) afin d'en accélérer la vitesse. Le temps de réaction varie entre 1 et 8 heures. A la fin de la réaction, huile passe à l'état d'ester en changeant ses propriétés physico-chimiques : la viscosité, la densité, la masse molaire [93].

3- Etape de décantation

Après la formation des esters au cours de la transesterification, une étape de décantation du produit est nécessaire pour séparer le biodiesel du glycérol. Le glycérol plus dense que le biodiesel se condense dans la partie basse. La décantation peut s'effectuer dans le réacteur par gravité [94].

4- Etape de lavage

Une étape de purification de l'ester consiste à éliminer les impuretés telles que la glycérine résiduelle, l'excès d'alcool, les traces de catalyseurs, savons et sels formés par la catalyse homogène. Cette opération s'effectue par lavage du biodiesel à l'eau [94].

III.1.3. Huile coton comme biodiesel

III.1.3.1. Huile de coton

Classée au rang de la cinquième huile alimentaire mondiale la plus consommée [94]. L'huile de coton a des acides gras polyinsaturés à saturés et se compose généralement de 65-70% d'acides gras insaturés dont 18-24% mono-insaturés (oléique) et 42-52% polyinsaturés (linoléique) et 26-35% saturés (palmitique et stéarique).

Tableau III. 1: Les éléments chimiques d'huile de coton [95]

Composition des éléments chimique (% masse)								
Formule Globale	C %	H %	O %	N %	S %	P(ppm)	Mg (ppm)	Ca(ppm)
C_{17,94} H₂₆ O₂	76.39	11.8	11.4	<0.30	0	203	70,3	29,8

Tableau III. 2: Quelque propriété physique et chimique d'huile de coton [95]

propriété physique					
Viscosité à 40°C (cSt)	Teneur en eau (ppm)	Tension superficielle à 25°C (mN/m)	Point éclair (°C)	Indice cétane	Indice d'acide (mgKOH g-1)
37,0	756	31,5	240,5	34	6,29

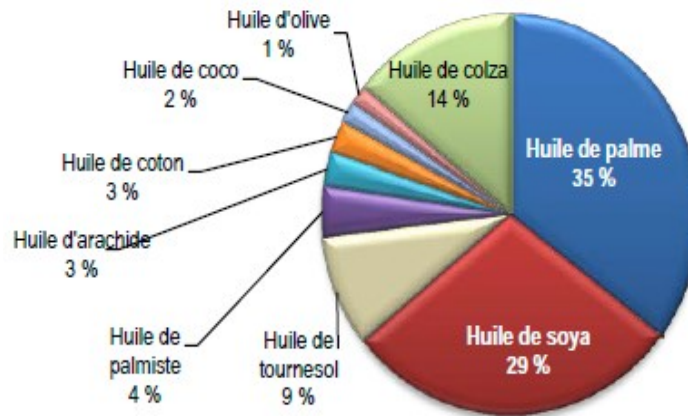


figure III. 9: consommation mondiale par type d'huile végétale en 2018 [96]

III. 1.3.2. Utilisation de l'huile de coton carburant

Le tableau III.3 compare les caractéristiques « carburant » du gazole (Europe) avec celles de l'huile de coton et de sept autres huiles végétales. On remarque des viscosités plus élevées pour les huiles tandis que leurs pouvoirs calorifiques sont légèrement plus faibles.

Ces tableaux permettent également de voir que l'huile de coton est très similaire aux autres huiles telles arachide, pourghère, soja... Un ester éthylique de coton est comparé à l'ester méthylique de colza très utilisé en Europe [97].

Tableau III. 3: Caractéristiques carburant de l'huile de coton naturelle et d'un ester éthylique comparées avec 7 autres huiles végétales et le gazole [97].

Huile végétale	Densité 20 (° C)	Viscosité 20°C mm2/s	Point d'écoulement (°C)	Point de trouble (°C)	Point d'éclair (°C)	Indice de cétane	Pouvoir calorifique (PCI) MJ/kg
Combustible Diesel	0,836	3 à 7,5	-18	< -5	93	50	43,8
Ester méthylique de colza	0,880	7	-12	-4	183	52	41
Ester méthylique de coton	0,870	7	1	2	178	54	40
Copra	0,915	30	23/26	28	230	43	37,1
Palme	0,945	60	23/40	31	280	39	36,9

Coton	0,921	73	- 2	-1	243	34	36,8
Pourghère	0,920	77	- 3	2	236	35	38,8
arachide	0,914	85	-1	9	258	34	39,3
Colza	0,920	78	- 2	-11	285	36	37,4
Soja	0,920	61	-4	-4	330	31	37,3
Tournesol	0,925	58	-6	-5	316	36	37,8

Les tableaux III.4 indiquent que l’huile de coton présente des performances, des rendements très proches de celles du gazole, quel que soit le type de moteur. Par ailleurs, les taux de particules émises sont inférieurs de 30 % à ceux du gazole.

Tableau III.4: comparaison entre fioul et huile de coton

	Fioul	Huile de coton
O2 %	5.9	6
CO ppm	39	50
CO2 %	11.2	11.3
NO ppm	62	59
NOx ppm	66	63
SO2 ppm	61	0
Temp. échappement °C	161	167
Temp. ambiante°C	24	23
Rendement %	93.8	93.1

III.2. Utilisation comme adsorbant

III.2.1. Définition d’adsorption

L’adsorption ou phénomène de surface est un phénomène physico-chimique se traduisant en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles [98].

L'adsorption à l'interface soluté/solide est un phénomène de nature physique ou chimique par lequel des molécules présentes dans effluent liquide ou gazeux, se fixent à la surface d'un solide [99].

L'adsorption par un solide peut être définie comme étant le phénomène physique de fixation de molécule à la surface du solide par des forces d'interaction faible de type Van der waals.

Le solide qui est le siège de cette adsorption est appelé solide adsorbant, ou simplement adsorbant. Le composé gazeux ou liquide qui subit l'adsorption est appelé adsorbat [98].

III. 2.2. Description du mécanisme d'adsorption

La séparation par adsorption est basée sur une adsorption sélective (thermodynamique et /ou cinétique) des polluants (appelés adsorbat) par un adsorbant, grâce à des interactions spécifiques entre la surface du matériau et les produits adsorbés : c'est un simple transfert de masse à partir de la phase liquide vers la surface du solide, ce processus s'opère en plusieurs étapes [99].

- Diffusion externe : correspond au transfert du soluté (un colorant) du sein de la solution à la surface externe des grains. Le transfert de la matière externe dépend des conditions hydrodynamiques de l'écoulement d'un fluide dans un lit adsorbant [100].
- Diffusion interne : les particules de fluide pénètrent à l'intérieur des pores. Elle dépend de gradient de concentration du soluté [100].
- Diffusion de la surface au contact des sites actifs, elle correspond à la fixation des molécules [100].

III.2.3. Grands types d'adsorbants

On distingue cinq grands types d'adsorbants « physiques » : les charbons actifs, les zéolithes, les alumines, les gels de silice et les argiles activées [101].

Grâce à leur structure cristalline en feuillets, les argiles et les zéolithes sont de bons adsorbants naturels [101].

Le charbon actif est un excellent adsorbant : sa capacité d'adsorption des molécules organiques et des gaz est remarquable.

Tous les adsorbants sont caractérisés par un certain nombre de propriétés physiques :

- Porosité interne;
- Fraction de vide externe correspondant à un garnissage en vrac;
- Masse volumique de la particule;
- Masse volumique réelle;

- Surface spécifique des pores;
- Rayon moyen des pores.

III.2.3.1.les charbons actifs

Le principal adsorbant utilisé en pratique est le charbon actif. Il est obtenu à partir de matières organiques (bois, tourbe) carbonisées, puis activées (dégagement des cavités remplies de goudron lors de la carbonisation). Le charbon actif peut être obtenu soit sous forme de poudre ou soit sous forme de grain [101].

III.2.3.2. Argiles

En tant que matière première brute, l'argile est un mélange de minéraux argileux et d'impuretés cristallines sous forme de débris rocheux de composition infiniment diverse. L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par leur abondance dans la nature, l'importance des surfaces qu'elles développent, la présence des charges électriques sur cette surface et surtout l'échangeabilité des cations interfoliaires [101].

III.2.3.3. Les zéolithes

Ce sont des silico-aluminates hydratés à l'état cristallin. Ces composés possèdent la propriété de perdre lentement leur eau de cristallisation par chauffage modéré, sans changer de structure cristalline. Ils deviennent spongieux et très adsorbants [101].

III.2.3.4. Adsorbants minéraux (Les alumines)

Les alumines et oxydes métalliques divers; bien que présentant, pour certains, des surfaces spécifiques importantes (300 à 400 m². g⁻¹). Ces solides adsorbent plus sélectivement que les charbons. Leur capacité dépend étroitement du pH et de leur mésoporosité [101].

III.2.3.5.gel silice

Il s'agit d'une forme synthétique amorphe de l'acide silicique Si(OH)₄. Ce sont des réseaux rigides et continus de particules sphériques de silice colloïdale. Ces gels ont des structures poreuses très riches en SiO₂. Commercialement, les gels de silice sont préparés en mélangeant une solution de silicate de sodium avec un acide minéral comme l'acide sulfurique. Comme les alumines activées, les gels de silice sont très employés pour des opérations de séchage. Ils sont également utilisés comme phase stationnaire pour la chromatographie [102].

III.2.4. Généralité sur colorant

Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (de 380 à 750 nm). La transformation de la lumière blanche en lumière colorée par réflexion sur un corps, ou par transmission ou diffusion, résulte de l'absorption sélective d'énergie par certains groupes d'atomes appelés chromophores. La molécule colorante est un chromogène. Plus le groupement chromophore donne facilement un électron, plus la couleur est intense [103].

D'autres groupes d'atomes du chromogène peuvent intensifier ou changer la couleur due au chromophore, ils sont appelés les groupements auxochromes [103].

Un colorant est une substance chimique colorée capable de transmettre sa coloration à d'autres corps. Il est souvent un composé organique insaturé et aromatique. Les premières matières colorantes étaient d'origines végétales (garance, indigo, gaude.) ou même animales (carmin tiré de la cochenille) [103].

Ces colorant sont calasse à deux catégorie:

- Classification chimique : les colorants azoïques, Les colorants xanthènes, Les colorants anthraquinoniques...;
- Classification tinctoriale: Les colorants acides ou anioniques, Les colorants basiques ou cationiques...;

Deuxième partie

Partie Pratique

Méthode

Et

Matériel

Ce chapitre représente une description des différents appareillages et produits chimiques utilisées ainsi que les techniques expérimentales. La partie expérimentale a été effectuée au niveau du laboratoire pédagogique de génie de procédé 1 de la faculté des Sciences et Technologies, et laboratoire microbiologique de la faculté des sciences de la nature et de la vie de l'Université de Ghardaïa (Algérie).

I. Objectif du travail:

Notre travail consiste initialement à collecter du grain de coton afin de préparer leur extrait avec la méthode de macération à froid afin de conserver les différents principes actifs présents dans l'extrait et l'utilisation de différent solvant et faire des caractérisation physico-chimique ainsi que l'évaluation de leurs activités biologiques (l'activité antioxydant et antimicrobienne) pour comparer par la suite dans le but de déterminer l'effet de solvant sur les propriétés des extraits.

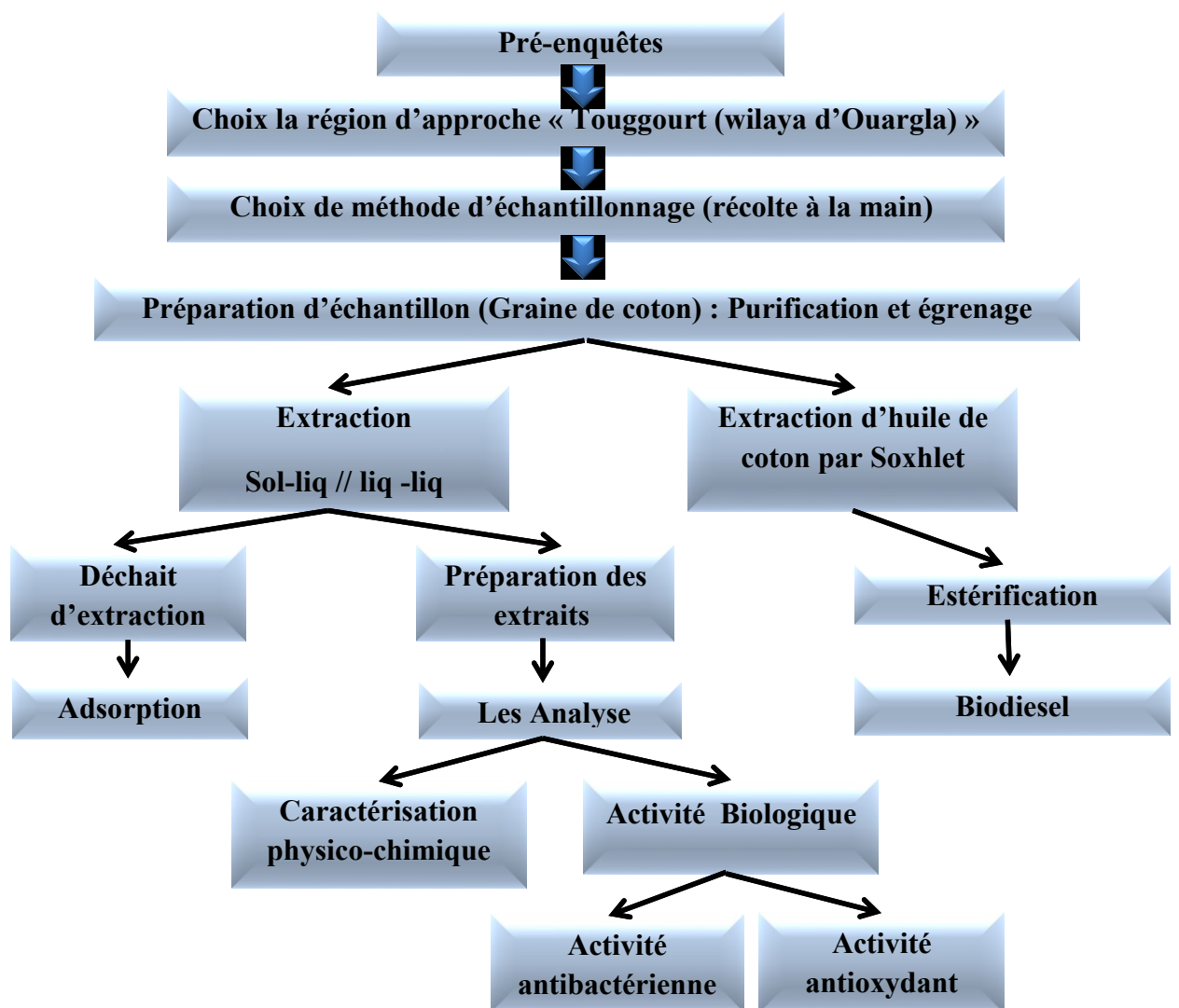


figure IV. 1: Organigramme descriptif de la méthodologie de travail

II. Préparation d'échantillon

II.1. Présentation des plantes

Récolte du Matériel: le plant de coton a été récolté dans la région de son habitat naturel durant le mois de février 2021. La récolte est effectuée dans la région Touggourt (wilaya d'Ouargla) au sud-est d'Algérie (Figure IV. 2). La récolte du matériel végétal a été collectée en début de matinée afin que le matériel végétal soit le plus frais possible.



Figure IV. 3: plant de coton

II.2. Purification et égrenage

Après le processus de récolte, le coton a été purifié des impuretés et des parties mortes.

- L'égrenage: Il s'agit du processus de séparation des filaments des graines, dans lequel les fibres de coton brut sont arrachées des graines à étudier.

II.3. Séchage

Après le processus d'égrenage vient le processus de séchage, qui est un processus destiné à réduire la teneur en humidité des graines. Pour faciliter le processus de broyage et éviter tout effet sur les propriétés de l'huile.

II.4. Le broyage

Le broyage des graines de coton nous permet d'avoir un substrat homogène et on obtient ainsi une farine fine, l'opération est réalisée par un mortier. Le but du broyage est d'augmenter la surface de contact entre le solvant d'extraction et la poudre des graines.

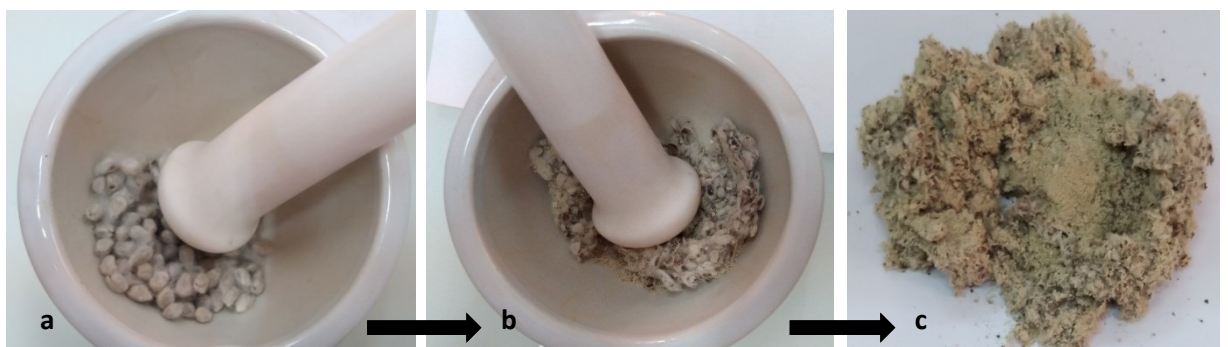


figure IV. 4: a. Graines de coton avant de broyer ; b et c : Graines de coton Après broyage

III. Préparation des extraits : Extraction pour obtention des extraits végétaux

III. 1. Matériel :

Le tableau suivant regroupe tous les produits chimiques et matériels utilisés dans notre étude.

Tableau IV .1: tableau des produits et Matériels

Produits	Matériels et verreries
- Grain de coton	- Un mortier
- Ethanol	- Papier filtre
- Ether de pétrole	- ampoules de décantation et Support.
- Chloroforme	- Becher
- N-butanol	- Erlenmeyer
- Acétate	- Chambre noir
- Na ₂ CO ₃	-Boite pétrie
- L'eau distille	-Pinces
- Les extraites : Ethanol	-Ecouvillon
Ether de pétrole	-Autoclave
Chloroforme	-Bain marie
N-butanol	- Appareil Soxhlet
Acétate	- Rota vapeur(heidolph)
- Milieu Mueller Hinton	- Thermomètre
- Le milieu Sabouraud	- Ballon (250 ml)
- Hexane	- Pipette microlitre
- Hydroxyde de potassium KOH.	- Réfrigérant à reflux
- Huile de coton	- balance
- Méthanol CH ₃ OH	- Bec Benzène
- Vert malachite	- barreau magnétique
- Biosorbant	- PH mètre (AD 130)
- Dpph	- Chauffe ballon avec agitation
- Folin -Ciocalteu	- réfractomètre(NAR-2T)
- phenolphétaline	- Entonnoir
- tetrachlorure de carbone	- UV- visible (UVILINE 9400C)
- molybdate de sodium	- Vortex(SA8)

- acide gallique	- four
- acide caféique	- éprouvette gradué
- flavonoïdes par aluminium ($AlCl_3$)	- pied à coulisse
- la quercitrine	- papier wattman
- acide ascorbique	- pycnomètre

III. 2. Extraction par macération

a. Principe : La macération (extraction solide-liquide) est une opération qui consiste à laisser reposer la matière végétale (broyat) dans l'éthanol aqueux pour extraire les compose actifs (composés phénoliques et flavonoïdes).

b. Mode opératoire :

✚ Préparation de 500 ml de mélange méthanol-eau:

- Mesurer un volume de 350 ml d'éthanol à l'aide d'une éprouvette graduée.
- Mesurer un volume de 150 ml d'eau distille à l'aide d'une éprouvette graduée.
- Mélanger les deux solutions pour obtenir une solution eau / éthanol (70 : 30 ; v/v).

✚ Préparation l'échantillon végétale :

- Broyer les graines de coton à l'aide d'un mortier
- Peser 50 gramme de la matière végétale (broyat).

c. Protocole :

Le matériel végétal (50 g de graine de coton broyat) est mis à macérer dans un mélange hydro alcoolique (Ethanol/Eau ; 70 : 30 ; v/v) sont introduits dans un erlenmeyer de 1 litre, pendant 3jours à l'abri de la lumière et à température ambiante. La macération est répétée 3 fois avec renouvellement du mélange hydro alcoolique tel que pour 1éré jours $V_{\text{éthanol/eau}}=150$ ml et pour 2émé jours $V_{\text{éthanol/eau}}=150$ ml ; et 3émé jours $V_{\text{éthanol/eau}}=200$ ml, dure dans chaque cas de 24 h à 3 jours. Avec le passage de toutes les 24 heures, nous effectuons le processus de filtrage à l'aide de papier filtre. Les filtrats ont été soumis à une évaporation sous vide à l'aide d'un rotavapeur, à une température de 40°C.



50 g de graine de coton broyat



Mélange éthanol/eau $V_{\text{eau}}=150\text{ml}$; $V_{\text{éthanol}}=350\text{ml}$

figure IV. 5 : les étapes d'extraction par macération



Poudre +150 ml eau/éthanol



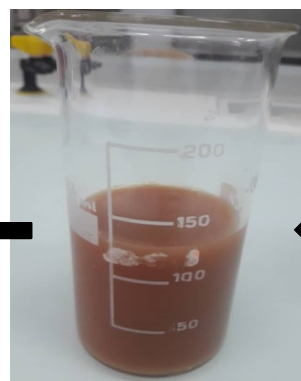
Macération



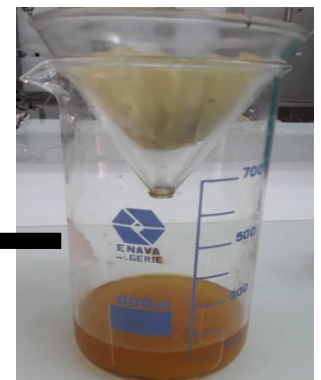
Incubation



Evaporation



Filtrat



Filtration

figure IV. 6: Processeur d'extraction par macération

L'extraction exhaustive est généralement réalisée avec différents solvants de polarité croissante afin d'extraire le mieux les composants les plus actifs ayant une activité biologique

La plus élevée. Des extractions successives (liquide-liquide) par des solvants à polarité croissante [6]:

- Ether de pétrole ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_n\text{-CH}_3$),
- Chloroforme (CHCl_3),
- Acétate d'éthyle ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$)
- Butanol (CH_3OH).

Chaque extraction est répétée trois fois sauf avec l'acétate d'éthyle une seule fois. Les quatre phases organiques ainsi obtenues sont concentrées à sec sous pression réduite, pesées.

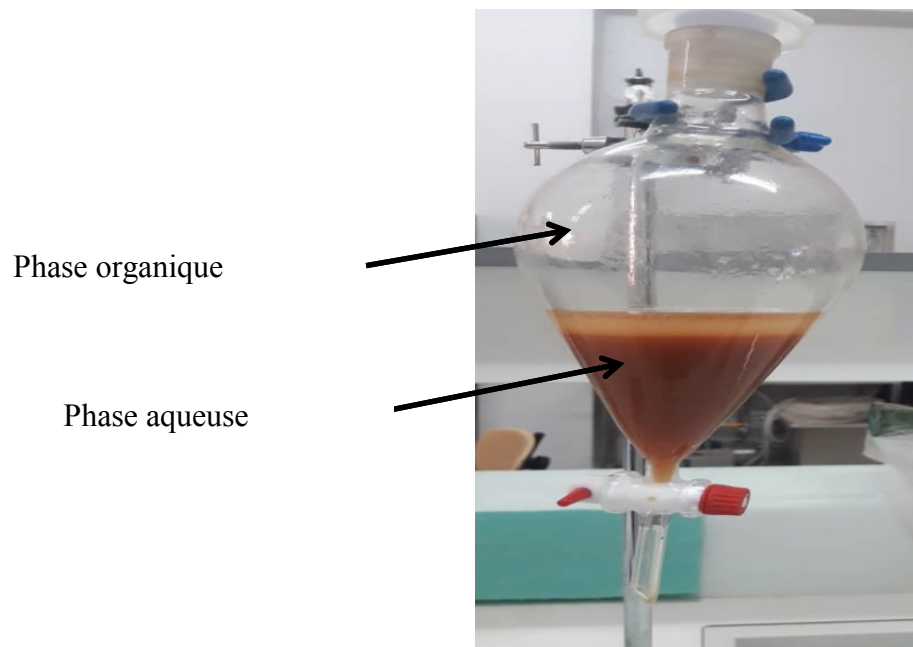


figure IV. 7: Extraction liquide-liquide (éther de pétrole et filtrat)

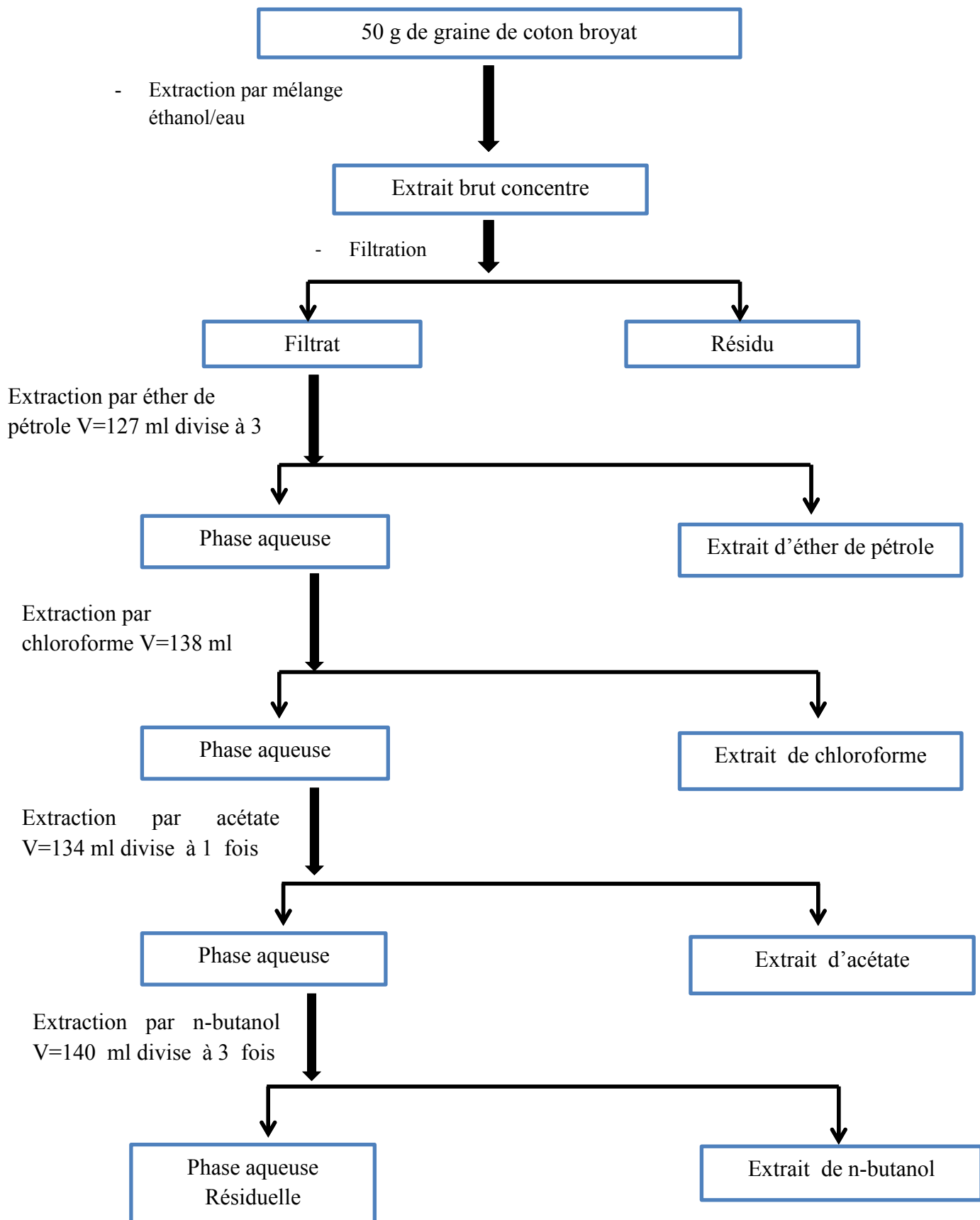


figure IV. 8: Schéma d'extraction par solvants organiques des graines de coton

IV. Screening physicochimiques

IV.1. Caractérisation physico-chimique des poudres et huile de graine de coton Obtenue

IV.1.1. Détermination de taux d'humidité de la poudre [104]

La méthode utilisée est adaptée de la norme NF T 60-201 de novembre 1984 et destinée aux corps gras [105].

➤ **Définition :**

C'est la perte de poids à la dessiccation à l'étuve pendant un temps donné et à une température comprise entre 103°C et 105°C, durant 24h [106]. Cette méthode consiste en une dessiccation du produit après chauffage à une température de 103± 2°C dans une étuve jusqu'à obtention d'une masse constante [104].

➤ **Mode opératoire :**

1g des graines broyées pesés dans une capsule coupelle tarée elle-même positionnée dans une étuve réglée à 105°C pendant 24 heures. L'échantillon est ensuite pesé avec précision, après avoir refroidis à température ambiante dans un dessiccateur, et ce jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

L'humidité est calculée d'après la relation suivant :

$$H\% = ((M_1 - M_2) * 100) / P$$

Dans laquelle : M_1 : masse de l'ensemble capsule et la matière végétale avant étuvage(g).

M_2 : masse de l'ensemble capsule et la matière végétale après étuvage(g).

P : masse de la prise d'essai(g).

IV.1.2. Détermination du pH

➤ **Définition :**

Le pH est mesuré en suivant la méthode décrit par la norme AFNOR (NF V 05-108, 1970)

➤ **Mode opératoire :**

1g de poudre mélange avec 25mL d'eau distillé, le tout est mis au chauffage dans un bain-Marie à 60°C avec une agitation (30min). La valeur de pH de la solution obtenue après filtration est lue directement sur le pH mètre, en prenant soins que l'électrode soit complètement immergée dans la solution (**Annexe 1**).

IV.1.3. Détermination de l'acidité titrable

➤ **Définition**

La méthode appliquée est adaptée aux de graine de coton à partir de la procédure décret dans la norme AFNOR (NF V 05-101, 1974)

➤ **Mode opératoire :**

Un échantillon de 1g de la poudre des graines de coton est placé dans une fiole conique avec 10mL d'eau chaude (bouille et refroidie). La fiole est adaptée à un réfrigérant à reflux afin de chauffer le contenu au bain-marie pendant 30 min. Après refroidissement, le contenu de la fiole conique est transféré à une fiole jaugée de 250mL et complété jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée récemment bouillie et refroidie. Mélanger bien, puis filtré.

50 ml de filtrat versé dans un bécher, sont titré avec une solution d'hydroxyde de potassium, 0,1N ($m_{\text{Naoh}}=0.4\text{g}$), en présence de 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine, jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant 30 secondes.

L'acidité titrable, exprimée en milléquivalents de NaOH par 100 g de produit, est déterminée selon la formule suivante :

$$A = (25.V_1.100)/(M.10.V_0)$$

Ou : **M** : est la masse en (g) de poudre prélevée ;

V₀ : est le volume en ml de la prise d'essai (50ml) ;

V₁ : est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium a 0.1N utilise.

IV.1.4. La densité relative d'huile de coton (NF ISO 6883)

➤ **Définition** : C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température.

➤ **Principe**

A l'aide d'une balance analytique, effectuer de pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

➤ **Mode opératoire**

- Déterminer la masse m_0 du pycnomètre vide, et après peser masse d'eau distillée et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C.

- Déterminer la masse m_1 de pycnomètre rempli d'eau distillée.

- Nettoyer et sécher le pycnomètre.

- Peser masse d'huile et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C et Déterminer la masse m_2 de pycnomètre contenant l'huile.

$$D = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

Dans laquelle : m_0 : la masse en gramme de pycnomètre vide

m_1 : la masse en gramme de pycnomètre rempli d'eau distillée

m_2 : la masse en gramme de pycnomètre rempli d'huile.

IV.1.5. Détermination de l'acidité libre

L'acidité libre est la teneur en acides gras libres contenue dans une huile de coton, ces AG résultent de l'hydrolyse des triglycérides. L'indice d'acidité est un indicateur qui permet d'évaluer l'altération de la matière grasse, consécutive à de mauvais traitements ou à une mauvaise conservation. Il est exprimé en pourcentage (%) d'acide oléique et est mesuré par la quantité de potasse nécessaire à la neutralisation des acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras [107].

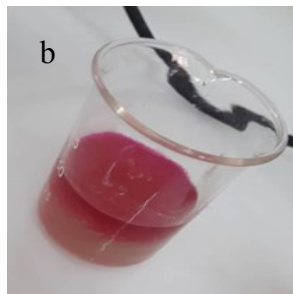
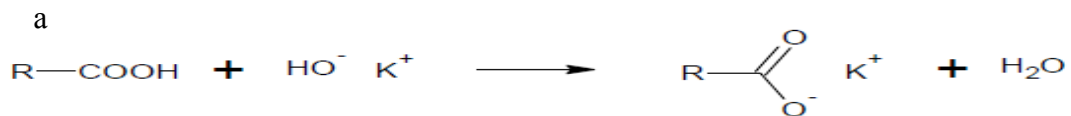


figure IV. 9: a) Réaction d'acidité b) Test l'acidité libre

Le principe de la détermination de l'acidité d'une huile consiste à un dosage acido-basique correspondant à la neutralisation selon la réaction ci-contre :

$$\text{Acidité \%} = ((V * c * M) / (10 * m)) * 100$$

V : est le volume en ml de la solution titrée de KOH utilisé.

C : est la concentration exacte, en moles /litre, de la solution titrée de KOH utilisé.

M : est le poids molaire, en g/mole, de l'acide oléique adopté pour l'expression du résultat (=282).

m: est la prise d'essai en grammes.

IV.1.6. Détermination du coefficient d'extinction spécifique

➤ **Définition**

L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet fournit des informations complémentaires sur la qualité d'une huile. Le coefficient d'extinction à 270 nm est un bon révélateur de la teneur de l'huile en peroxyde [108]. Cet examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse. La détermination de l'absorbance à 232 nm et au voisinage de 270 nm permet la détection des produits d'oxydation des acides gras insaturés, lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée (exp : hydroperoxyde linoléique C18 : 2), et des produits secondaires d'oxydation ayant une structure triénique (dans le cas de la présence d'acides gras à trois doubles liaisons) [109].

➤ **Principe**

Le principe consiste à dissoudre la matière grasse dans le solvant requis, puis on détermine l'extinction de la solution à la longueur d'onde prescrite, par apport au solvant pur. Les extinctions spécifiques sont déterminées à partir des lectures spectrophotométriques.

➤ **Mode opératoire**

Les diènes et les triènes conjugués sont à doser dans l'huile selon la norme du Conseil Oléicole International (2011) :

- 0,1 g de l'échantillon est dissout dans 10 ml du cyclohexane. Après homogénéisation, on mesure les extinctions K_{232} et K_{270} .
- L'absorbance se fait à 232 nm et 270 nm avec à un spectrophotomètre UV
- La lecture se fait dans une cuve en quartz
- Les valeurs du coefficient d'extinctions spécifiques à 232 nm et 270 nm sont calculées selon la formule suivante :

$$K = A_k / C * S$$

Où : A_k : Absorbance à la longueur d'onde k.

C : Concentration de la solution en g/100 ml.

S : Chemin optique (1 cm)

IV.1.7. Détermination de la teneur en pigments

L'analyse des pigments colorants n'est pas exigée par les normes de commercialisation de l'huile de coton, cependant la couleur est un attribut de base pour déterminer les caractéristiques de l'huile elle est par contre associée par la plupart des consommateurs à la notion de qualité deux sortes de pigments dans l'huile : les chlorophylles et les caroténoïdes.

En raison de leur caractère antioxydant dans l'obscurité et pro oxydant dans la lumière, semblent jouer un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son et dans la préservation de sa qualité.

La détermination de la teneur en pigments chlorophylliens dans l'huile de coton est effectuée selon la méthode décrite par Wolff, Mosquera Minguez. Elle consiste en une quantification par spectrophotométrie à des longueurs d'onde de 630, 670 et 710 nm.

L'absorption des caroténoïdes (β carotène, des x anthophylles et de la lutéine) montre que ces derniers absorbent dans le bleu et un peu dans le vert avec un maximum autour de 420, 440 et 460 nm. Ainsi, la détermination de la teneur en ces pigments dans l'huile de coton sera basée sur une méthode spectrophotométrique l'absorption relative est 470 nm.

A. Mode opératoire pour déterminer la teneur en chlorophylle :

➤ Définition

La variation de la teneur des huiles en chlorophylles doit être contrôlée attentivement.

En effet, la photo-oxydation des pigments chromophores en particulier les pigments chlorophylliens entraîne une altération des huiles. Ces pigments excités, par des radiations lumineuses, conduisent à la formation de radicaux libres à partir des chaînes grasses insaturées. La chlorophylle se trouve ainsi directement impliquée dans les phénomènes oxydatifs [89].

➤ Principe

Les teneurs en chlorophylles dans les huiles ont été déterminées selon la méthode décrite par *Wölf*, basée sur une quantification par spectrophotométrie. Les absorbances aux longueurs d'ondes 630, 670 et 710 nm des échantillons d'huiles filtrés, ont été mesurées par rapport à un solvant de référence (tétrachlorure de carbone) à l'aide d'un spectrophotomètre [89].

➤ Mode opératoire :

5 ml d'huile sont dissout dans 5 ml de tétrachlorure de carbone. Après homogénéisation, on mesure les absorbances à 670, 630 et 710 nm la teneur en chlorophylles est calculée selon la formule suivante :

$$\text{Chlorophylle (ppm)} = (A_{670} - (A_{630} + A_{710})/2) / (0.1086 * L)$$

Où :

A630 : absorbance à 630 nm

A670 : absorbance à 670 nm

A710 : absorbance à 710 nm

L : trajet optique = 1 cm

0,1086 : coefficient lié au spectrophotomètre utilisé.

B. Détermination de la teneur en caroténoïdes

➤ **Définition**

L'absorption des caroténoïdes (β carotène), des xanthophylles et de la lutéine) montre que ces derniers absorbent dans le bleu et un peu dans le vert avec un maximum autour de 420, 440 et 460 nm [108].

➤ **Principe:**

La détermination de la teneur en ces pigments dans l'huile sera basée sur une méthode spectrophotométrique. L'absorption à 470 nm est relative à la fraction des caroténoïdes [108].

➤ **Mode opératoire :**

- Une prise de 7,5 grammes d'huile à analyser est introduite dans une fiole jaugée de 25 ml
- La fiole sera remplie, jusqu'au trait de repère par du solvant cyclohexane.
- La lecture se fait dans spectrophotomètre UV
- L'absorbance de la solution de matière grasse obtenue est mesurée par rapport à celle du solvant cyclohexane à 470 nm.
- La teneur en carotènes est déterminée par la formule suivante :

$$\text{Carotène (ppm)} = (A_{470} * 25 * 10000) / (2000 * 7.5)$$

IV.1.8. Extraction des composés phénoliques

➤ **Principe d'extraction :**

La rupture des tissus végétaux et la diffusion a pour but de libérer les polyphénols de la matrice végétale.

IV.1.8.1. Préparation des extraits

3g de la poudre sont extraits au moyen de 50 ml de méthanol sous agitation magnétique pendant 12 heures à température ambiante (25°C) et à l'abri de la lumière puis filtrés avec du papier filtre.

Les filtrats sont mis dans une évaporation dans un évaporateur rotatif sous vide à 40°C. Ce procédé est décrit par le schéma donné par la figure :

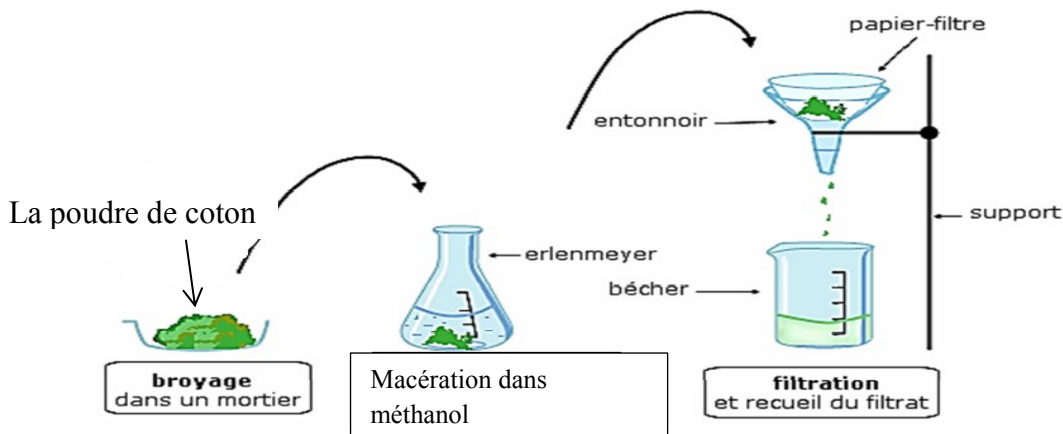


figure IV. 10: Schéma donnant un exemple d'extraction solide-liquide

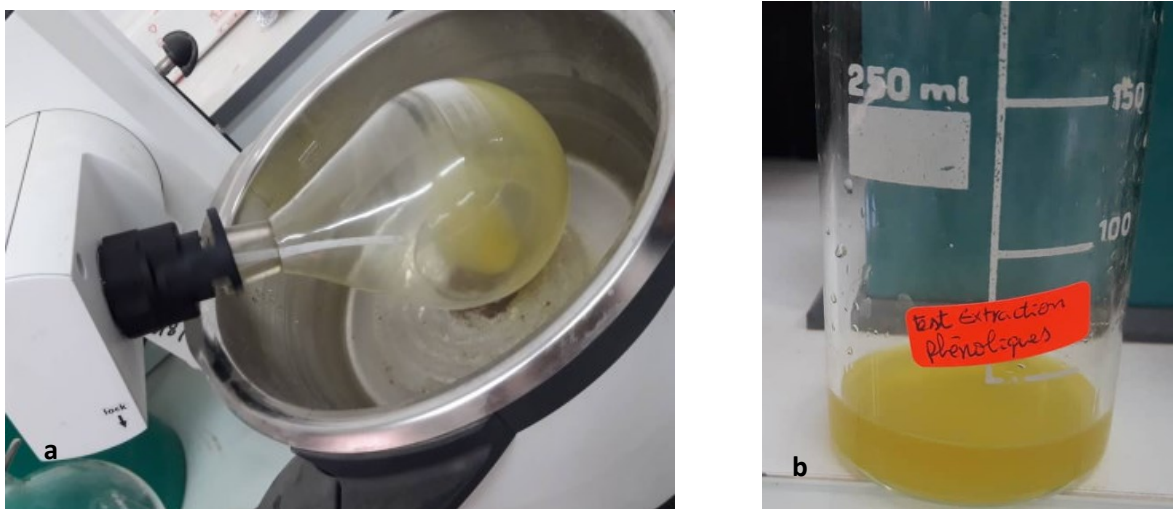


figure IV. 11 : a) éliminations du méthanol avec rota vapeur b) l'extrait récupéré

Les extraits sont pesés après l'évaporation pour estimer le rendement d'extraction comme suit : Où :

$$\text{Taux de la matière extraite (\%)} = ((P_1 - P_0) / E) \times 100$$

P_1 : poids de bécher vide(g).

P_0 : poids de bécher après l'évaporation (g).

E : poids d'échantillon (g).

IV.1.8.2. Dosage des composés phénoliques**a- Dosage des poly phénols totaux**

Le dosage des polyphénols totaux a été déterminé par spectrophotométrie, selon la méthode colorimétrique utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dosage est basé sur la quantification de la concentration totale de groupements hydroxyles présents dans l'extrait. Le protocole utilisé est basé sur celui décrit par (Singleton et Ross, 1965) [110].

➤ Principe

Cette technique utilise du réactif de Folin-Ciocalteu, composé d'un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMO_2O_{10}$). La première étape du dosage consiste à déprotoner la fonction alcool des phénols à l'aide de Na_2CO_3 . Leur réduction par le réactif de Folin-Ciocalteu produit des composés de couleur bleue (oxyde de tungstène W_8O_{23} et oxyde de molybdate $M_{08}O_{23}$), L'intensité de cette coloration est directement proportionnelle à la concentration des polyphénols dans la solution. L'absorbance de l'échantillon est mesurée à 760-765 nm. On utilise l'acide gallique comme composé de référence [111].

➤ Mode opératoire

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé selon la méthode colorimétrique de Folin Ciocalteu avec quelques modifications pour réaliser ce dosage, Une quantité de 100 μ l des échantillons (d'huile et des extraits des feuilles d'olivier) sont mélangés avec 500 μ l du réactif de Folin-Ciocalteu fraîchement préparé (dilué 10 fois) et incubées à température ambiante dans l'obscurité. Après 2min, 1,5 ml de carbonate de sodium Na_2CO_3 (20%) sont ajoutés. Le mélange final subit une agitation à l'aide d'un vortex.

Un blanc, contenant tous les réactifs, excepté l'échantillon qui est remplacé par le méthanol, est préparé dans les mêmes conditions. Après 2 heures d'incubation à l'obscurité, la lecture est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 760 nm.

La détermination de la concentration en polyphénols totaux est effectuée en se basant sur une courbe d'étalonnage $y=ax+b$ réalisée en parallèle par l'acide gallique 'acide gallique est utilisé comme standard pour préparer une gamme étalon dans la marge de concentration 0-2 mg/ml, dans les mêmes conditions et les mêmes étapes du dosage. La teneur des polyphénols totaux a été exprimée en mg d'équivalent d'acide gallique par gramme

b- Dosage de la concentration en Ortho-diphénol**➤ Définition et principe :**

La méthode est basée sur la formation d'un complexe jaune entre les ortho-diphénols et les ions molybdates qui absorbent au voisinage de 370 nm. La concentration en ortho-diphénols

des extraits méthanoïques est déterminée suivant la méthode de Mateos (2001). Les concentrations en ortho-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide caféique comme standard et les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent d'acide caféique /Kg d'huile (mg d'E.A.C./Kg) [112].

➤ **Mode opératoire**

4 ml d'extrait méthanoïque sont additionnés de 1 ml de la solution de molybdate de sodium dihydraté à 5% dans l'éthanol-eau (V/V), le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1 min, puis mis à l'obscurité pendant 15 min d'incubation à l'obscurité et enfin filtré. L'absorbance est mesurée à 370 nm [112].

L'acide caféique est utilisé comme standard pour préparer une gamme étalon dans la marge de concentration 0 -100 mg L⁻¹ Les teneurs en ortho-diphénols des échantillons sont calculées à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage établie avec l'acide caféique.

c- Dosage des flavonoïdes totaux

➤ **Définition**

La quantification des flavonoïdes a été effectuée par une méthode basée sur la formation d'un complexe très stable, entre le chlorure d'aluminium et les atomes d'oxygène présent sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes [110].

➤ **Principe**

Le dosage des flavonoïdes totaux est basé sur un test colorimétrique utilisant le trichlorure d'aluminium AlCl₃ avec lequel ils forment des complexes acides stables [54].

➤ **Mode opératoire**

2 ml de jus ou des extraits méthanoïques sont mélangés avec 2 ml de solution de chlorure d'aluminium (Al Cl₃, 6 H₂O) (2%). Puis homogénéiser et laisser au repos pendant 15 min à température ambiante à l'obscurité. Le blanc est préparé dans les mêmes conditions. Après 2 heures d'incubation à l'obscurité, la lecture est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 760 nm.

La quantité de flavonoïdes contenue dans notre échantillon est calculée en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée avec la quercitrine (1mg/ml). La quercitrine est utilisée comme standard pour préparer une gamme étalon dans la marge de concentration 0 - 250 mg L⁻¹.

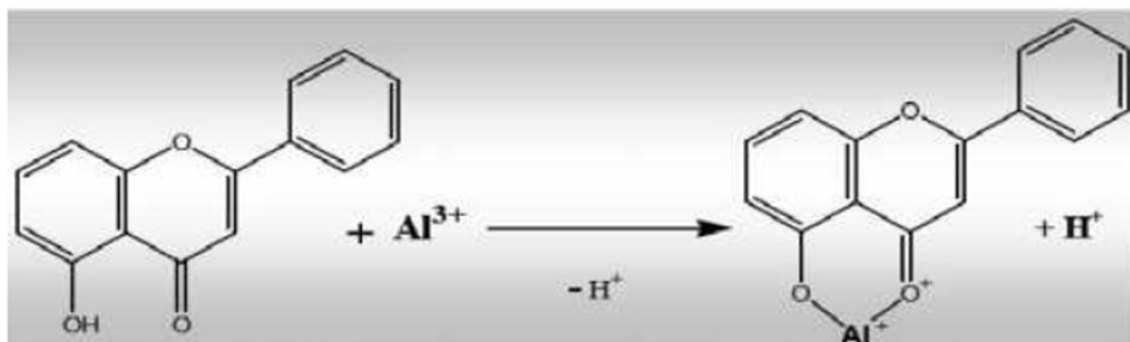


figure IV. 12: Mécanisme de réaction de chlorure d'aluminium avec les flavonoïdes [113].

IV.2. Test phytochimique

- Concernant l'étude phytochimique, neuf tests préliminaires ont été réalisés selon le protocole mis au point référencé dans le tableau, qui a permis d'effectuer un criblage phytochimique qualitatif de la plante.

Tableau IV. 2: les tests phytochimique appliqué [114].

N°	Composite	Méthode de travail	de la part de	Le résultat attendu
01	Protéines	2 ml d'extrait + 5 gouttes de NaOH (5%) + 5 gouttes de CuSO_4 (1%) + chaleur	<i>Sumbul et al Samejo</i>	La couleur violette apparaît
02	Carbohydrates	2 ml d'extrait + 10 ml de H_2O + 2 gouttes d' α -naphthol éthanolique (20%) + 2 ml de H_2SO_4 (conc.)	<i>Yadarand Agarwala et Pandith</i>	L'apparition d'un précipité d'aguri rouge
03	Glycosides	2 ml d'extrait + 2 ml de CHCl_3 + 2 ml de CH_3COOH	Test de Molisch	L'apparition d'une couleur violette qui a tendance à être de couleur bleue et rouge
04	Saponines	(a) 5 ml d'extrait + 5 ml H_2O + chaleur (b) 5 ml d'extrait + huile de coton (quelques gouttes)	<i>Foam Test</i>	L'émergence de mousse forme une émulsion
05	Terpenoids	2 ml d'extrait + 2 ml $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ + 2-3 gouttes	<i>Braymer's Test</i>	Une couleur rouge foncé

		conc. H ₂ SO ₄		apparaît
06	Coumarines	2ml extrait + 3ml NaOH (10%)	<i>Liebermann's Test</i>	Le jaune apparaît
07	Phlobatannins	2 ml d'extrait + 2 ml de HCl (1%) + chaleur	<i>Salkowski Test</i>	L'apparition d'un précipité rouge
08	Tanins	2 ml d'extrait + 2 ml de H ₂ O + 2-3 gouttes de FeCl ₃ (5%)	<i>Braymer's Test</i>	L'apparence est vert foncé
09	Anthraquinones	3 ml d'extrait + 3 ml de benzène + 5 ml de NH ₃ (10%)	<i>Xanthoproteic Test</i>	L'apparition d'une couleur violette ou rouge dans la couche d'ammoniaque
10	Leuco anthocyanine turns	5 ml d'extrait + 5 ml d'alcool isoamylique	<i>Borntrager's Test</i>	La couche organique a une couleur rouge
11	Alcaloïde	2 ml d'extrait + quelques gouttes de réactif de Hager	<i>Hager's Test</i>	L'apparition d'un précipité jaune
12		2 ml d'extrait + 5 ml de HCl + gouttes de Drakndorfe	<i>Xanthoproteic Test</i>	Précipité orange
13	Emodins	2 ml d'extrait + 2 ml de NH ₄ OH + 3 ml de benzène	<i>Xanthoproteic Test</i>	L'apparition de la couleur rouge
14	Anthocyanins	2 ml d'extrait + 2 ml de HCl (2N) + NH ₃	<i>Borntrager's Test</i>	L'apparition d'une couleur rouge rosé à une couleur bleu-violet

15	Stéroïdes	2 ml d'extrait + 2 ml de CHCl ₃ + 2 ml de H ₂ SO ₄ (conc.)	<i>Salkowski Test</i>	Un anneau brun rougeâtre se forme à la jonction
----	-----------	---	-----------------------	---

IV.3. Activité biologique :

IV.3.1. Activité antioxydant :

Des nombreuses méthodes sont utilisées pour l'évaluation de l'activité antioxydante des composés phénoliques purs ou des extraits. Ces méthodes sont basées sur la coloration ou la décoloration d'un réactif dans le milieu réactionnel [3]

L'activité antioxydant a été évaluée par la méthode de réduction de DPPH; en utilisant comme standard l'acide ascorbique.

a- Test DPPH: Le composé chimique 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle (α , α -diphényl- β -picrylhydrazyle), fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure activité antioxydant des composés phénoliques. Le DPPH présente une intense coloration violette en l'absence de l'antioxydant, la couche électronique de ce radical est saturée en contact d'antioxydant, ce qui explique la disparition de la coloration violette, cette décoloration reflète le pouvoir de l'extrait de la plante à piéger ce radical et donc son pouvoir antioxydant [115].

➤ Mode opératoire

Dans un volume de 1 ml, on prépare différentes concentrations de l'extrait à tester dans le méthanol, on ajoute, ensuite 2 ml de la solution de DPPH· de concentration 0,1 mM. Après agitation vigoureuse, le mélange est incubé pendant 1 heure à l'obscurité et à température ambiante, puis l'absorbance est mesurée à 515 nm par un spectrophotomètre UV- visible. Une solution contenant 1 ml méthanol et 2 ml de DPPH· considérée comme blanc analytique est préparée en parallèle.

Les résultats de l'activité anti-radicalaire ou l'inhibition des radicaux libres sont exprimés en pourcentage d'inhibition (I%) estimée selon l'équation ci-dessous [116]:

$$I\% \text{ d'inhibition} = [(Abs \text{ contrôle} - Abs \text{ test}) / Abs \text{ contrôle}] \times 100$$

I %: Pourcentage de l'activité anti-radicalaire

Abs Contrôle : Absorbance de la solution du DPPH au temps 0

Abs test : Absorbance de l'extrait

➤ **Calcul des IC₅₀ [116]:**

L'IC₅₀ (concentration inhibitrice de 50 %) appelée aussi EC₅₀ (Efficient concentration 50), est la concentration de l'échantillon testé nécessaire pour réduire 50% de radical DPPH. Les IC₅₀ sont calculées graphiquement par des pourcentages d'inhibition en fonction des différentes concentrations des extraits testés.

Une faible valeur de l'IC₅₀ indique une forte activité antioxydante.

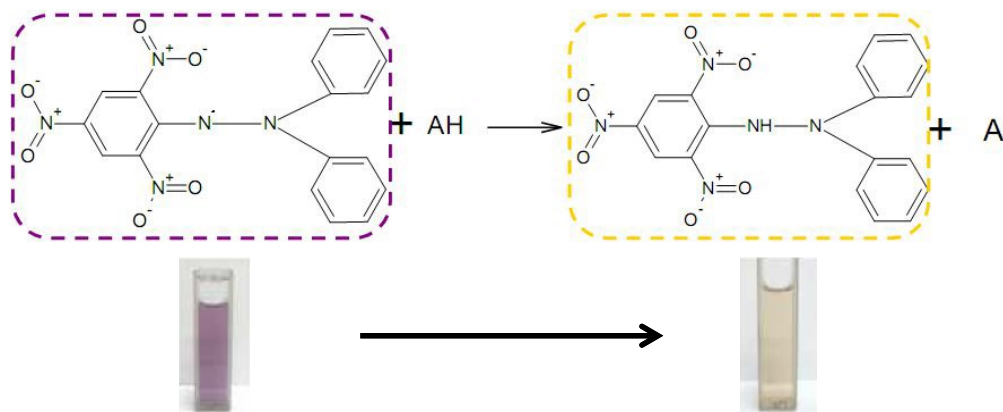


figure IV. 13: La radication du DPPH par oxydation [54]

IV.3.2. Activité antibactérienne :

Les tests antimicrobiens ont pour but de rechercher l'activité biologique de chaque extrait des grains. L'activité antimicrobienne des extraits a été testée par la méthode de diffusion du composé antimicrobien en milieu solide dans une boîte de Pétri, avec création d'un gradient de concentration après un certain temps de contact entre le produit et le microorganisme cible. L'effet du produit antimicrobien sur la cible est apprécié par la mesure d'une zone d'inhibition, et en fonction du diamètre d'inhibition. La souche sera qualifiée de sensible, très sensible, extrêmement sensible ou résistante.

IV.3.2.1. Choix des souches:

Pour tester l'activité antimicrobienne des extraits de grain de Cotton. Trois souches bactériennes et une souche fongique ont été utilisées

Tableau IV. 3: Souches microbiennes


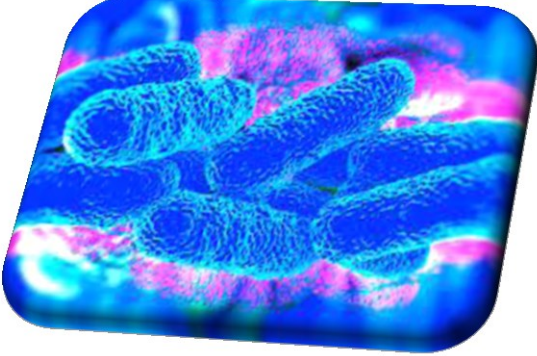
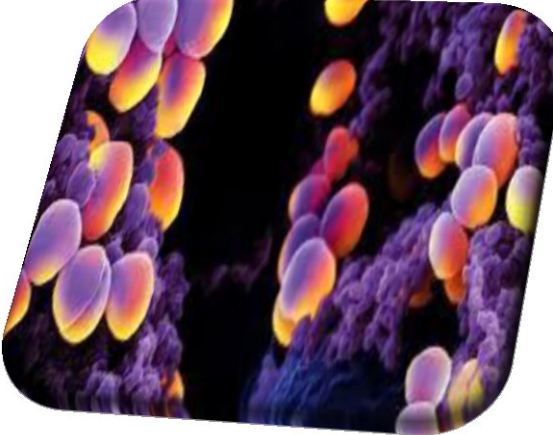

La souche bactérie	définition	Photo sous le microscope
<i>Escherichia coli</i> ATCC25922	Bacille aérobie et Gram négatif que l'on trouve couramment dans le tube digestif de l'être humain et des animaux à sang chaud.	
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC29733	Bacille aérobie, Gram négatif et très mobile grâce à un flagelle polaire. C'est l'une des bactéries les plus difficiles à traiter cliniquement. Il est de plus en plus souvent responsable d'infections nosocomiales.	
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC25923	Staphylococcus aureus est Gram positif ubiquitaire qui se révèle être pathogène opportuniste dans certains cas, aussi responsable d'infections nosocomiales, d'intoxications alimentaires et sa résistance aux antibiotiques est parfois un grand problème pour le traitement des patients.	

Tableau IV .4: Souches fongiques

<p><i>Candida albicans</i> ATCC 10231</p>	<p><i>Candida albicans</i> est la plus souvent à l'origine de la plupart des manifestations pathologiques chez l'homme. C'est un champignon fréquemment retrouvé au niveau de la bouche, sur la peau, et du tractus gastro-intestinal de plusieurs personnes normales.</p>	
---	--	--

IV.3.2.2. Milieu de culture:

a) Gélose Mueller-Hinton :

On utilise gélose nutritive Mueller Hinton pour l'étude de la sensibilité des souches bactériennes à différentes concentrations d'extraits méthanoliques.

Principe : Sa faible teneur en thymine –thymidine « élément inhibiteur de l'activité des sulfamides » diminue les phénomènes de repousse autour des disques et permet une meilleure détermination des diamètres d'inhibitions.

b) Gélose Sabouraud :

On utilise gélose nutritive Mueller Hinton pour l'étude de la sensibilité des souches fongique à différentes concentrations d'extraits méthanoïques.

Principe : La présence des peptones et du glucose favorise le développement des souches fongique.

Stérilisation : Avant de commencer le travail, la surface de travail a été nettoyée avec de l'eau javel, le travail est près d'un bec benzène. Les disques préparés à partir du papier wattman N°3 de 6 mm de diamètre qui a une bonne absorption des extraits, sont stérilisés à l'autoclave pendant 20 minutes à 120°C, puis stockés à une température ambiante.

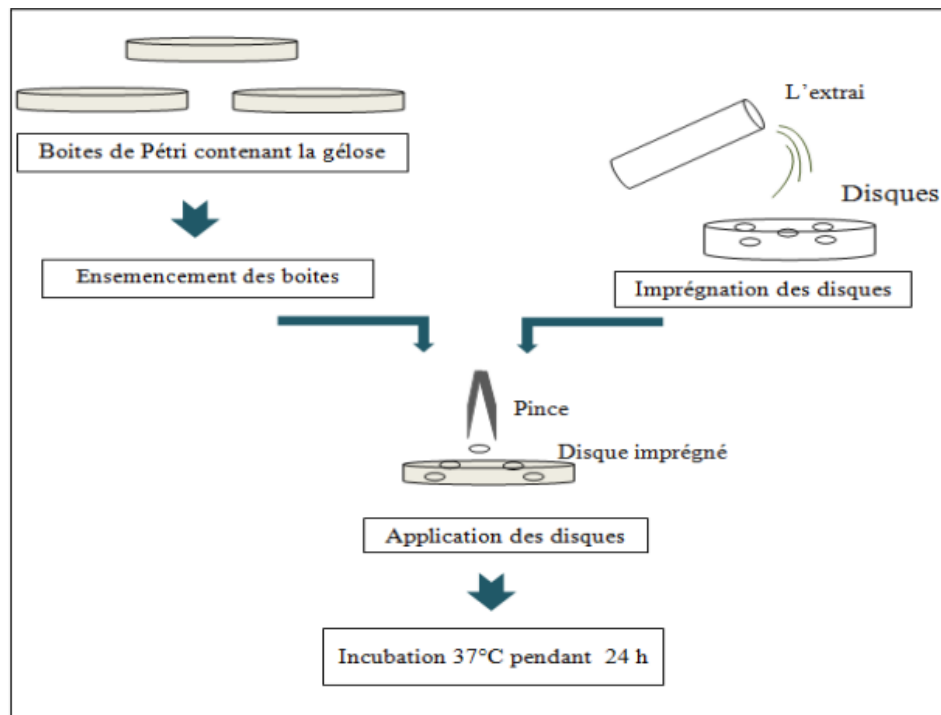
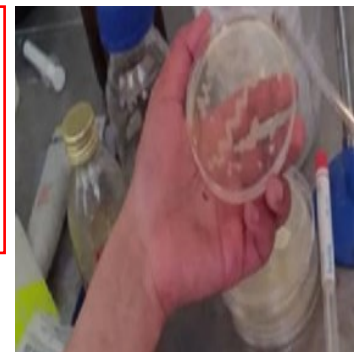


figure IV. 14: Protocole du test de l'activité antimicrobienne [3]

Les étapes de travail:

Ensemencement : Les bactéries sont prélevées à l'aide d'un écouvillon stérile, Il est étalé sur la surface du milieu de manière zigzag sur des boîtes pétri contenant de la gélose de M-H, en prenant soin de couvrir toute la surface avec des colonies bactériennes,



Placer les disques et l'incubation : Chacun des lots des disques est plongée dans les extraits les disques. A l'aide d'une pince stérile, les disques imprégnés sont déposés à la surface de la gélose inoculée au préalable, Les boîtes de Pétri sont finalement placées dans un incubateur de 24 heures à 37 ° C.

Les résultats : Après la culture, l'effet des extraits se traduit par l'apparition autour du disque d'une zone circulaire transparente correspondant à l'absence de la croissance et donc la zone d'inhibition du principe actif [117]. Chaque zone peut être mesurée selon divers moyens: règle, compas, pied à coulisse. La zone d'inhibition circulaire est mesurée par le diamètre en mm

Remarque :

1. Nous avons fait la même chose pour le *Candida albicans* dans le milieu Sabouraud mais la température d'incubation est 30° C.
2. Toujours associer le numéro de pinces et de seringue avec le même numéro de l'extraite.

V. Application des grains de coton**V.1. Production de biodiesel à partir d'huile de coton****V.1.1. Extraction d'huile de coton :****V.1.1.1. Montage de Soxhlet**

Le corps de Soxhlet, contient une cartouche en cellulose remplie de matériel végétal, cette cartouche est fixée sur un réservoir de solvant contenu dans un ballon, et surmontée d'un réfrigérant [118].

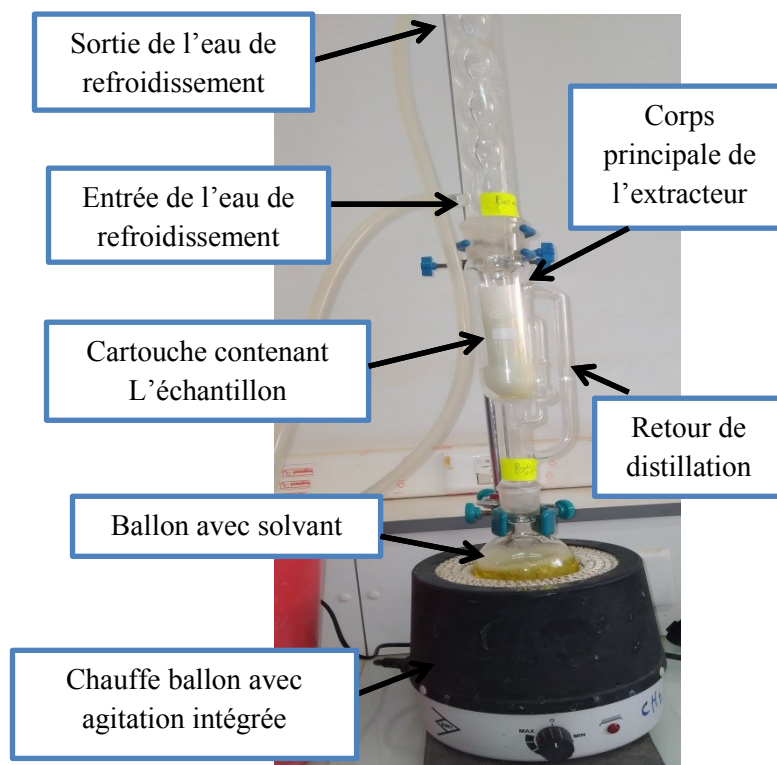


figure IV. 15: Montage de Soxhlet

V.1.1.2. Extraction d'huile :

Pour obtenir l'huile de coton par extracteur Soxhlet on utilise solvant hexane.

On utilise l'extraction par Soxhlet puisque cette extraction est basée sur le principe suivant : Les composés apolaires comme les corps gras sont insolubles dans les composés polaires (l'eau), mais solubles dans les solvants apolaires tels que l'hexane.

Mode opératoire :

- Nous pesons 21.33 g de la farine des graines de coton et introduisons l'échantillon dans une cartouche.
- Mettre la cartouche dans l'appareil extracteur de "Soxhlet". Ce dernier est muni d'un réfrigérant par le haut, d'un ballon et d'un chauffe-ballon par le bas.
- Verser la quantité nécessaire de solvant 250 ml d'hexane dans le ballon. Nous installons un ballon dans le chauffe-ballon avec agitation.
- Installation d'un réfrigérant par le haut.
- Le solvant va s'évaporer puis se réfrigère, et le liquide tombe sur la substance à épuiser d'une façon telle que la cartouche soit immergée. Lorsque la partie intermédiaire est suffisamment remplie de solvant, le siphon s'amorce et le solvant contenant la substance à extraire retourne dans le ballon chargé en lipides.
- Après 6 heures, on récupère la cartouche, d'une part, et le solvant et l'extrait, d'autre part.

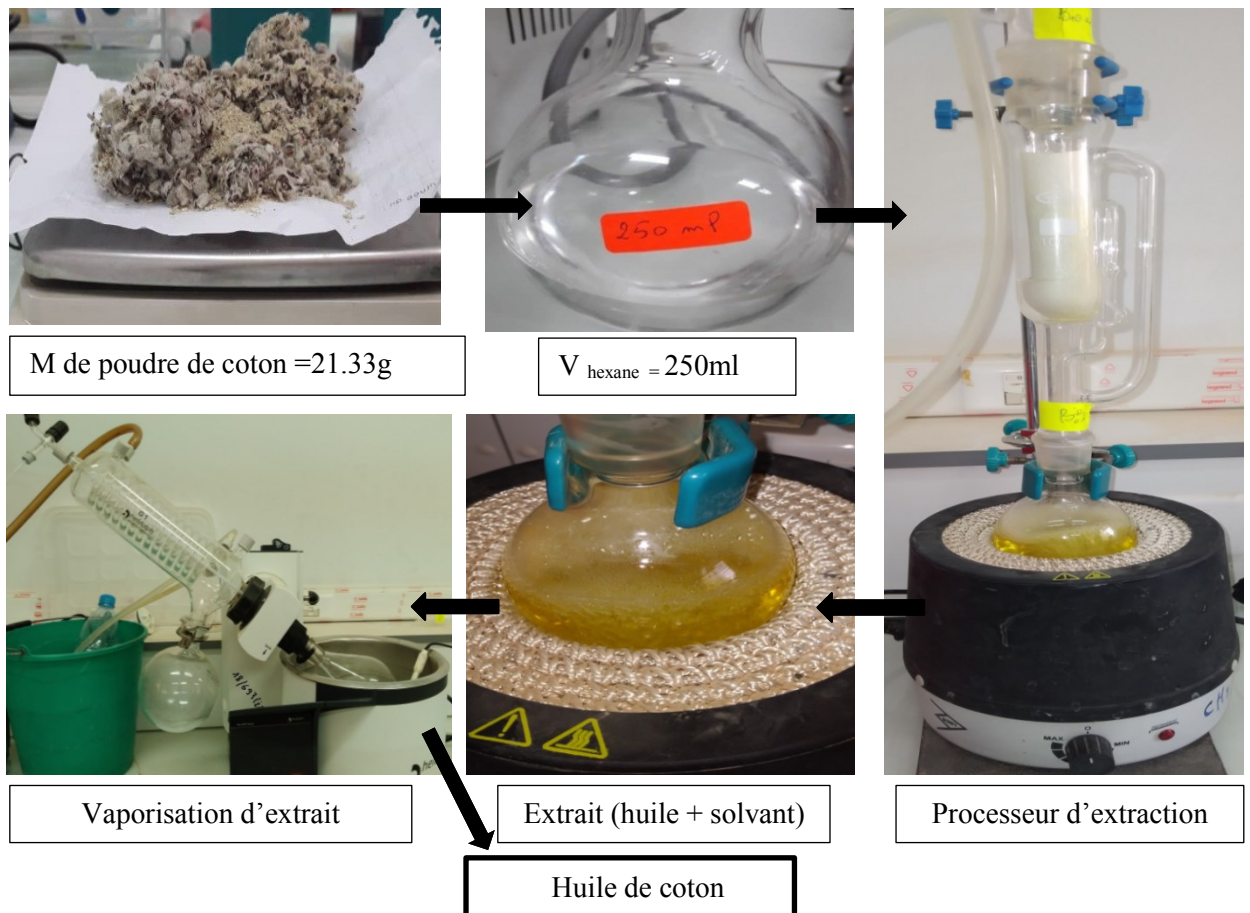


figure IV. 16: Les étapes d'extraction d'huile de graine de coton par extracteur de Soxhlet

✚ Rendement d'huile

Après l'évaporation de l'huile afin de débarrasser des traces de solution d'hexane, nous avons calculé le rendement d'huile extrait par la relation suivant :

$$\eta (\%) = \frac{m_h}{m_0} * 100$$

Avec : η : Rendement d'extraction;

m_h : la masse d'huile extraire en g;

m_0 : la masse des grains de coton avant l'extraction en g

V.1.2. La transestérification

La transestérification est la technique classique la plus utilisée pour la production de biodiesel. Au cours de cette réaction les huiles végétales réagissent avec des molécules de méthanol pour former des mono esters méthyliques et du glycérol. Pour produit un biodiesel à partir l'huile de coton extraire on utilise La transestérification.

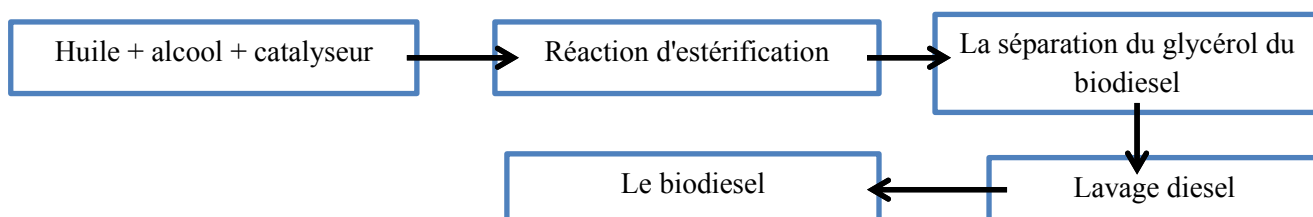


figure IV. 17: Protocole d'estérification d'huile de coton.

✚ Condition idéales de la réaction d'estérification:

Dans cette étape, nous suivons les conditions idéales pour la réaction d'estérification de transition pour synthétiser l'ester méthylique (biodiesel) à partir de l'huile de coton extraite:

- Rapport massique méthanol / huile (6: 1) pour augmenter la solubilité des glycérides dans l'alcool.
- La quantité de catalyseur (potasse) de 1% par rapport à la masse initiale d'huile de coton.
- La température de réaction est de 65 ° C, pendant 2h.
- Vitesse de mélange élevée pour améliorer la surface de contact entre les deux.

Tableau IV. 5: Quantités des réactifs utilisés

	L'huile de coton	méthanol	KOH
Masse (g)	8.19g	49.14 g	0.0819g

- Calculs de la quantité des réactifs KOH

Masse d'huile égale 8.19 g

8.19 g d'huile \longrightarrow 100 %

m (KOH) \longrightarrow 1%

$$m(\text{KOH}) = \frac{1 \times 8.19}{100} = 0.0819 \text{ g de KOH.}$$

V.1.2.1. Les étapes pour produit le biodiesel

1. La réaction

Nous avons mélangé le catalyseur (KOH) dans du méthanol jusqu'à ce qu'il soit complètement dissous et converti en métoxyde de potassium par un mélangeur magnétique. Nous avons mis progressivement la solution de métoxyde de potassium dans de l'huile de coton et fixé la température à 65 ° C et laissé la réaction pendant deux heures.

2. La séparation

Après 2 heures de réaction on mit le mélange dans une ampoule à décanter pendant 24 heures (sans agitation) afin de permettre la séparation des phases, la phase supérieure contenant de biodiesel et la couche inférieure contenant de la glycérine. Et Après séparation on a versé la glycérine dans un flacon et laisser le biodiesel dans l'ampoule de décantation.

3. Le lavage

Après avoir séparé la glycérine du biodiesel, nous le lavons à l'eau tiède et laissons le mélange de biodiesel et d'eau se déposer, afin de se débarrasser des traces du méthanol et KOH ou de glycérine restant dans la couche de biocarburant, puis répétons le processus deux fois.

4. Evaporation d'eau

Après lavage, nous calcule le final à 105 °C pour enlever l'eau résiduel.

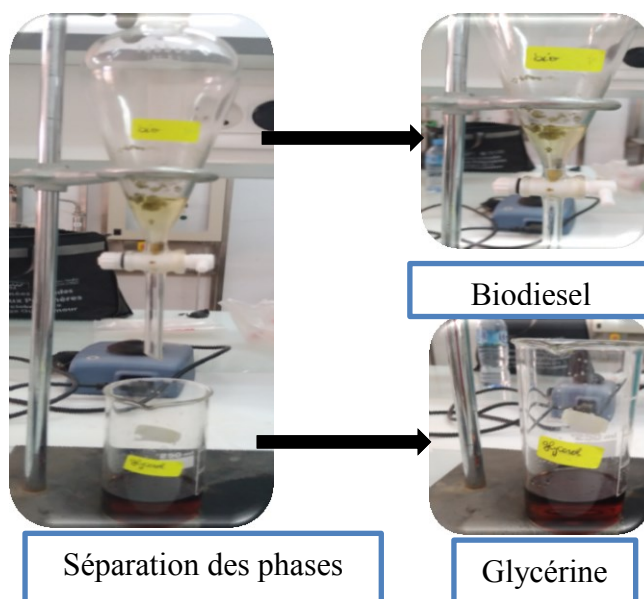


figure IV .18: Séparation les phases

✚ Calcule le rendement de Biodiesel

Pour calcule le rendement de biodiesel produit on utilise la formule suivant :

$$\eta (\%) = \frac{m \text{ biodiesel}}{m \text{ huile}} * 100$$

Avec : η : Le rendement (%)

m biodiesel : Masse de biodiesel obtenue (g).

m huile : Masse de l'huile (g).

V.1.3. Caractérisation du biodiesel obtenu:

1. Indice de réfraction

Le réfractomètre illustré est nettoyé avec de l'eau distillée, puis des gouttes de l'échantillon de biodiesel extrait sont placées entre la lame de verre et l'indice de réfraction est lu directement.



figure IV. 19: réfractomètre

2. Point d'éclair (NF T60-103)

Le point d'éclair d'un carburant est la température la plus basse à laquelle ce dernier devient inflammable en présence d'air sans que la combustion amorcée ne puisse se poursuivre d'elle-même si la source d'inflammation est supprimée. Plus le point d'éclair est faible, plus le carburant est facilement inflammable. Le point éclair est plus un paramètre de sécurité que de qualité [83].

➤ Principe :

Le principe de la méthode consiste à chauffer le produit et à obtenir des vapeurs qui s'enflamment en présence de l'air et d'une flamme à une température déterminée [83].

➤ Mode opératoire (NF T60-118A)

- Mettre dans un creuset ouvert une quantité d'huile.

- Chauffer le produit à une vitesse déterminée jusqu'à ce qu'une quantité d'éléments volatils soit vaporisée et puisse être enflammée par une petite flamme placée au-dessus du creuset.
- Noter la température dès qu'une légère explosion se produit. Cette température correspond au point d'éclair.

V.2. Application comme biosorbant

V.1.2.1. Adsorption :

L'adsorption est un phénomène de surface dans lequel les atomes d'un corps se fixent à la surface d'une autre substance généralement solide.

Elle est définie comme étant un enrichissement d'un constituant ou une augmentation de la densité d'un fluide (liquide ou gaz) au voisinage d'une interface. Le solide sur lequel l'adsorption a lieu est appelé adsorbant et le fluide qui va s'adsorber l'adsorbat. L'adsorption est un phénomène physico-chimique qui se traduit par une modification de concentration à l'interface de surface de deux phases non miscibles [119].

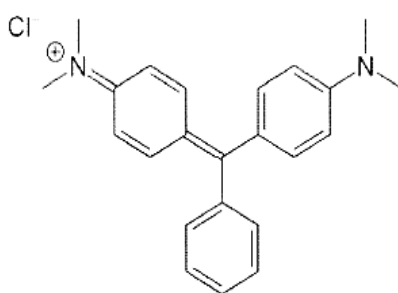
IV.1.2.2. Vert malachite:

V.1.2.2.1. Définition:

Le nom de « Vert Malachite » provient du nom d'un carbonate minéral: la Malachite, qui est également appelée vert d'aniline ou vert de diamant [120].

V.1.2.2.2. Propriétés de verte malachite

Tableau IV .6: Propriétés de vert malachite [121]

Propriétés de vert malachite	
Formule chimique	$C_{52}H_{54}N_4O_{12}$
Structure chimique	
Nomenclature	triphénylméthane diamine.
Goût	un goût légèrement amer
Apparence	Cristaux vert foncé

➤ **Utilisation:**

- Le vert malachite est le colorant le plus couramment utilisé pour la teinture du coton, la soie, le papier [119].
- Antiseptique, mais uniquement pour les applications externes sur les plaies et les ulcères [119].
- Désinfectant médical [119].

V.1.2.2.3. Préparation de solution de vert malachite :

On dissout 1,8 g de vert de malachite dans 50 ml d'eau distillée, puis pris 10 ml de la solution et l'avons diluée dans 250 ml d'eau distillée.

A partir de solution mère déjà préparées nous avons préparé une solution diluée des concentrations $0.4 \cdot 10^{-5}$ mol/l des solutions préparées.



figure IV. 20: Poudre de vert malachite

V.1.2.3. Préparation de biosorbant:

Déchet des grains de coton après l'extraction (macération) a été rincée avec l'eau distillée plusieurs fois pour éliminer les traces de solvant et sécher dans l'étuve à 110 pendant 24 h



figure IV. 20: Déchet des grains de coton

➤ **Mode opératoire:**

- Nous avons préparé trois béchers qui contiennent 20 ml des différentes concentrations de solution de vert de malachite
- On ajoute 0,5 g de biosorbant dans chaque bécher

- Met ces béchers dans la chambre noire contient deux lampes UV avec longueurs d'ondes égale 760 nm sous agitation puis on a prélevé 2ml de chaque bécher à des moments différents (30min. 1h. 1h30).

La lecture est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 760 La concentration résiduelle de polluant est calculée à l'aide de la courbe d'étalonnage. La quantité de verte malachite adsorbée par unité de masse de la biomasse est calculée par la formule Suivante :

$$Q_t = (C_0 - C_r) \times \frac{V}{m}$$

Le rendement d'élimination (R%) est déterminé par la relation suivante :

$$R\% = \frac{(C_0 - C_r)}{C_0} \times 100$$

C_0 : concentration initial de soluté (mg/l),

C_r : concentration du soluté à l'instant t (mg/l),

Q_t : Quantité adsorbé à l'instant t (mg/g),

m : Masse de l'adsorbant (g),

V : Volume de solution (l),

R : le taux élimination (%),

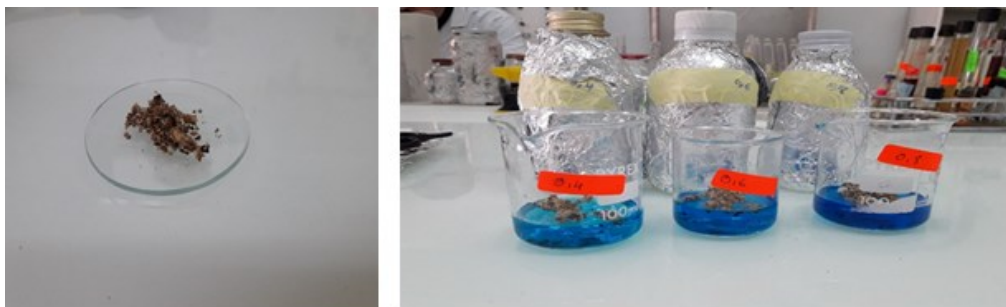


figure IV. 21:Les étape de préparation de biosorbant

➤ **Spectrophotomètre UV-Visible**

Pour le dosage de nos différentes solutions nous avons utilisé un spectrophotomètre UV-Visible de type Thermo Fisher Scientific, modèle: UviLine 9400C. La spectrophotométrie d'adsorption étant une méthode qui consiste à mesurer l'atténuation de la lumière traversant un milieu pour pouvoir déterminer les concentrations de substances absorbant. Cette technique est utilisée dans notre étude pour la quantification de solutions de phénol et des colorants (vert de malachite) benzène à différentes concentrations avant et après adsorption par le Spectrophotomètre UV-visible (**Annexe2**) :

a) Détermination de la longueur d'onde d'adsorption maximale (λ_{\max})

La longueur d'onde maximale d'adsorption (λ_{\max}), a été déterminée par l'établissement du spectre visible d'un échantillon d'une solution de 4.10^{-4} mol/l en de vert malachite

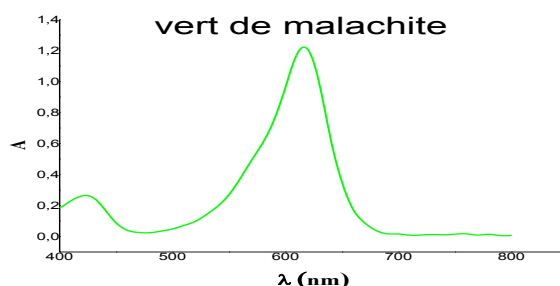


figure IV. 22: Spectre d'adsorption du vert malachite en solution aqueuse.

b) vérification de la loi de Beer-Lambert

Lorsqu'un faisceau de rayonnement monochromatique incident d'intensité I_0 traverse une substance colorée ou bien organique, une absorption d'énergie a lieu de sorte que l'intensité du faisceau incident émergent I est plus faible. Cette absorption monochromatique suit la loi de Beer-Lambert qui s'exprime comme suit:

$$A = \log \frac{I_0}{I}$$

A: absorbance

I: Intensité du faisceau émergent (A)

I_0 : Intensité du faisceau incident (A)

Pour établir la courbe d'étalonnage, nous avons mesuré à la longueur d'onde maximale, les absorbances des échantillons des solutions de colorant et de phénol avec différentes concentrations, préparées à partir de la solution mère.

Préparation de courbe d'étalonnage

Pour calculer la concentration de phénol restant après adsorption, on utilise la courbe d'étalonnage, on commence par établir une droite d'étalonnage (Absorbance = f (C)) à partir de solutions de concentrations connues du composé à doser pour un pH normal.

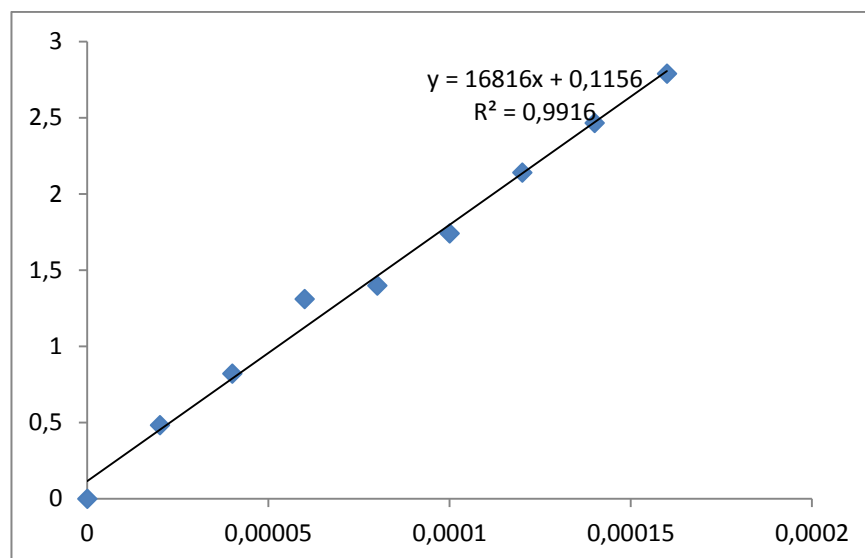


figure IV. 23: courbe d'étalonnage de verte malachite


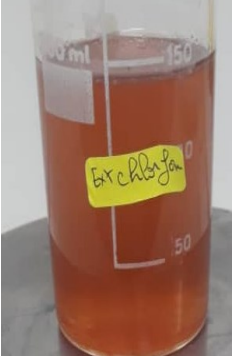
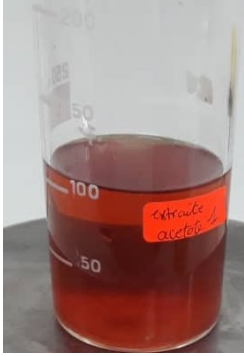
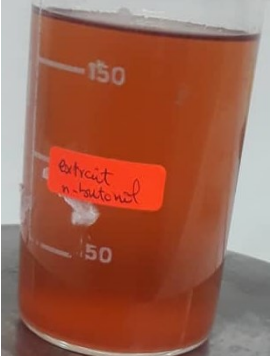
Résultats
Et
Discussion

I. Extraction pour obtention des extraits végétaux

Après une macération de la poudre des grains de coton en éthanol, et après extraction a différents solvants : l'éther de pétrole, chloroforme, acétate d'éthyle, et le n-butanol.

On a évaporé les extraits obtenir à partir extraction liquide.

Tableau V. 1: les résultats d'extraction

Les extraits	Ether de pétrole	chloroforme	Acétate	n-butanol
Photographié des résultats				

Le rôle de différents solvants utilisés sont: l'éther de pétrole qui élimine la chlorophylle et les lipides, puis par le chloroforme qui extrait les produits volatiles les terpènes, les coumarines et l'acétate d'éthyle pour les flavonoïdes libres et les flavonoïdes monosaccharides enfin l'extraction par le n-butanol entraîne les composés polaires et les flavonoïdes polysaccharides [6].

Les rendements des extractions successives par des solvants à polarité croissante dépendent de la nature du solvant utilisé et des propriétés chimiques des molécules à extraire. L'extraction liquide-liquide par des solvants organiques (éther de pétrole, chloroforme, acétate d'éthyle et n-butanol) a permis une première sélection et séparation des métabolites secondaires et aussi un épuisement de la matière organique végétale contenu dans les extraits bruts. En effet, chaque solvant organique va permettre d'entraîner selon son pouvoir d'extraction sélectif et de solubilisation un ou plusieurs types de substances. Un solvant polaire isole les composés polaires et le solvant non polaire extrait les composés non polaires, ainsi différents solvants donneront des compositions différentes d'extraits [122].

II. Screening physicochimiques

II. 1. Caractérisation physico-chimique des poudres de graine et de l'huile de coton Obtenue

Le tableau regroupe les résultats à la détermination de taux d'humidité et ph et acidité titrable de graine de coton:

Tableau V. 2 : Les résultats des analyses physicochimiques des poudres de graine de coton

Paramètres	Résultat
taux d'humidité (teneur en eau g/100g)	6.23%
pH	6.69
Acidité meq de NaOH /100g	3.75

II. 1. La teneur en eau

On remarque une augmentation relative de l'humidité (6.23%) ce qui indique que les grains de coton sont un peu riches en eau

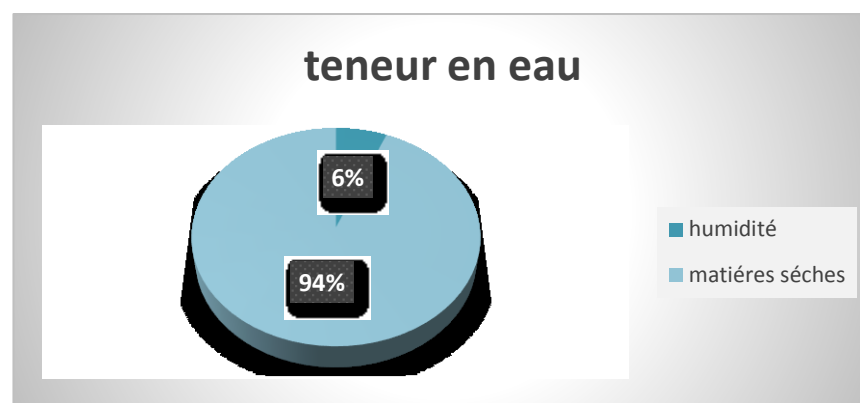


figure V. 1: pourcentage de teneur en eau

II.2. pH

Selon le tableau 14, la poudre de graine de coton qui possèdent un pH (**pH =6.69**) légèrement acide est très proche de 7.

II.3. L'acidité titrable

L'acidité est parmi les principaux paramètres qui déterminent la qualité des fruits, elle est très souvent utilisée pour la caractérisation technologique des produits [123].

Selon le tableau, L'acidité de la poudre analysée est égale presque 3.75 meq de NaOH par 100g de la matière sèche.

➤ Caractérisation Chimique

Tableau V. 3: Les résultats de Caractérisation physico-chimique de l'extrait des grains de coton

Paramètres		Résultat
coefficient d'extinction spécifique	K ₂₃₂	0.552
	K ₂₇₀	2.050
la teneur en pigments	Chlorophylle (en ppm)	0.230
	Carotènes (en ppm)	1.388
composés phénoliques	Rendement de l'extraction (en %)	43.33%
	Polyphénols totaux (mg éq AG/L)	1.1693
	ortho-diphénols (mg éq CA/L)	3.645
	Flavonoïdes (mg éq Q/L)	2.77

II.4. Coefficient d'extinction spécifique

Coefficient d'extinction spécifique a été dosé avec la méthode UV à 232 nm et 270nm est l'une des méthodes d'évaluation de l'état d'oxydation de l'extrait, qui correspondent à l'absorption maximale des diènes et des triènes conjugués résultant de la décomposition de l'huile. L'extinction spécifique à 232 nm peut être considérée comme un indicateur de « fraîcheur » de la matière première (produits primaires de l'oxydation), alors que la valeur à 270 nm rend compte à la fois de la formation des produits secondaires d'oxydation [124].

D'après les valeurs dressées dans le tableau, K₂₃₂ égale 0.552 et K₂₇₀ égale 2.050.

Plus l'extinction à $\lambda=232$ nm est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à $\lambda=270$ nm est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation [107].

II. 5. la teneur en pigments

- La Teneur en caroténoïdes :

Le bêta-carotène est un composé naturel, agit comme protecteur en désactivant l'oxygène singulier produit par les chlorophylles, et de ce fait c'est un inhibiteur de la photo-oxydation [125]. Par ailleurs ces composés ont des effets notables sur la stabilité de ce produit au cours de son stockage [126]. Le résultat des teneurs en caroténoïdes enregistrées montre que les grains présentent une concentration faible de β carotène de l'ordre de 1.388 ± 0.02 ppm

III. 3. Test phytochimique

- Les tests phytochimiques consistent à détecter les différentes familles de composés existantes dans la plante par les réactions qualitatives et quantitatives de caractérisation. Les résultats de ce criblage phytochimique sont reportés dans le Tableau 18, Il révèle la présence ou l'absence d'un groupe de métabolites secondaires.

Tableau V. 4 : les résultat de test phytochimique

N°	Composite	Le résultat attendu
01	Protéines	-
02	Carbohydrates	+
03	Glycosides	-
04	Saponins	+++ +
05	Terpenoids	+
06	Coumarines	++
07	Phlobatannins	-
08	Flavonoïdes	++ +
09	Tanins	+++
10	Anthraquinones	-
11	Leuco anthocyanine turns	-
12	alcaloïdes	+
13		+
14	Emodins	-
15	Anthocyanins	-
16	Steroids	+

+++ Fortement positif; ++ : Moyennement positif; + : Faiblement positif; - Négatif;

L'étude complète du screening phytochimique met en évidence la présence d'autres composés chimiques qui possèdent des activités biologiques intéressantes, notamment des substances poly phénoliques (Flavonoïdes, Tanins et Saponines) qui présent en grandes quantités. Quant aux les alcaloïdes, les Carbohydrates et les terpénoïdes sont présent en quantités importants à

moyennes. On note l'absence des composés suivants : les protéines, Glycosides, Phlobatannins, Anthraquinones, Leuco anthocyanine turns, Emodins, Anthocyanins.

➤ **Discussion.**

La présence de composés phytochimiques tels que les alcaloïdes, les saponines, les flavonoïdes et les tanins dans les graines de *G. arboreum* rapportées dans cette étude suggèrent leur utilisation comme plantes médicinales [127].

Phénols, flavonoïdes, alcaloïdes, glycosides cardiaques, saponines, terpénoïdes, les stéroïdes et les tanins sont bien connus pour posséder une activité biologique et pharmacologique contre diverses maladies chroniques telles que le cancer et troubles cardiovasculaires et gastro-intestinaux [128].

• **Comparaison entre graine de *Gossypium herbaceum* et *Gossypium arboreum* :**

Les graines de *Gossypium herbaceum* (un type de coton) ont été soumises à des tests phytochimiques pour les alcaloïdes, les glucides, les glycosides, les tanins, les saponines, les phénols, les flavonoïdes, les protéines, les terpénoïdes, les Phénol, et comparées aux résultats obtenus à partir des tests phytochimiques des graines de *Gossypium arboreum*.

Tableau V. 5: Comparaison entre les résultats de test phytochimiques entre graine de *Gossypium herbaceum* et *Gossypium arboreum*

Composé	Les résultats de test phytochimiques	
	<i>Gossypium herbaceum</i>	<i>Gossypium arboreum</i>
alcaloïde	-	+
glycoside	+	-
tanin	+	+
Carbohydrates	-	+
saponine	-	+
flavonoïde	+	+
protéine	+	-
terpénoïde	+	+
Phénol	+	+

(+) Indique la présence de composés phytochimiques. (-) Indique l'absence de composés phytochimiques [129].

En comparant les résultats des tests phytochimiques, on note la présence de phénols, flavonoïdes, terpénoïdes et tanins, dans les deux graines de *Gossypium herbaceum* et *Gossypium arboreum*. Alors que nous remarquons l'absence d'alcaloïdes, de glucides et de saponines dans les graines de *Gossypium herbaceum* et leur disponibilité dans les graines

Gossypium arborium. Enfin, la présence de glycosides dans les graines de *Gossypium herbaceum* et leur absence dans les graines *Gossypium arboreum*.

En comparant les résultats, on remarque que le *Gossypium arboreum* est meilleur que *Gossypium herbaceum* car il contient des éléments importants et significatifs, par rapport aux autres.

Avec tous ces métabolites secondaires importants dans les graines de coton, on peut considérer que le cotonnier a une importance thérapeutique et des usages médicaux, le coton étant classé comme plante médicinale. Nous expliquons l'importance biologique de certains composés extraits à présence d'alcaloïdes dans les graines de coton qui donne des propriétés analgésiques, anti-inflammatoires et une augmentation du potentiel de résistance aux maladies et de stress ont rapporté que les saponines abaissent le taux de cholestérol, Les tanins sont connus pour avoir des propriétés antivirales, antifongiques, antibactériennes et antitumorales et on note une quantité de flavonoïdes ont des fonctions biologiques telles que antioxydant, radical libre et anti-tumeur. De plus, cela soutient l'activité anti-inflammatoire de ces plantes [127].

III.3.1. Extraction des composés phénoliques

• Rendement de l'extraction méthanoïque

Après avoir macérer la poudre de graines de coton dans du méthanol et obtenu un extrait, nous calculons le Rendement de l'extraction (en %). Le but de la macération est pour extraire les principes actifs comme : composés phénoliques et flavonoïdes.

Selon le tableau, la teneur en composants des extraits est reportée en pourcentage de la matière sèche.

Le taux d'extraction est noté pour les graines (43.33%). L'extraction des composés phénoliques à partir de la matière végétale est influencée par leur nature chimique, la variété, la méthode d'extraction et les dimensions des particules de l'échantillon.

III.3.2. Dosage des composés phénoliques :

L'extrait préparé ont été analysés quantitativement par spectrophotomètre UV-visible, pour leurs contenus en polyphénols totaux, en flavonoïdes et en Ortho-diphénol.

L'estimation des teneurs en polyphénols totaux a été effectuée en utilisant la méthode de Folin-Ciocalteu. Le dosage des flavonoïdes totaux a été réalisé selon la méthode de trichlorure d'aluminium ($AlCl_3$). Le molybdate de sodium dihydraté a été utilisée pour quantifier les Ortho-diphénol dans les extraits étudiés.

a. Polyphénols totaux (mg éq AG/L)

Dans le but de déterminer la teneur en polyphénols totaux de notre échantillon, un dosage par la méthode spectrophotométrique de Folin-Ciocalteu a été effectué. Les résultats obtenus sont exprimés en $\mu\text{g AG/mg}$ ($\mu\text{g d'acide gallique/mg}$) d'extrait (tableau), en utilisant l'équation de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique comme standard. Grâce à la recherche, j'ai remarqué qu'il s'agissait d'un test plus utilisé et plus pratique dans les laboratoires de recherche.

Dans le but de déterminer la teneur en polyphénols totaux de notre échantillon, un dosage par la méthode spectrophotométrique de Folin-Ciocalteu a été effectué. Les résultats obtenus sont exprimés en $\mu\text{g AG/mg}$ ($\mu\text{g d'acide gallique/mg}$) d'extrait, en utilisant l'équation de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique comme standard (**annexe3**). Grâce à la recherche, j'ai remarqué qu'il s'agissait d'un test plus utilisé et plus pratique dans les laboratoires de recherche.

Les résultats relatifs à la teneur en composés phénoliques totaux de l'extrait sont regroupés dans le **tableau V.3** On remarque une quantité importante de polyphénols dans l'extrait de coton égale 1.1693 mg éq AG/L et on sait que les polyphénols ont des propriétés antioxydante, ils sont en fait capables de nettoyer les radicaux libres et d'inhiber la peroxydation lipidique en réduisant les radicaux hydroxyles, superoxyde et peroxyde.

b. ortho-diphénols (mg éq CA/L)

Les concentrations en ortho-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage (**annexe 4**) réalisée avec l'acide caféique comme standard et les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent d'acide caféique/mg d'huile (mg d'E.A.C./mg) [**112**]. Les ortho diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine), présents dans l'extrait sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'extrait contre l'oxydation. Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant [**130**].

c. Flavonoïdes

La quantification des flavonoïdes a été réalisée par rapport à une courbe standard linéaire de la quercétine ($y = ax$) réalisée par un standard de la quercitrine à différentes concentrations. Des mesures de densité optique ont été effectuées pour chaque extrait à 430 nm (**annexe5**). Les flavonoïdes totaux sont exprimés en microgrammes (mg) équivalents à la quercétine pour 100 g de MS, la teneur en flavonoïdes obtenue à partir de graines de papier étant de 2.77 mg EAG / 100 g MS.

Les flavonoïdes présentent de nombreuses activités : anti-oxydantes, anti-inflammatoires

[131-133].

III.4. Résultat et discussion sur l'activité biologique

III.4.1. L'évaluation de l'activité antioxydante:

L'activité antioxydante exprime la capacité de réduction des radicaux libres. Pour nos extraits, nous avons employé la méthode de DPPH qui a été évaluée avec spectrophotomètre UV-visible à 517 nm, ce radical libre présente une coloration violet sombre, lorsqu'il est piégé par des substances antioxydants, la forme réduite confère à la solution une coloration jaune pâle, le virage vers cette coloration et l'intensité de la décoloration de la couleur de la forme libre en solution dépend de la nature, la concentration et la puissance de la substance anti-radicalaire.

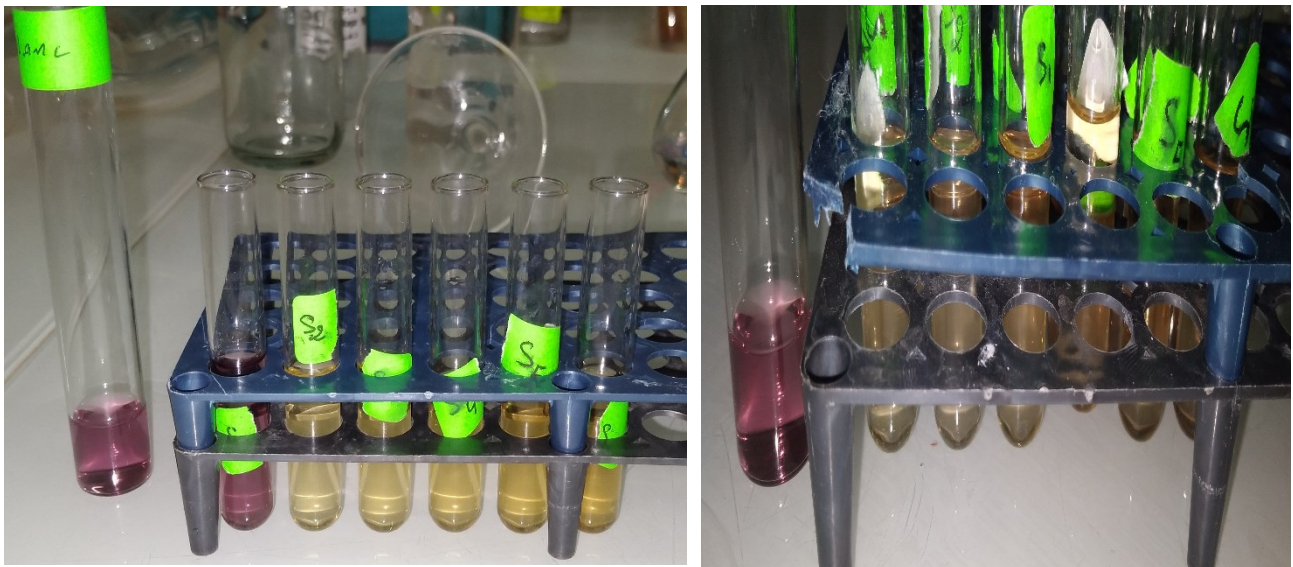


figure V. 2: test de DPPH

L'acide ascorbique est utilisé comme standard pour préparer la gamme d'étalonnage.

(Annexe 6)

Histogramme représente le taux d'inhibition maximal du DPPH avec différents extraits:

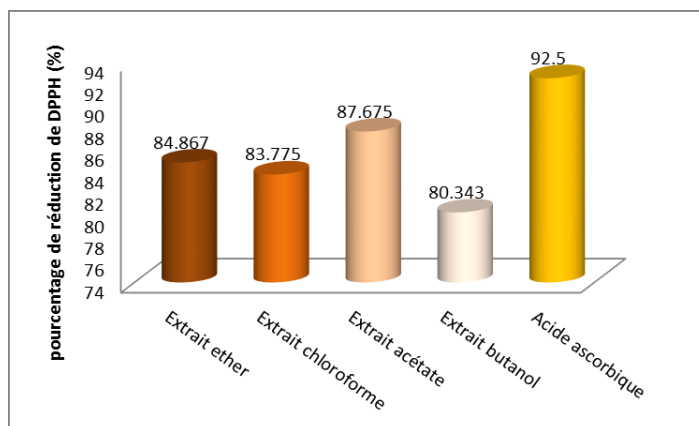


figure V. 3: Histogramme représente pourcentage de réduction du DPPH(%) avec différents extraits

➤ Evaluation de l'IC₅₀:

IC₅₀ exprime la quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire la concentration de radicaux libres de 50 %, car elle est inversement liée à la capacité antioxydante du composé. Plus la valeur IC₅₀ est basse, plus l'activité antioxydante du composé est élevée [134]. L'activité anti-radicalaire de tous les extraits étudiés a été exprimée en valeurs IC₅₀ (une valeur faible de IC₅₀ indique une forte capacité de l'extrait, tandis qu'une valeur élevée indique une faible activité de l'extrait) en mg/l et mg eq acide ascorbique/ml. Les résultats obtenus des différents extraits testés qui causent la réduction de 50% du DPPH° sont résumés dans l'historgramme:

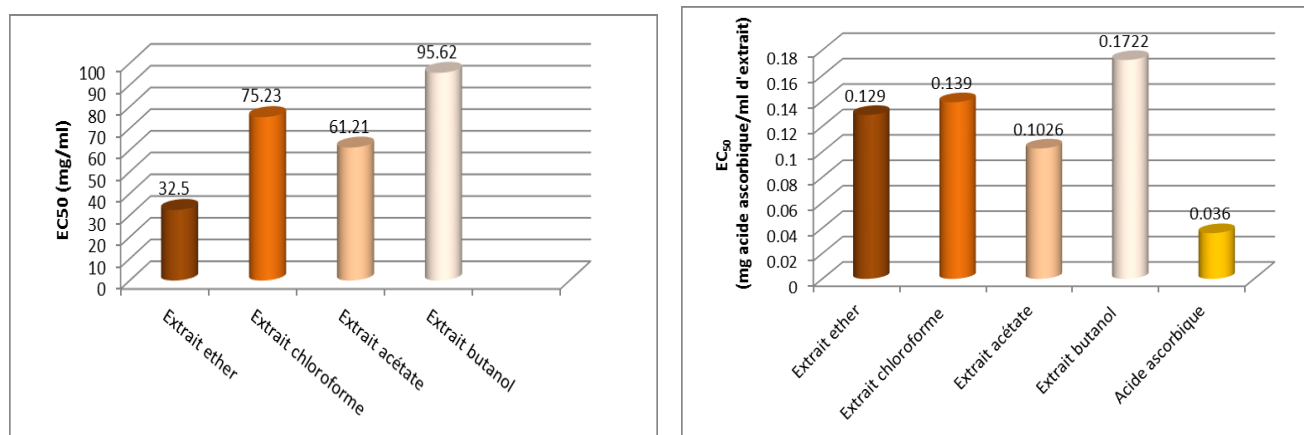


figure V. 4: Histogramme de Pourcentage d'inhibition du radical DPPH et les valeurs de IC₅₀ des échantillons testés

En suivant l'IC₅₀, la capacité de balayage de radical libre DPPH° est classée dans l'ordre : acide ascorbique > acétate > éther de pétrole > chloroforme > butanol d'après Les résultats de l'évaluation de l'efficacité antioxydant ont montré que l'acide ascorbique avait une meilleur

efficacité antioxydant par rapport les quatre extraits. D'après les résultats nous pouvons déduire que les quatre extrais ayant un faible antioxydante.

Capacité de réduction est déterminée par une diminution de l'absorbance induite par des substances antiradicalaires. Sont en accord avec les valeurs quantitatives des flavonoïdes. Nous savons que les phénols et les flavonoïdes sont les principaux responsables pour l'activité antioxydant dans les extraits de plantes [135]. En accord avec les résultats de nombreux chercheurs le mécanisme d'interaction entre les composés antioxydants et la racine de DPPH est sa structure chimique ainsi que le nombre de groupes hydroxyles qu'elle contient [136].

III.4.2. Activité antibactérien

Nous avons étudié *in vitro* le pouvoir antimicrobienne d'extrait des grains de coton par la méthode de diffusion en puits AWDT (méthode de Barefoot et Klaenhammer, 1983) sur un milieu gélosé solide.

L'activité antimicrobienne des extraits des grains de coton a été estimée en terme de diamètre de la zone d'inhibition autour des disques contenant les différents extraits à tester *vis-à-vis* de 4 microorganismes testés gram positive (*S. aureus*) gram négative (*P. aeruginosa*, *E. coli*) et levure (*Candida albicans*, l'antibiotiques Gentamycine « GEN » antifongique (nystatine = Mycostatine) pris comme référence..

et les résultats obtenus a été exprimés dans le tableau V.6 et le figure V.5

Le témoin n'a exercé aucune activité inhibitrice.

Tableau V. 6: Sensibilité des souches microbiennes en fonction des zones d'inhibition sont exprimés selon quatre niveaux d'activité [137].

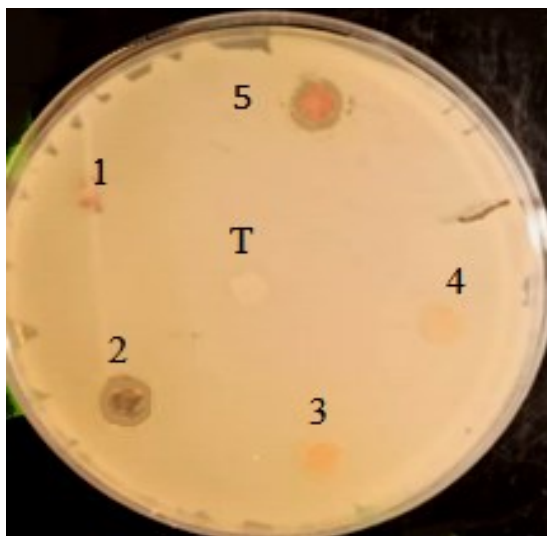
Sensibilité	Zone d'inhibition
Non sensible ou résistant (-)	Diamètre < 8 mm
Sensible (+)	Diamètre compris entre 9 à 14 mm
Très sensible (++)	Diamètre compris entre 15 et 19 mm
Extrêmement sensible (+++)	Diamètre > 20 mm

Le tableau ci-dessous reporte les valeurs en mm des zones d'inhibitions atteintes avec les différentes souches étudiées.

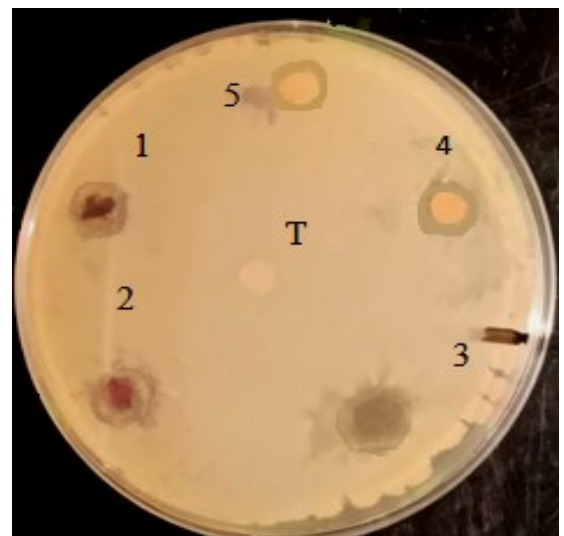
Tableau V. 7: zones d'inhibitions atteintes avec les différentes souches étudiées.

Bactéries \ EXTRAI	Gram	Ether de pétrole	Chloroforme	Acétate	n-butanol	Raffine
<i>E. coli</i>	Négative	7.58	-	6.92	-	-
<i>P. aeruginosa</i>	Négative	10.67	10.91	19.77	30.02	8.97
<i>S. aureus</i>	Positive	10.49	8.34	26.71	20	7.376
<i>Candida albicans</i>	levure	-	-	-	-	-

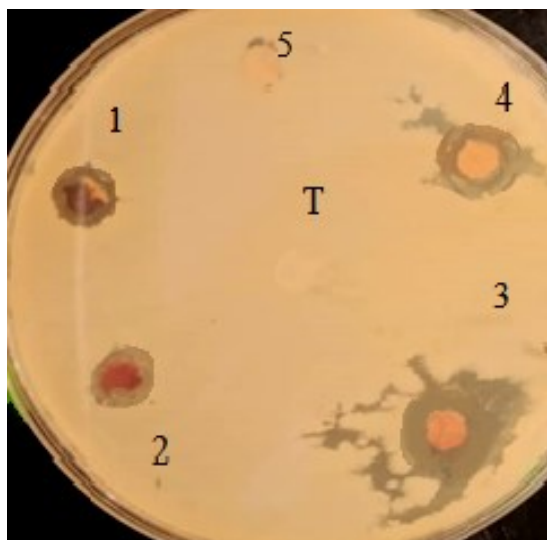
- : Aucune inhibition.



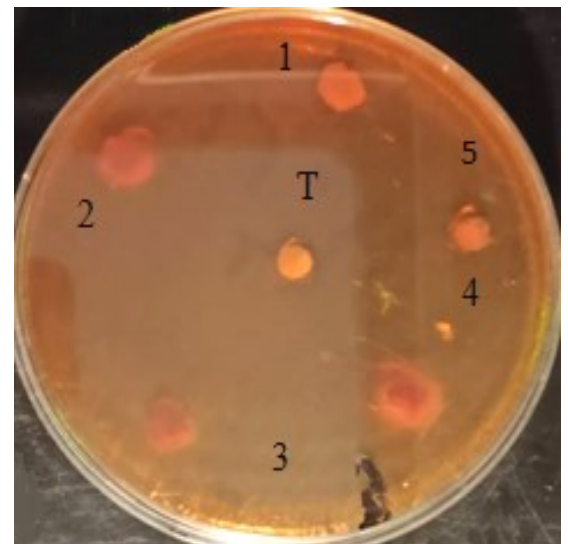
Escherichia



Pseudomonas Aeruginosa



staphylococcus aureus



Candida albicans

figure V. 5: les résultats de test antibactérien avec différents extraits

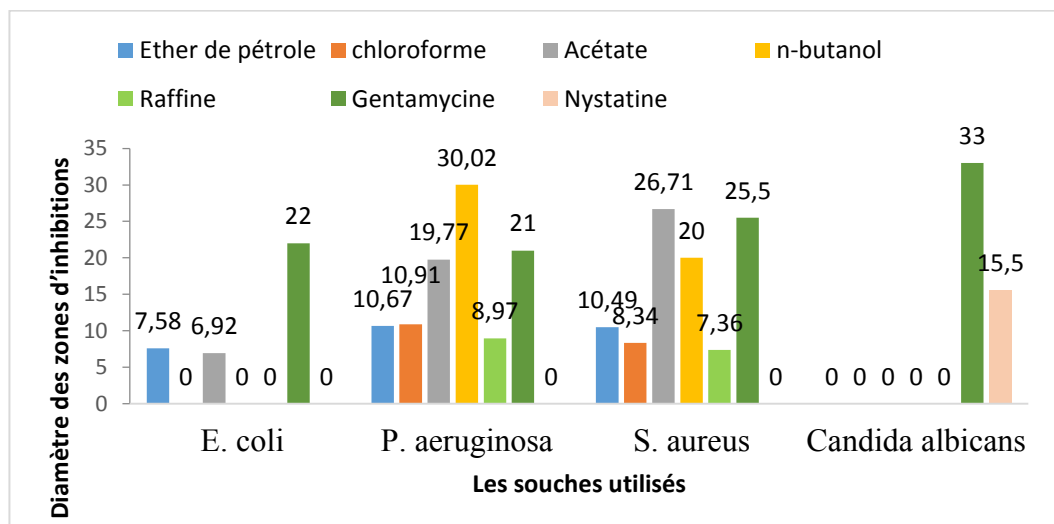


figure V. 6:activité antibactérienne des différents extraits

Afin d'examiner l'activité antimicrobienne de l'extrait des grains de coton et les solvants et les antibiotiques. On observe que les différentes souches de bactéries étudiées réagissent différemment aux extraits testés, même s'il s'agit de deux souches d'un même gram bactérien.

Selon de notre test de l'antibiotique (annexe 8), les souches bactériennes utilisés sont sensibles à ce antibiotique testés avec des diamètres entre 21 mm et 25.5 mm contre le Gentamycine « GEN » (10µg). Ce qui concerne *C. albicans*, une sensibilité élevée à GEN avec de diamètre de 33 mm et 15.5 contre Nystatine

Notez que les souches étudiées sont sensibles à tous les antibiotiques, à l'exception de *S. aureus* ATCC 43300, qui est résistant à CTX et TE.

Au vu des résultats, la croissance de la souche a *P. aeruginosa* été inhibée par la plupart des extraits. *Pseudomonas aeruginosa* qui est une bactérie Gram - est la souche la plus sensible avec trois extraies surtout n-butanol (30mm). D'autres souches du staphylococcus se comportent différemment dans des diamètres allant de 8.34 mm à 26.71 mm avec les quatre extraits avec fort sensibilité contre acétate d'éthyle et n butanol qui dépasse le diamètre de la zone d'inhibition 15 mm. En effet, l'absence de zone d'inhibition dans les boîtes test ensemencées avec *E. coli* et *Candida albicans* et parfois un diamètre ne dépassant pas 9 mm traduit leur résistance à l'extrait étudié.

L'activité antimicrobienne maximale enregistrée par l'essai d'acétate et n butanol contre *Pseudomonas aeruginosa* et staphylococcus suggère que la substance active réside dans ces extraits avec un effet à large spectre. Le potentiel antibactérien de l'extrait étudié dépend de sa teneur en polyphénols et plus particulièrement en flavonoïdes et tanins [138].

Ceci confirme que l'efficacité d'un extrait dépend plus de la qualité des principes actifs, qu'il renferme, que leur quantité elle-même [139].

L'efficacité optimale d'un extrait peut ne pas être due à un constituant actif principal, mais à l'action combinées (synergiques) de différent composé majoritaire et minoritaire de cet extrait [139], aussi (CUSHNIE, 2003)[140] affirme que chaque composé agit différemment sur microorganisme, c'est-à-dire qu'un composé peut avoir une action très importante sur un germe et une action moindre ou nulle sur un autre.

Il faut souligner que les différences dans les résultats de l'activité antibactérienne et antifongique d'une substance végétale dépend de plusieurs facteurs qui peuvent influencent la composition chimique d'une plante telle que la nature de l'espèce, l'origine géographique, le solvant et le mode d'extraction[141-143].

IV. Discussion sur les applications :

IV. 1. Discussion sur biodiesel :

IV. 1.1. Production de biodiesel à partir d'huile de coton

IV.1.1.1. Rendement d'huile

En utilisant la relation suivante on calcule le rendement de l'huile extraite :

$$\eta (\%) = \frac{mh}{m0} * 100$$

Tableau V. 8: Résultats d'extraction

	Masse initiale (m_0)	Masse d'huile extraite (mh)
La masse (g)	21.33g	8.19g

Les résultats obtenus sont comme suivis :

$$\eta (\%) = \frac{8.19}{21.33} * 100 = 38.4\%$$

- Rendement d'huile de coton : 38.4 %

IV.1.1.2. Caractéristique d'huile obtenir

À travers les résultats, nous remarquons que certains facteurs affectent le rendement, tels que le temps et la température d'extraction, ainsi que la nature du soluté.

Tableau V. 9: Caractéristique d'huile obtenir

Paramètres	Résultat
La densité relative	0.921
l'acidité libre (en %)	0.564%

✚ La densité

La densité est exprimée comme le rapport de la masse d'un volume d'huile donné à la masse d'un même volume d'eau (eau distillée). La valeur de densité est comprise entre 0 et 1 ($0 < d < 1$) et sa valeur doit toujours être inférieure à 1.

Pour déterminer la densité de l'huile extraite des graines de *Gossypium Arboreum* à l'aide d'un pycnomètre, nous obtenons le résultat mentionné dans le tableau suivant :

Tableau V. 10 : Comparaison entre la densité obtenir et densité d'autre étude

	Le résultat obtenir	(Rahim O et al ,2015)[6]	(Anastopoulos. G et al ,2012)[144]	(Norme d'huile végétale, 1999)[145]
La densité relative	0.921	0.877	0.914	0.918-0.926

On remarque que la densité se trouve dans l'intervalle fixé par les normes Européennes pour l'huile végétale.

Nous avons comparé les résultats qui ont été trouvés dans l'étude menée par **RAHIM O et al**, **G. ANASTOPOULOS et al**. Qui étaient quelque peu différents, car densité a été enregistrée sur les 0,914404, 0,914 suivants et cela est dû à la différence de zone.

✚ L'acidité libre

Selon le tableau Le valeur de l'acidité d'échantillon analysé en % (équivalent au mg de KOH/g d'huile) égale 0.564%.

Lorsque la valeur d'acidité libre obtenue est conforme aux normes Codex, la valeur maximale pour l'huile végétale raffinée est de 0,6 mg KOH / g d'huile.

L'acidité libre peut provenir de la présence éventuelle de carboxyles appartenant à différents types d'acides : acides organiques (acide citrique, acide malique, acide malonique, acide oxalique,...)

L'indice d'acidité est un indicateur qui permet d'évaluer l'altération de la matière grasse, consécutive à de mauvais traitements ou à une mauvaise conservation. Il est exprimé en pourcentage (%) d'acide oléique et est mesuré par la quantité de potasse nécessaire à la neutralisation des acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras [107]. Un faible taux d'acidité contribue à donner à l'huile une plus grande stabilité face à l'oxydation par l'air.

IV. 1.2. Calcule le rendement de Biodiesel

La formule générale est :

$$\eta (\%) = \frac{m \text{ biodiesel}}{m \text{ huile}} * 100$$

En appliquant la relation, le rendement en biodiesel obtenu à partir d'huile de coton est déterminé par le rapport entre la masse de biodiesel et la masse de l'huile primaire. La valeur du biodiesel obtenue est de 8.67%.

- Le rendement du biodiesel obtenu à partir de l'expérience que nous avons menée est faible par rapport aux résultats des études précédentes, ce qui peut expliquer ce résultat est la faible quantité d'huile produite à partir de *Soxhlet* et du fait du manque de matière première (graine de coton).

IV.1.3. Caractérisation du biodiesel obtenu:

IV.1.3.1. L'indice de réfraction

Après avoir calculé le rendement du biodiesel, nous déterminons l'une des caractéristiques les plus importantes du biodiesel, qui est l'indice de réfraction et, à l'aide d'un réfractomètre (à température ambiante) et le comparons avec les résultats d'études précédentes.

Tableau V. 11 : Comparaison entre les résultats de l'indice de réfraction de biodiesel obtenu et l'indice de réfraction de diesel en les normes internationales

	Le résultat obtenu	diesel
Indice de Réfraction	1.471	1,47975

Cette caractérisation montre que le diesel utilisé dans cette étude respecte les spécifications du diesel.

IV.1.3.1. Point d'éclair (PE)

La température du point d'éclair correspond à la température la plus basse, à laquelle un corps combustible émet suffisamment de vapeurs [80].

L'oxydation des acides gras polyinsaturés donne naissance à des produits secondaires d'oxydation tels que les acides gras libres, les hydro peroxydes, les polymères et l'eau. Ces derniers provoquent une diminution du point d'éclair. En général, les biodiesels sont des carburants plus sûrs que le diesel du fait qu'ils ont un point d'éclair largement supérieur à celui du dernier [83].

En effet, une valeur élevée du point d'éclair est synonyme de sécurité lors du stockage, de la manipulation et de la manutention du produit [80].

Tableau V. 12: Comparaison entre les résultats de Point éclair (°c) et de biodiésel obtenu et indice de réfraction de diesel en les normes international

	Biodiesel obtenir	Norme(EN14214)
Point éclair (°c)	188	≥ 120

On remarque que le point d'éclair se trouve dans l'intervalle fixé par les normes Européennes ce qui prouve que le biodiesel produit est valable pour l'utiliser comme carburant.

IV.2. Discussion sur biosorbant :

IV.2.1. Effet du temps de contact

Rappelons que le phénomène d'adsorption peut être considéré localement comme très rapide, voire instantané, mais qu'en réalité dans un adsorbant poreux, c'est la migration de l'espèce adsorbée qui induit une certaine cinétique dite d'adsorption, en fait due à la diffusion dans les pores.

Les résultats illustrés dans la **Figure V.7** et montrent que l'intensité de pique de vert malachite vers 618 nm a été diminué et la capacité d'adsorption croît au cours de temps. Le taux d'élimination du colorant augment progressivement à partir 49.40 % à 68.67 % après 60mn et 120 min respectivement. On peut constater aussi que la vitesse d'adsorption est proportionnelle à la masse. Ceci revient à la grande disponibilité des sites actifs libres au début de l'adsorption et qui devient faible au fur et à mesure qu'on avance dans le temps [146].

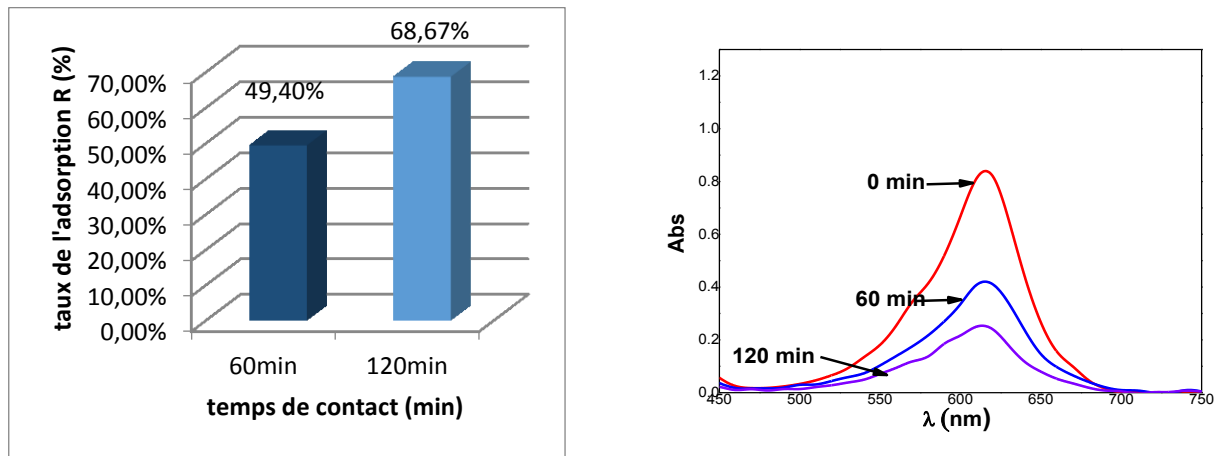


figure V. 7: le taux de l'adsorption après différent temps de contact

IV.2.2. L'effet de la masse de déchet d'extraction des grains de coton

D'après les résultats présentés dans la figure V.8 Le pourcentage d'adsorption augmente de 42.7% à 82.4 % avec l'augmentation de la masse de déchets de 0.5 mg à 2.5 mg. Cela peut être expliqué par la croissance de nombre des sites actifs disponibles pour l'adsorption, et de la surface spécifique de contact [99]

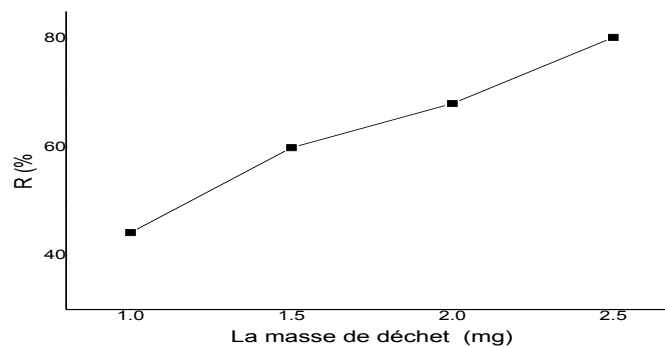


figure V. 8: l'effet de masse déchet récupéré sur l'adsorption de vert malachite

*Conclusion
générale*

Ce travail expérimental s'inscrit dans le cadre de la valorisation d'un des résidus agricoles du cotonnier représenté par les graines de coton, actuellement utilisées en alimentation animale.

Le but de ce travail est évaluation physico-chimique et activité biologique de l'extrait de graine de coton, préparation de leur huile pour la production de biodiesel et l'utilisation de déchet récupéré comme adsorbant naturelle pour éliminer la verte malachite.

Nous avons commencé notre travail avec l'extraction solide-liquide afin d'extraire les composés secondaires des graines de *Gossypium Arboreum* avec la méthode de macération a partir d'une solution éthanol-eau. Ensuite, nous avons réalisé une extraction liquide-liquide avec différents solvants de polarité croissante (éther de pétrole, chloroforme, acétate, n-butanol).

D'autre part, L'étude des caractéristiques physico-chimiques des échantillons a été réalisée par la mesure de l'acidité libre, l'évaluation du coefficient d'extinction spécifique, le dosage de la teneur pigments (teneur en chlorophylle et carotène) et les tests phytochimique a été montre Les extraits aqueux éthanoïques bruts de graines contiennent le groupe le plus important de métabolites secondaires tels que les alcaloïdes, les flavonoïdes, les tanins, les saponines., et a ces métabolites sont divisés en différents solvants.

Pour l'évaluation de l'activité biologique, on a commencé par l'activité antioxydante des extraits avec la méthode du DPPH qui montre que la capacité de balayage de radical libre DPPH° est classée dans l'ordre : acide ascorbique >acétate >éther de pétrole >chloroforme >n- butanol. Donc les extraits des grains de coton ayant un faible antioxydant par rapport acide ascorbique. Ensuite on a étude l'activité bactérienne des extraites contre quatre souche : une Gram positive (*Staphylococcus aureus*), deux Gram négative (*Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*) et une levure (*Candida albicans*); notre résultat montre que l'activité variée selon les types des bactéries et le type de l'extrait.

Nous savons que les biocarburants sont de l'énergie dérivée d'organismes vivants, et c'est l'une des sources les plus importantes d'énergie renouvelable, contrairement aux combustibles fossiles. La production de biocarburants est basée sur la transestérification des huiles. La transestérification utilise des alcools en présence d'un catalyseur qui décompose chimiquement les molécules de triglycérides en esters alkyliques comme biocarburant et en glycérol comme sous-produit.

Par conséquent, nous avons décidé de convertir l'huile de coton en biodiesel. Nous avons d'abord extrait l'huile des graines de coton à l'aide d'un solvant hexane et d'un appareil Soxhlet. Puis, nous avons calculé le rendement de l'huile extraite, qui est de 38,4%, et étudié la densité de l'huile, qui a été estimée à 0,921. Ensuite, le biodiesel a été converti à partir de l'huile extraite par la réaction d'ester de transition en utilisant du méthanol car c'est le moins cher et le plus abondant et le catalyseur KOH et nous avons obtenu un rendement de 8.67 % de biodiesel. Le rendement était faible et cela est dû aux conditions de travail. Afin d'étudier les propriétés physiques des biocarburants, nous avons calculé l'indice de réfraction 1.471 et le point d'éclair 188. Les résultats étaient dans une approche proche des normes internationales.

Dans e but de valorisation de déchet, le déchet récupéré après l'extraction a été utilisé comme un absorbant naturelle pour éliminer la verte malachite dans la solution aqueuse et les résultats montrent que la capacité d'adsorption augmente avec l'augmentation de la concentration initiale du colorant et la masse de déchet.

Les propositions:

- A travers cette étude, nous avons découvert l'importance économique de ce fait pour l'état algérien de reconsidérer la culture du coton et d'encourager ce domaine.
- Exploiter les déchets tels que les amygdales et les tiges, comme charbon active.
- Après les recherches menées dans cette note, les résultats ont prouvé l'abondance de métabolites secondaires pouvant être exploités dans les industries pharmaceutiques.
- L'huile extraite est riche en acides gras, ce qui la rend éligible pour la fabrication de savon.

Références
Bibliographique

- [1] **ATHAMENA SOUAD** (2009). *Étude quantitative des flavonides des graines de cuminum et les f ET LES FEUILLES DE Rosmarinus officinalis et l'évaluation de l'activité biologique*. thème de magister .université de Batna .
- [2] **DONTATIEN KONE** (2009). *Enquête ethnobotanique de six plantes médicinales maliennes: extraction, identification d'alcaloïdes - caractérisation, quantification de polyphénols: étude de leur activité antioxydante*. Thèse de doctorat en chimie organique. université de Paul Verlaine bmako.
- [3] **SAIDI IMENE** (2019). *Caractérisation et valorisation d'une plante de la famille des fabaceae : Gleditsia triacanthos de la région de Sidi Bel Abbés : Extraction des substances bioactives*. Thèse de doctorat en Sciences Biologiques.
- [4] **TAMERT ASMA** (2016). *Labiées des monts de Tessala (wilaya de Sidi Bel abbés): histologie et phytochimie*. Doctorat en sciences de l'environnement. Université de Sidi Bel abbés.
- [5] **SHAHRAJABIAN MOHAMAD HESAM ,WENLI SUN AND QI CHENG** (2020). *Considering White Gold, Cotton, for its Fiber, Seed Oil, Traditional and Modern Health Benefits*. Article in Journal of Biological and Environmental Sciences., 14(40), 25-39.
- [6] **Rahim O., GUERRAH S., HAMRA H et ALLAOUI M** (2015). *Contribution a l'étude des extraits de graines de Gossypium arboreum et leur effet antimicrobien sur certaines bactéries pathogènes*. Revue des BioRessources. Vol 5 N° 1.
- [7] **CHATURVEDI ARJIT and NAG T.N.** *Medicinal Value of Cotton*. International Journal of MediPharm Research. Vol.01, No.03, pp 147-149, 2015
- [8] **N'GUESSAN OLIVIER KONAN ,GUY MEREGEAI** *Possibilités d'amélioration de la principale espèce cultivée de cotonnier (Gossypium hirsutum L.) pour la résistance au nématode réniforme (Rotylenchulus reniformis Linford et Oliveira)*. Biotechnol. Agron. Soc. Environ. 2007 11 (2), 159–171
- [9] **KHADI .B.M,SANTHY . V, and Yadav .M.S** (2010). *Chapter 1 Cotton: An Introduction, Cotton, Biotechnology in Agriculture and Forestry 65*. U.B. Zehr (ed.)

- [10] **PRETORIUS. M. M** (November 2009): *evaluation of irrigated cotton cultivars in South Africa, magister en science agriculture*. Université de l'État libre Bloemfontein. Afrique du Sud.p12
- [11] **YÉO NAVIGUE ABOU** (Décembre 2016) : *Métabolisme des composés phénoliques chez le cotonnier, [Gossypium hirsutum L. (Malvaceae)] élicité avec le méthyle jasmonate, l'acide salicylique et l'éthéphon*. Master 2 Production Végétale. Université Nangui Abrogoua. Côte d'Ivoire.p3-4.
- [12] **REHMAN ABDUL, FAROOQ MUHAMMAD** (2020): *Cotton production. Chapter 2 : Morphology, Physiology and Ecology of Cotton*.p23.
- [13] **Bajaj Y.P.S:** *Biotechnology in Agriculture and Forestry* 42.cotton. 1 st edition 1998.p 3-4.
- [14] **الرفاعي بلال عبد الوهاب**. (2006) : تقنيات العمميات الصباغية (المجمد الاول). دمشق.ص5
- [15] **SON DIAKALIA** (Juin 2007) : *Effets des pesticides sur les insectes non cibles : cas particulier des chrysalides de cirina Butyrospermi vuillet dans la zone cotonnière DE PÔ (BURKINA FASO)*, Universitaire Polytechnique de Bobo-Dioulasso. BURKINA FASO.p 3.
- [16] **SAFETY ASSESSMENT OF TRANSGENIC ORGANISMS:** : *OECD consensus Documents: volume 4 OECD 2010.part 1.consensus documents on the biology of crops*. Section 1.Cotton (Gossypium spp.).p40.
- [17] **RAMANI .H.R, SHOBHA SINGH, D.H. PATEL and B.G. SOLANKI** (2017): *Biochemical constitues of different cotton (GOSSYPIMUM HIRSUTUM) germplasm*. International Journal of Science, Environment and Technology, Vol. 6, No 2.
- [18] **KRIFA MOURAD** (2001). *Etude des fragments de coque de graines de coton : Détection, caractérisation, interaction avec les processus de filature et influence sur la qualité du fil*. Université de Haute Alsace. Thèse de Doctorat.
- [19] **DOLATABAD SHAHNAZ SEYEDI, ROSTAMI FATEMEH FALLAH, KHAKI ARASH** (2014): *antifertility activity of methanolic extract of Gossypium herbaceum female rats* . Volume 27 Number 1. p 307.Iran.
- [20] **CHIKKULA RADHIKA, MONDI SANDHYA RANI , GOTTUMUKKULA KRISHNA MOHAN:** a review on *Gossypium herbaceum (LINN)*. Journal international des sciences et de la recherche pharmaceutiques (IJPSR). Vol. 9 No. 09 Sep 2018.p116-117.
- [21] **PATEL R. K, PRASHANT B.SANDIPAN and PATEL A. D** (October 2019): *screening of Gossypium arboreum to bacterial leaf blight disease under natural and rainfed condition*. International Journal of Current Advanced Research. Volume 8; p No.20195-20197

[22] L'ORGANISATION DES NATIONS UNIES POUR L'ALIMENTATION ET L'AGRICULTURE (FAO) (2014). *Gestion intégrée de la production et des déprédateurs du coton. Guide du facilitateur pour les Champs écoles des producteurs.*

[23] SORBO VAMARA TENENA (2016) : *Evolution de l'activité des peroxydases dans les feuilles de cotonnier [Gossypium hirsutum L., Cv. Y331B (Malvaceae)] élicitées avec le méthyle jasmonate et l'acide salicylique.* Mémoire de master en production végétale.univesite Nangui Abrogoua .cote d'ivoire

[24] KOFFI YAO BERNARD (2013) : *effet d'un eliciteur, le méthyle jasmonate (Me. TA) sur la teneur en composes phénoliques et l'activité de queiques enzymes du métabolisme phénoliques chez le cultivar w 471B du cotonnier , Gossypium hirsutum l . (Malvaceae).* Mémoire de master 1. université nangui abrogoua (UFR), COTE D'IVOIRE.p6.

[25] BOURGOU LARBOUGA (juin 2006) : *Caractérisation de cotonnier transgénique Bollgard et évaluation du flux du transgène à la station de Farako-Bà.* Université polytechnique de Bobo-Dioulasso (UPB), BURKINA FASO.p3.

[26] . SANOU IDRISSE RACHID EDOUARD (2011) : *Etude des composantes de rendement du cotonnier transgénique dans les agrosystèmes de l'Ouest du Burkina Faso : cas des zones de Daboura, de Gombélé Dougou et de Sidéradougou.* Université polytechnique de Bobo-Dioulasso (UPB), BURKINA FASO.p8.

[27] SORO LACINA (Mars 2018) : *recherche de quelques facteurs pouvant influencer le développement de la virescence florale du cotonnier (Gossypium hirsutum L.) Et son impact sur la production dans les zones de Niakaramadougou, Bouandougou et Seguela (COTE D'IVOIRE).* L'université Jean-Lorougnon-Guède (UJLoG), COTE D'IVOIRE.p5.

[28] Aslam, S., Khan, S.H., Ahmed, A. and Dandekar, A.M. (2020) .*The tale of cotton plant: from wild type to domestication, leading to its improvement by genetic transformation.* American journal of molecular biology, 10, 91-127. <https://doi.org/10.4236/ajmb.2020.102008>

[29] ROUSSET PATRICK (2008). *Chapitre 1 ; fiche de description des oléagineur brésiliennes.* Guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales. Brésil. cirad .

[30] COTTON PRODUCTION GUIDELINE (2016), *Département de l'agriculture, des forêts et des pêches.* RÉPUBLIQUE D'AFRIQUE DU SUD.p5

[31] BENHADI SIHAM (2010) : *Greffage de cyclodextrines modifiées par traitement Corona sur matériaux cellulosiques.* Thèse de doctorat en Chimie-physique. Université Henri Poincaré Nancy 1. p7

- [32] **BENBEKHMA AMMAR** (2008): *influence de l'ennoblissement des articles de coton sur le dégagement du formaldéhyde*. Mémoire de magister, université de Boumerdés.p4.
- [33] **BEN MLIK YOSR**: *Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles* .Thèse de doctorat en génie textile. Thèse de doctorat en génie textiele. Université de Monastir. REPUBLIQUE TUNISIENNE. p9.
- [34] **FRYDRYCH RICHARD** (2002) : *Les polluants du coton : cas du collage et des débris de coque*. UNIVERSITE DE HAUTE ALSACE. Habilitation à Diriger des Recherches.p23.
- [35] **GILLES TRAN** (1994). *Le coton et ses co-produits en alimentation animale*. Article paru dans La Revue de l'Alimentation Animale N°482.
- [36] **COTON** (2016) : *Un profil de produit de base par infocomm fonds de la Cnuiced pour l'information sur les marchés des produits de base agricoles*
- [37] **SAMBASIVA RAO K R S**. *cotton seed oil: healthier nutritional alternative*
- [38] **KAZEEM MUTIU IDOWU** , **ABIMBOLA STELLA GBEMISOLA** AND **ASHAFA ANOFI OMOTAYO TOM** (2013): *Inhibitory potential of Gossypium arboreum leaf extracts on diabetes key enzymes, α -amylase and α -glucosidase*. Article in Bangladesh Journal of Pharmacology (BDPS) ; 8: 149-155August 2013: p 149-155.
- [39] **AGRWAL DINESH K., SINGH PHUNDAN MUKTA CHAKRABARTY, SHAIKH A J,GAYAL S G** (2013): *Cottonseed oil quality utilization and processing*. Institut central de recherche cotonnière Nagpur. CICR TECHNICAL BULLETIN NO: 25.
- [40] **BEYOND THE FIBRE**: *Capturing cotton's full value in Africa*. International Trade Centre. Geneva, December 2020
- [41] **HARTMANN THOMAS** (2007). *from waste products to ecochemicals: Fifty years research of plant secondary metabolism*. *Phytochemistry* : Volume 68, Issues 22–24, November–December 2007, Pages 2831-2846.
- [42] **ZERGUI FATIMA ZOHRA** (2016): *Contribution à l'étude phytochimique et possibilités de valorisation d'une espèce dunaire du littoral oranais Matthiola sinuata (L)*. RBr.1812, magister en biologie d'université djila labes
- [43] **MACHEIX J. J., FLEURIET A. JAY –ALLEMAND C.** (2005). *Les composés phénoliques des végétaux : un exemple de métabolites secondaires d'importance économique*. Edition : Lausanne, Presses Polytechniques et universitaires romandes. Volume1.

- [44] SAOUD NEE HAMADA DJAMILA (2016): *Etude Structure Activité des Principes Actifs de la Plante Anvillea radiata Asteracea*. Thèse du doctorat en génie des procédés universités de kasdi Merbah Ouargla.
- [45] BOUDJOUREF, M. (2011). *Etude de l'activité antioxydant et antimicrobienne d'extraits d'Artemisia campestris L.* Thèse de Magister en Biochimie. Université Ferhat Abbas, Sétif. Algérie. 99 p.
- [46] HANSON, J. R. (2003). *Natural products: the secondary métabolites (Vol. 17)*. Royal Society of Chemistry.
- [47] GUITTON, Y. (2010). Diversité des composés terpéniques volatils au sein du genre Lavandou: aspects évolutifs et physiologiques, Université Jean Monnet-Saint-Etienne.
- [48] BELYAGOUBI NEE BENHAMMOU NABILA (2012): *Activité antioxydante des extraits des composés phénoliques de dix plantes médicinales de l'Ouest et du Sud-Ouest Algérien*. thèse de doctorat en biologie. Université de Tlemcen
- [49] URQUIAGA INES and LEIGHTON FEDERICO. *Plant Polyphenol Antioxidants and Oxidative Stress. Biol. Res. 2000; 33: 55-64.*
- [50] CROZIER, A., CLIFFORD, M.N., ASHIHARA, H. (2006). *Plant Secondary Metabolites: Occurrence, Structure and Role in the Human Diet*. Edt Blackwell Publishing Ltd
- [51] MUAND FRANCOIS NSEMI (2010): *identification de polyphénols, évaluation de leur activité antioxydante et étude de leurs propriétés biologiques*. Thèse du doctorat en Chimie organique. Université Paul Verlaine-Metz, France
- [52] SAIHI RAZIKA (2011). *Etude phytochimique, Extraction des produits actifs de la plante Artemisia campestris de la région de Djelfa*. Mise en évidence de l'activité biologique. Magister en chimie organique. Université d'Oran.
- [53] KHOLKHAL FATIMA (2014): *Etude Phytochimique et Activité Antioxydante des extraits des composés phénoliques de Thymus ciliatus ssp coloratus et ssp euciliatus*. Thèse de doctorat en biologie. Université de Abou Bekr Belkaid . Tlemcen.
- [54] BOUCHOUKA ELMOULOU (2016): *Extraction des polyphénols et étude des activités antioxydante et antibactérienne de quelques plantes Sahariennes*. Thèse de doctorat en Phytochimie. Université Badji Mokhtar ANNABA.
- [55] Yao, L.H., JIANG, Y.M., SHI, J., TOMS –BARBERAN , F.A., DATTA, N., SINGANUSONG , R. et CHEN, S. S. (2004). *Flavonoids in Food and Their Health Benefits. Plant Food Hum. Nutr, 59 : 113-122.*
- [56] MICHEL JULIEN (2012): *Classification et influences des polyphénols du bois de chêne sur la qualité sensorielle des vins (Application du procédé Oakscan)*. Thèse DOCTORAT DE L'UNIVERSITE BORDEAUX 2 France.

- [57] **GUILAUME LEGRAND** (2015) : *contribution à la caractérisation du métabolisme des acides chlorogéniques chez la chicorée : approches biochimique et moléculaire*. Thèse de doctorat en fonction biologique. L'université de Lille 1.
- [58] **KONE KOUWELTON PATRICK FRANCK OLIVIER** (2015):*application des techniques de chromatographie et de spectroscopie dans l'identification des métabolites secondaires de trois plantes antidiabétiques et antihypertensives de la pharmacopée ivoirienne*. Thèse doctorat en Chimie Organique et des Substances Naturelles. L'institut national polytechnique FELIX HOUPHOUËT-BOIGNY EN SCIENCES DES PROCÉDES CHIMIQUES
- [59] **TAHOUE SEKPA FLORENT** (2016). *Procédures d'extraction globale des composés phytochimique pour l'évaluation ana analytique des médicaments à base de plants*. Thèse de docteur en pharmacie. Université Félix Houphouët –Bobigny. République de côte d'ivoire.
- [60] **KADA SEOUSSEN** (2018) : *Recherche d'extraits de plantes médicinales doués d'activités biologiques*. Thèse de doctorat en science. Université Ferhat Abbes, Sétif.
- [61] **BA KHADY, TINE EMMANUEL, DESTAIN JACQUELINE, CISSE NADIAGA & THONART PHILIPPE** (2010). *Étude comparative des composés phénoliques, du pouvoir antioxydant de différentes variétés de sorgho sénégalais et des enzymes amylolytiques de leur malt*. Biotechnol. Agron. Soc. Environ. 2010 14(1), 131-139 (article activité antioxydant).
- [62] **MSOUILAH NABILA** (2018) : *Etude de la composition chimique et des propriétés thérapeutiques traditionnelles et modernes des huiles essentielles et des composés phénoliques de quelques espèces du Nord-est algérien*, thèse de doctorat en Université des Frères Mentouri Constantine 1.
- [63] **BOUSBIA NABIL** (2011) : *Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires*. Thèse de Docteur en Sciences .L'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse & Ecole Nationale Supérieure Agronomique. p12.
- [64] **POIROT Rachel** (2007) : *Méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté à partir de matière végétale*. Thèse de doctorat .université de Toulouse .p8.
- [65] **Leandro Galván D'Alessandro** (2013) : *Eco-procédés pour la récupération sélective d'antioxydants à partir d'Aronia melanocarpa et ses co-produits*. Thèse de doctorat en Ingénierie des fonctions biologiques .Université de Lille 1.
- [66] **GÉLÉBART Bénédicte** (2016) : *Optimisation de l'extraction : en réacteur « batch », de biomasse énergétique à l'aide d'émulsion ultrasoniques de solvants verts*. Université de Sherbrooke (Québec) Canada.p22.
- [67] **BEN AMOR BOUTHAINA** (2008) : *Maîtrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes actifs : texturation par détente instantanée contrôlée (DIC)*. Thèse de doctorat. p3.

- [68] **BENZEGGOUTA NAIROUZ** (2015): *Evaluation des Effets Biologiques des Extraits Aqueux de Plantes Médicinales Seules et Combinées*. Thèse de doctorat. Université Mentouri Constantine. p9.
- [69] **AL ALAM JOSEPHINE** (2017): *Polluants organiques : analyse, application au « monitoring » environnemental et introduction des biopesticides (algues marines) comme alternative*. Thèse de doctorat. p39.
- [70] **CHAABANI EMNA** (2019) : *Eco-extraction et valorisation des métabolites primaires et secondaires des différentes parties de Pistacia lentiscus*. Thèse de doctorat en cotutelle. L'Université de Carthage. p 36.
- [71] **FEKNOUS SOUAD** (2018) : *Screening chimique et étude biologique et pharmacologique d'une plante médicinale, Melissa officinalis L.* these de doctorat en biologie. Université Saad Dahlab - BLIDA 1 -.p43.
- [72] **SAJJADI SEYED MOHAMMAD HOSSEIN** (2013). *Étude des extractions de composés organiques à l'aide de liquides ioniques et nanoparticules d'oxydes de métaux*. Thèse de doctorat en Chimie / Physique. Université de Lorraine. p 38.
- [73] **GUERDOUH AMEL** (2017) : *Effet du Solvant sur L'extraction Liquide-Liquide du Cuivre(II) et du Chrome(III) par L'acide Laurique et La Salicylidèneaniline*. Doctorat en sciences en : Chimie Industrielle. Université Mohamed Khider – Biskra.p22.
- [74] **AIDAOUI AHLEME** (2018) : *Etude Expérimentale et Modélisation de l'effet du sel sur l'équilibre liquide-liquide des systèmes ternaires (Eau + Acide Acétique + Solvant)*. Doctorat en sciences en : Chimie Industrielle. Université Mohamed Khider – Biskra.p19
- [75] **ABE EMURI GRASSIN DELYLE STANILAS, ALVAREZ JEAN CLAUDE** (2010) : *Revue générale : Extraction liquide-liquide : théorie, applications, difficultés Liquid-liquid extraction: theory, applications and difficulties*. Société Française de Toxicologie Analytique 2010: p51-59.
- [76] **TIMEDJEGHDINE MEBARKA** (2016): *ETUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION DES SYSTEMES (EAU + ACIDE CARBOXYLIQUE + SOLVANTS)*. Doctorat LMD en Chimie Industrielle. Université Mohamed Khider – Biskra. p27.
- [77] **BETTAHAR. Z, CHEKNANE. B et BOUTEMAK. K**: *Etude de la transestérification d'un mélange des huiles usagées pour la production du biodiesel*. Revue des Energies Renouvelables Vol. 19 N°4 (2016) 605 – 615.
- [78] **HAMAD BERNA** (2009) : *Transestérification des huiles végétales par l'éthanol en conditions douces par catalyses hétérogènes acide et basique*. Thèse du doctorat. Université Claude Bernard Lyon1.p 10.
- [79] **AWAD SARY** (2011): *Contribution à l'étude de la valorisation énergétique des résidus gras et de leur combustion dans les moteurs à combustion interne*. Thèse de doctorat en Énergétique. Ecole polytechnique de l'Université de Nantes.

- [80] **KHIARI KARIM** (2016): *Contribution à l'étude des propriétés thermo-physiques de biocarburants de deuxième génération et leur influence sur le comportement des moteurs*. Thèse du doctorat. Université Bretagne Loire.
- [81] **NDIAYE EI HADJI IBRAHIMA** (2012): *caractérisation thermophysique des biodiesels : vitesse du son, densité, compressibilité*. Thèse du doctorat en énergétique. Université de PAU et des PAYS de l'ADOUR.
- [82] **AKBI AMINE** (2013): *Les implications du développement des biocarburants*. Thèse du Doctorat en Sciences-Économiques. Université Nice Sophia Antipolis (UNS).
- [83] **TOUATI LOUNIS** (2013), « *Valorisation des grignons d'olive Etude de cas : Essai de valorisation en Biocarburant* », Mémoire de Magister, Université m'hamed bougara-boumerdes,
- [84] **VAITILINGOM GILLES, MOULOUNGUI ZEPHIRIN, BENOIST ANTHONY, BROUST FRANCOIS, DAHO TIZANE et PIRIOU BRUNO** (2021). *Vers une génération plus « verte » de biodiesels. Oilseeds & fats Crops and Lipids. OCL 2021, 28, 2.*
- [85] **RODRIGUEZ MARIA DEL PILAR** (2014). *Production de biodiesel à partir d'une huile modèle de microalgues par voie de catalyse enzymatique hétérogène*.
- [86] **MULUMBA NKONGOLO** (2010). *Production of biodiesel from microalgae*". *University of New Hampshire, Durham*. Master en génie chimique. p3.
- [87] **ALLOUNE RHIAD** (2012) : *Le biodiesel : une source d'énergie propre et prometteuse*. Bulletin des Energies Renouvelables. N° 22.
- [88] **MOHAMED MOUSSA** (2017). *Préparation et caractérisation physicochimique d'un biodiesel à partir d'une huile végétale dénommée oilst*. Diplôme de Master II en Physico-Chimie des Mélanges Complexes Université d'Antananarivo. Madagascar.p7-10.
- [89] **JAHOUACH Wafa** (2009). *Etude des propriétés physico-chimique des huiles d'olive et de grignon d'olive de colorées par des argiles tunisiennes activées aux ondes ultrasonores*. Université de SFAX. Thèse de doctorat en chimie.
- [90] **ALLOUNE RHAID** (2017). *Contribution à la mise au point d'un combustible innovant à base de culture locale non alimentaire pour les moteurs à combustion interne*. Thèse de doctorat en Génie Mécanique. UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES.
- [91] **CHAMOUMI MOSTAFE** (2013). *Optimisation de la production du biodiésel à partir d'huiles De microalgues et d'huiles usées*. Université Sherbrooke (Québec) Canada.P31.
- [92] **BOULAL. A, KHELAFI .M, GAFFOUR .H et BAKACHE. Y** (2016). *Synthèse de biodiesel en utilisant des huiles végétales usagées*. *Revue des Energies Renouvelables Vol. 19 N°3 (2016) 409 – 413.*

- [93] BRODEUR CATHERINE, CLOUTIER JACQUES, CROWLEY DAVID, XAVIER DESMEULES, SYLVAIN PIGEON, ROSALIE MAUDE ST –ARNAUD (2008). *La production de biodiesel à partir de cultures oléagineuses. Centre de référence en agriculture et agroalimentaire du Québec*
- [94] TCHAKBLO ABOÏNA GERARD (2009). *Production de biodiesel par transesterification alcoolique : étude sur réacteur pilote. Mémoire de master en génie énergétique. LABORATOIRE BIOMASSE, ENERGIE ET BIOCARBURANT (LBEB).*
- [95] VAITILINGOM GILLES (2013). *Qualité combustible des biocarburants : influences des caractéristiques particulières des huiles végétales terrestres et marines sur leur comportement en tant que remplaçant des produits pétroliers. Février 2013. Université d'Orléans.*
- [96] OLATOUNDE JULIUS (2020). *Les facteurs déterminants du marché mondial des huiles végétales bioclips actualité bioalimentaire. Vol. 28, n° 1, 21 janvier 2020.*
- [97] VAITILINGOM GILLES (2006). *Utilisations énergétiques de l'huile de coton. Cahiers Agricultures vol. 15, n° 1, janvier-février 2006.*
- [98] BOUGDAH NABIL (2007). *ETUDE DE L'ADSORPTION DE MICROPOLLUANTS ORGANIQUES SUR LA BENTONITE. Magister en chimie. Université 20 Août 55, Skikda*
- [99] BENAMRAOUI FAOUZIA (2014). *Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture. Magister en chimie. Université de Sétif*
- [100] OUIKENE SAMIR, CHEMEUR NAWEL (2015): *Etude comparative entre un adsorbant utilisé à la station de traitement des eaux de Taksebt et des adsorbants préparés à base de grignon d'olive, mémoire de master. Université de Mouloud Mammeri. Tizi Ouzou*
- [101] BOUZIANE NOUZHA (2007). *Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Magister en chimie. Université mentouri de Constantine*
- [102] ETTLILI NABIL (2008). *Procédé d'adsorption avec génération électrothermique pour la capture du dioxyde de carbone en post –combustion. Doctorat en génie de procédé et des produits. Institut National Polytechnique de Lorraine.*
- [103] RECHACHE MUSTAPHA (2019) *.Synthèses et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polymères. Thèse de doctorat en chimie. Université d'Oran.*
- [104] AFNOR (NF), 1982.*Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et alimentation animale dans la région méditerranéenne. Pp: 1- 20.*

- [105] **CISSE MOUHAMADOU LAMINE** (2010). *Caractérisation d'huiles végétales brutes issues d'oléagineux de l'Afrique de l'ouest comme carburant*. Mémoire de Master en Génie Energétique et Industriel. Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement.
- [106] **KAGONE ABDOO-AZIZ** (2014). *Effet du raffinage sur quelques paramètres physico-chimiques de l'huile brute de graines de coton*. Université polytechnique de bobo-dioulasso (UPB),Burkina Faso. p18
- [107] **BOUHADJRA KAHINA** (2011). *Etude de l'effet des antioxydants naturels et synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge*. Magister en chimie. Université Mouloud Mammeri, TIZI-OUZOU. p29.
- [108] **BENRACHOU NORA** (2013). *Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien*. Thèse de doctorat en Biochimie Appliquée. Université Badji Mokhtar Annaba.p24.
- [109] **BENABID HAMIDA** (2009). *Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimiométriques*. Thèse de doctorat en sciences alimentaires. Université Mentouri Constantine.
- [110] **ALI-RACHEDI FAHIMA, MERAGHNI SOUAD, TOUAIBIA NOURHENXE M ET SABRINA**(2018). *Analyse quantitative des composés phénoliques d'une endémique algérienne Scabiosa Atropurpurea sub. Maritima L*. Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège, Vol. 87, articles, p. 13 -21
- [111] **RENAULT EMMANUEL** (2014). *Délignification du bois de châtaignier par une approche de chimie verte. Mise en œuvre et impact sur la structure et le potentiel anti-radicalaire des phyto-polysaccharides extraits*. Thèse de doctorat Chimie Appliquée. Université de Limoges. p50
- [112] **LARIBI RAHIMA** (2015). *Les compose phénolique de quelques variétés de l'huile d'olive algérienne : identification et propriétés*. Université Ferhat Abbas Sétif 1. Thèse de doctorat en biochimie. p29.
- [113] **RIBEREAU –GAYON P.** (1968). *Les composés phénoliques des végétaux*. Edition Dunod. Paris

- [114] **YADAV MANJULIKA, CHATTERJI SANJUKTA, KUMAR GUPTA SHARAD AND WATAL GEETA** (2014). *PRELIMINARY PHYTOCHEMICAL SCREENING OF SIX MEDICINAL PLANTS USED IN TRADITIONAL MEDICINE*. International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences. Vol 6, Issue 5, 2014
- [115] **BOUGHRARA BOUDJEMA** (2016): *Inventaire et étude ethnobotanique et chimique des plantes à intérêts thérapeutique et nutritif du Parc national El- kala*, thèse de doctorat en science d'université Badji Mokhtar ANNABA
- [116] **SAFFIDINE KARIMA** (2015). *Etude analytique et biologique des flavonoïdes extraits de Carthamus caeruleus L. et de Plantago major L.* thèse de doctorat en microbiologie. universite Ferhat Abbas 1.p43.
- [117] **Choi Y.M., Noh D.O., Cho S.Y., Suh H.J., Kim K.M., and Kim J.M.** (2006). *Antioxidant and antimicrobial activities of propolis from several regions of Korea*. LWT. 39:756-761.
- [118] **ZARROUQ BTISSAME** (2010). *Etude phytochimique et activité antibactérienne d'Anabasis aretioides*. Mémoire de master en Sciences Biologiques et Santé Université Sidi Mohammed Ben Abdellah, Fès.maroco. p41.
- [119] **GNAOUI SAID AHMED** (2018). *Séparation de Vert Malachite à partir de Solution Aqueuse par des Argiles Modifiées*. Magister en génie des matériaux. Université de Mostaganem.
- [120] **Porkodi. K, Vasanth Kumar. K** (2007). *Equilibrium, kinetics and mechanism modeling and simulation of basic and acid dyes sorption onto jute fiber carbon: Eosin yellow, malachite green and crystal violet single component systems* .Journal of Hazardous Materials 143 (2007) 311.
- [121] **CASTELLINI E, ANDROID R, MALAVASI G, PEDONE A** (2008). *Deflocculant effects on the surface properties of kaolinite investigated through malachite green adsorption*.Colloids and Surfaces A Physicochemical and Engineering Aspects 329:31-37. October 2008
- [122] **Nur Syukriah, A.R., Liza, M.S., Harisun, Y & Fadzillah, A.A.M.** (2014). *Effect of solvent extraction on antioxidant and antibacterial activities from Quercus infectoria (Manjakani)*. International Food Research Journal, 21(3), 1067-1073.
- [123] **DERRARDJA ALLA EDDINE** (2014). *Impact de deux procédés technologiques (jus et confiture) et du séchage sur les polyphénols et les caroténoïdes de l'abricot*. Magister en sciences alimentaires. UNIVERSITE CONSTANTINE

- [124] **BOULKROUNE HASNA** (2018). *L'oléiculture en petite Kabylie: améliorer la qualité du produit participe au développement durable de la filière*. Thèse de DOCTORAT EN: AGRONOMIE. Université Ferhat Abbas Sétif 1.
- [125] **RAHMANI M.** (1989). *Mise au point sur le rôle des pigments chlorophylliens dans la photooxydation de l'huile d'olive vierge*. *Olivae*. 26 : 30-32.
- [126] **BEN TEKAYA IMENE, HASSOUNA MNASSER** (2007). *Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne*. *OCL VOL. 14 N° 1 JANVIER-FÉVRIER 2007*
- [127] **AYENI, M.J., OYEYMI, S.D., KAYODE, J., PETER, G. P**(2015). *Phytochemical, Proximate and Mineral Analyses of the Leaves of Gossypium hirsutum L. and Momordica charantia L.* *Journal of Natural Sciences Research* .Vol.5, No.6, 2015
- [128] **ADE-ADEMILUA O.E and OKOPLA M.O**(2018). *Gossypium hirsutum L. and Gossypium barbadense L.: differences in phytochemical contents; antioxidant and antimicrobial properties* .*ife journal of science* vol.20, no.1
- [129] **MONIKA PATEL and R. P. MISHRA** (2018). *Estimation of total phenol and flavonoids contents of Gossypium herbaceum*. *world Journal of Pharmaceutical Research*. Volume 7, Issue 3, 1615-1622.
- [130] **TANOUTI K., SERGHINI –CAID H., CHAIEB E BENALI A ., HARKOUS M, ELAMRANI A** (2011). *Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le maroc oriental*. *LES TECHNOLOGIES DE LABORATOIRE - 2011, Volume 6, N°22*
- [131] **MERCADER A.G., DUCHOWICZ P.R., FERNÁNDEZ F.M., CASTRO E.A., BENNARDI D.O., AUTINO J.C., ROMANELLI G.P.**,(2008). *QSAR prediction of inhibition of aldose reductase for flavonoids*. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 16: 7470–7476.
- [132] **MERCADER A.G., DUCHOWICZ P.R., FERNÁNDEZ F.M., CASTRO E.A., BENNARDI D.O., AUTINO J.C., ROMANELLI G.P.**,(2008). *QSAR prediction of inhibition of aldose reductase for flavonoids*. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 16: 7470–7476.
- [133] **CUSHNIE T., LAMB A.J.**, (2005). *Antimicrobial activity of flavonoids*. *International Journal of Antimicrobial Agents*, 26: 343–356

- [134] POKORNY J., YANISHLIEVA N., GORDON M. (2001). *Antioxydants in food, Practical applications*. Woolhead Publishing Limited, ISBN: 185573-463X
- [135] MIGUEL, M. G., S. NUNES, et al. (2014). "Phenols, flavonoids and antioxidant activity of aqueous and methanolic extracts of propolis (*Apis mellifera* L.) From Algarve, South Portugal." *Food Science and Technology (Campinas)* **34**(1): 16-23,19p.
- [136] DJERIDANE, A., M. YOUSFI, et al. (2007). "Screening of some Algerian medicinal plants for the phenolic compounds and their antioxidant activity." *European Food Research and Technology* **224**(6): 801-809,807p.
- [137] PONCE A.G; FRITZ .R; DEL VALLE . C; et ROURA .S.I(2013). *Antimicrobial activity of oils on the native microflora of organic swiss chard*. Society of food science and technology (Elsevier). 36: 679-984, 2003
- [138] Dib, M. E. A., Allali, H., Bendiabdellah, A., Meliani, N., & Tabti, B (2013). *Antimicrobial activity and phytochemical screening of Arbutus unedo L*. Journal of Saudi Chemical Society, 17(4), 381-385.
- [139] ESSAWI T, SROUR M (2000). *Screening of some Palestinian medicinal plants for antibacterial activity*. J Ethnopharm 70:343–9
- [140] Cushnie TP, Hamilthoh VES, Lamb AJ. *Microbiol. Res.* 2003; 158(4):281-289
Debuigue.G, 1972, *Dictionnaire des plantes qui guérissent*, Paris, Larousse, 256 p.
- [141] AIT-OUAZZOU A,LORAN S (2011) .*Chemical composition and antimicrobial activity of essential oils of Thymus algeriensis, Eucalyptus globulus and Rosmarinus officinalis from Morocco*. J Sci Food Agricult 91(14):2643–51.doi: 10.1002 / jsfa.45
- [142] BURT S (2004) *Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods-a review*. Internat J Food Microbiol 94:223doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2004.03.0253.
- [143] TEHAMI, W. (2017). *Caractérisation Phytochimique Et Evolution Du Potentiel Antioxydant, Antimicrobien Et Anti-Inflammatoire De Salvia Argentea (Thèse De Doctorat)*. Université Djilali Liabes, Sidi Bel Abbes.
- [144] ANASTOPOULOS. G, Dodos. G.S, Kalligeros. S, Zannikos. F (2012). *Biodiesel Production by Ethanolysis of Various Vegetable oils Using Calcium Ethoxide as Solid Base Catalyst*. International Journal of Green Energy 10(5)
- [145] **NORME POUR LES HUILES VÉGÉTALES PORTANT UN NOM SPÉCIFIQUE**
CODEX STAN 210-1999

[146] ATTOUTI SALIMA (2013). *Activation de deux algues méditerranéennes par diverses méthodes pour l'élimination de colorants*. Thèse de doctorat en chimie. Université Abdelhamid Iben badis de Mostaganem.

Cite électronique

[E1] https://www.academia.edu/37637004/Evolution_of_Cotton

[E2] https://www.slideshare.net/alamin_pau/cotton-cotton-with-reactive-dyes-pdf

[E3] <https://www.verywellfit.com/cottonseed-oil-nutrition-facts-calories-carbs-and-health-benefits-4165691>

[E4] <https://www.mobility-observatory.arval.fr/les-biocarburants-de-3ème-génération>

Annexe

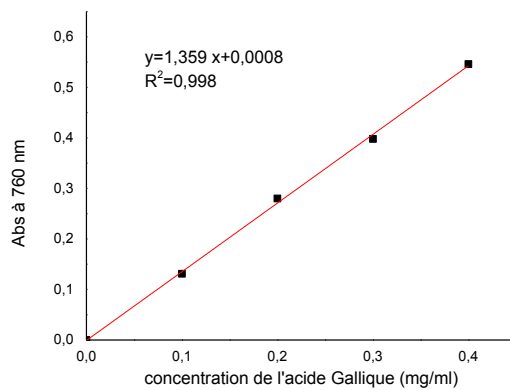
Annex 1: pH mater



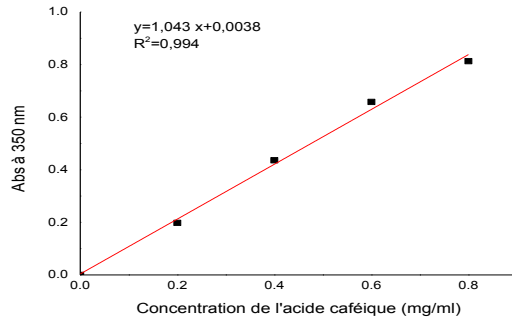
Annex 2: Spectrophotomètre UV visible de type Thermo Fisher Scientific (UviLine 9400C).



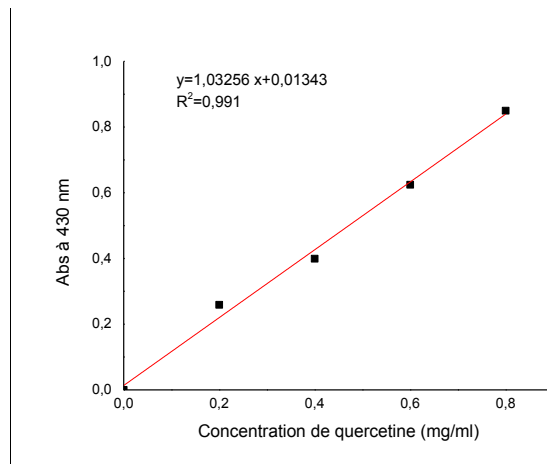
Annexe 3: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des composés phénoliques



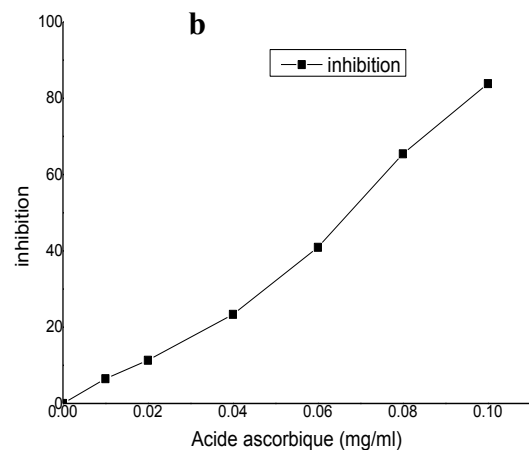
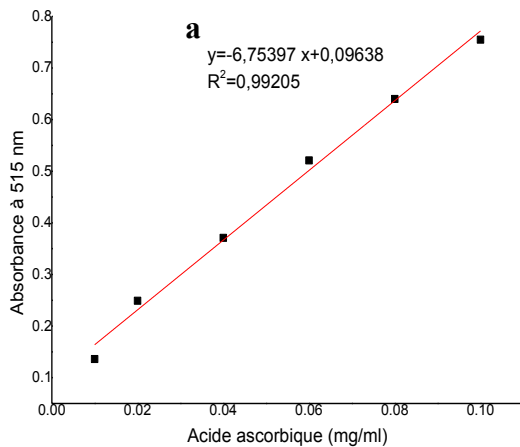
Annexe 4: Courbe d'étalonnage de l'acide caféique pour le dosage des Dosage des Ortho-diphénol



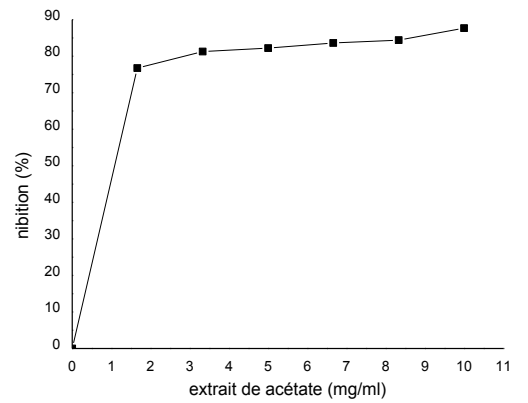
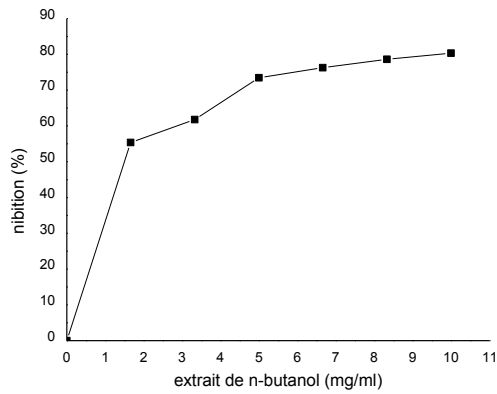
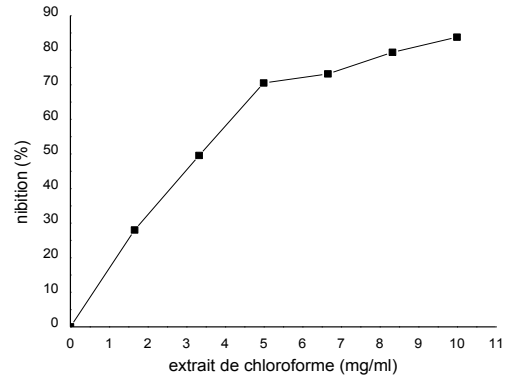
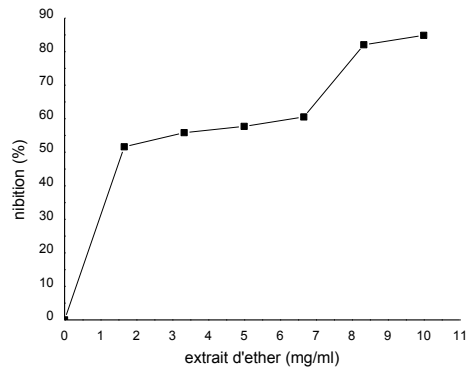
Annexe 5: Courbe d'étalonnage de la quercétine pour le dosage des Dosage des flavonoïdes



Annexe 6: (a) Courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique (b) Pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de l'acide ascorbique



Annexe 7: Activité antioxydant



Annexe 8: effet antimicrobienne :

