

N° d'ordre :

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : *CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT*

THEME

**Valorisation du Marc de Café par Extraction des
Polyphénols et Préparation de Charbon Actif**

Présenté par : **BARA Sofiane**

Soutenu publiquement, le 12/11/2023 devant le Jury composé de :

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Affiliation</i>	<i>Qualité</i>
<i>OUKACHA Djamilia</i>	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Présidente</i>
<i>KHIAR Chahinaz</i>	<i>MCB</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Encadrante</i>
<i>FERRAG Fatiha</i>	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Examinatrice</i>
<i>AIDER Nadia</i>	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Co-encadrante</i>
<i>IDRIS Imane</i>	<i>MCB</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Co-encadrante</i>
<i>HAMLIL Nouara</i>	<i>Professeur</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Responsable du CATI (Brevet)</i>
<i>AMIROU Ahmed</i>	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Responsable de l'incubateur</i>
<i>BENHADJI Achour</i>	<i>Gérant</i>	<i>SACHIM</i>	<i>Expert externe</i>

Remerciements

Mes sincères remerciements vont à : Mon encadrante, Madame **KHIAR Chahinaz** pour avoir accepté de diriger ce mémoire ainsi que pour son aide et ses précieux conseils, aussi, je remercie infiniment Madame **AIDER Nadia** ma co-encadrante qui a été également mon enseignante pour son aide précieuse lors de la réalisation de ce travail. Mes remerciements sont adressés aussi à Madame **Idris Imane** qui a participé aussi à l'aboutissement de ce travail.

Je tiens à adresser ma vive reconnaissance au personnel du laboratoire pédagogique du département de chimie, au personnel des laboratoires de recherche de physique et chimie des matériaux (LPCM) et le laboratoire de chimie analytique du département de pharmacie (faculté de médecine). Sans oublier Madame **BOUABDALLAH Saliha**, Monsieur **MARZOUK Tahar**, le Professeur **CHAOUCHI Ahcène** ainsi que le Professeur **MAMOU Marzouk**.

Je suis très honoré que Madame **OUKACHA Djamila** (MCA) ait accepté de présider ce jury de soutenance et Madame **FERRAG Fatiha** (MCA) qui a bien voulu examiner mon travail.

Je tiens également à remercier le Professeur **HAMLIL Nouara** (présidente du CATI) d'avoir été disponible tout au long de ce processus de la réalisation de ce projet qui s'inscrit dans le cadre d'une STRATUP. Mes vifs remerciements vont aussi à Monsieur **AMIROU Ahmed** et Monsieur **BENHADJI Achour** qui ont accepté d'examiner ce travail en faisant partie de cette commission.

J'adresse mes remerciements à ma famille, mes amis, mes enseignants et à ma promotion chimie de l'environnement (2022/2023).

Dédicaces

A mes chers parents.

Sommaire

Remerciements

Dédicace

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des schémas

Liste des tableaux

Introduction générale..... 1

Chapitre I : Le marc de café et sa valorisation

I. DEFINITION ET COMPOSITION DU MARC DE CAFE 4

I.1. Composition chimique 4

I.2. Propriétés physiques 5

II. STATISTIQUES SUR LE CAFE ET LE MARC DE CAFE 6

III. IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX 7

IV. LES DIFFERENTES UTILISATIONS/VOIES DE VALORISATION DU MARC DE CAFE 7

IV.1. Compostage 8

IV.2. Substrat pour la culture des champignons comestibles 9

IV.3. Production de biocarburant 9

IV.4. Synthèse de composés chimiques 9

Chapitre II : Extraction des polyphénols

I. LES POLYPHENOLS 10

I.1. Définition et classification des polyphénols 10

I.2. Importance des polyphénols sur la santé 11

II. LES POLYPHENOLS DANS LE MARC DE CAFE 12

III. METHODES D'EXTRACTION DES POLYPHENOLS 12

III.1. La macération 13

III.2. L'extraction par Soxhlet 13

III.3. La décoction 14

III.4. Autres méthodes d'extraction 15

IV. METHODES DE DOSAGE ET D'IDENTIFICATION DES COMPOSES PHENOLIQUES...16

Chapitre III : Charbon actif et adsorption

I. LE CHARBON ACTIF	17
I.1. Définition	17
I.2. Structure et porosité d'un charbon actif.....	17
I.2.1 Structure de charbon actif	17
I.2.2. Porosité du charbon actif.....	18
II. UTILISATION DES CHARBONS ACTIFS	19
II.1. Domaine médical	19
II.2. Traitement des gaz polluants	19
II.3. Traitement des eaux	19
III. METHODES ET ETAPES DE PREPARATION DU CHARBON ACTIF.....	20
III.1. La carbonisation (la pyrolyse).....	21
III.2. L'activation	22
III.2.1. L'activation physique	22
III.2.2. L'activation chimique.....	22
IV. L'ADSORPTION.....	23
IV.1. Type d'adsorption	23
IV.1.1. Adsorption chimique	23
IV.1.2. Adsorption physique	24
IV.2. Facteurs influençant l'adsorption.....	24
IV.2.1. Nature de l'adsorbant et de l'adsorbant.....	24
IV.2.2. Température	25
IV.2.3. Taille des pores et surface spécifique	25
IV.2.4. pH et propriétés électrochimiques.....	25
IV.2.5. Concentration de l'adsorbant	25
IV.3. Cinétique d'adsorption.....	25
IV.3.1. Pseudo premier ordre	25
IV.3.2. Pseudo deuxième ordre	26
IV.4. Isothermes d'adsorption.....	26
IV.4.1. Classification des isothermes d'adsorption	26
IV.4.2. Modélisation des isothermes d'équilibre d'adsorption	29
a- Modèle de Langmuir	29

b- Modèle de Freundlich	29
-------------------------------	----

Chapitre V : Extraction et dosage des composés phénoliques

I. RENDEMENT D'EXTRACTION DES COMPOSES PHENOLIQUES.....	32
II. DOSAGE ET IDENTIFICATION DES COMPOSES PHENOLIQUES.....	33
II.1. Analyse des composés phénoliques par spectrophotométrie UV-visible	33
II.1.1. Estimation de la teneur en polyphénols totaux.....	33
II.1.2. Estimation de la teneur en flavonoïdes totaux.....	35
II.2. Analyse des composés phénoliques par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)	36
II.2.1. Chromatogrammes des étalons	36
II.2.2. Résultats des analyses des échantillons	36
II.2.3. Quantification des résultats d'analyses des échantillons.....	38

Chapitre VI : Caractérisation et adsorption sur charbon actif

I. CARACTERISATION DES CHARBONS ACTIFS.....	42
I.1. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	42
I.2. Spectroscopie infrarouge (FTIR)	43
I.3. Analyse de surface par la méthode BET.....	47
II. ETUDE DE L'ADSORPTION.....	49
II.1. pH point zéro	49
II.2. Influence de quelques paramètres sur l'adsorption de Maxilon bleu GRL	50
II.2.1. Effet de temps de contact.....	50
II.2.2. Effet de la concentration initiale de Maxilon Bleu GRL.....	51
II.2.3. Effet du pH	52
II.3. Étude de la Cinétique d'Adsorption et Analyse des Paramètres des Isothermes d'Adsorption	53
II.3.1. Les isothermes d'adsorption -Application du modèle de Langmuir et Freundlich	53
II.3.2. Etude cinétique de l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur le CA (H ₃ PO ₄)	55

Chapitre VII : Stratégie d'élaboration du projet Startup

I. PRESENTATION DU PROJECT.....	58
I.1. L'idée du projet (solution proposée).....	58
I.2. Les valeurs proposées	59
I.3. L'équipe de travail	60

II. OBJECTIFS ET ESTIMATIONS DU PROJET	60
II.1. Objectifs Commerciaux	61
II.1.1. Court Terme (0-12 mois)	61
II.1.2. Moyen Terme (1-3 ans)	61
II.1.3. A Long Terme	61
II.2. Estimation de la Part du Marché Cible	62
III. DOMAINES D'INNOVATION	62
IV. ANALYSE STRATEGIQUE DU MARCHÉ.....	63
IV.1. Le segment du marché	63
IV.2. Mesure de l'intensité de la concurrence	64
IV.3. La stratégie marketing	64
V. Plan de production et d'organisation	64
VI. DETERMINER LA POLITIQUE D'ACHAT	65
VI.1. Déterminer les fournisseurs les plus importants	65
VI.2. Déterminer la politique de paiement et les délais de réception.....	66
VII. LES PRINCIPAUX PARTENAIRES.....	66
VIII. PLAN FINANCIER.....	67
VIII.1. Coûts et frais.....	67
VIII.2. Le chiffre d'affaires.....	67
VIII.3. Les Comptes de résultats escomptés	67
VIII.4. Le Plan de trésorerie.....	68

Résumé

Liste des abréviations

°C : Degré Celsius

Å : Angström

BET : Méthode de Brunauer, Emmett et Teller

C : Concentration

CA : Charbon actif préparé à partir de marc de café séché

CAR : Charbon actif préparé à partir de marc de café récupéré de l'extraction par soxhlet

Cm : Centimètre

FTIR : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

g : Gramme

µg : microgramme

K : Degré Kelvin

L : Litre

Ln : Logarithme népérien

m : Masse

M : Molarité

MC : marc de café séché

MCR : marc de café récupéré de l'extraction par soxhlet

MEB : Microscopie électronique à balayage

min : Minutes

mL : Millilitre

mol : Mole

pH : Potentiel hydrogéné

pH_{pcz} : Potentiel hydrogène du point de charge zéro

t : Temps

UV-V : Rayonnement ultraviolet-visible

V : Volume

Liste des figures

Figure I.1. Marc de café	4
Figure I.2. Grain de marc de café prise par microscopie électronique à balayage (MEB).	5
Figure I.3. Histogramme de la consommation du café au sein de la société algérienne.	6
Figure II.1. Classification des polyphénols.....	11
Figure II.2. Montage de l'extraction par macération.....	13
Figure II.3. Montage de l'extraction par Soxhlet.	14
Figure II.4. Montage de l'extraction par décoction.....	14
Figure III.1. Aspect physique du charbon actif.	17
Figure III.2. Représentation schématique de la structure du charbon actif	18
Figure III.3. Représentation à l'échelle de la porosité d'un adsorbant.	18
Figure III.4. Phénomène d'adsorption sur un grain de charbon actif.	23
Figure III.5. Classification des isothermes d'adsorption par l'IUPAC.....	27
Figure III.6. Les types d'isothermes d'après Giles.	28
Figure V.1. Rendements d'extraction des composés phénoliques dans différents extraits de marc de café.....	32
Figure V.2. Estimation de la teneur en polyphénols totaux dans différents extraits de marc de café.	34
Figure V.3. Estimation de la teneur en flavonoïdes totaux dans les différents extraits du marc de café.	35
Figure V.4. Chromatogramme de l'extrait de MC par macération dans l'éthanol 100%.	38
Figure V.5. Estimation de la teneur en acide caféique dans les différents extraits issus du marc de café.....	38
Figure V.6. Estimation de la teneur en acide cinnamique dans différents extraits de marc de café.	39
Figure V.7. Estimation de la teneur en quercétine dans différents extraits de marc de café...	40
Figure VI.1. Clichés de MEB pour (A). MC(H ₃ PO ₄) et (B). MCR (H ₃ PO ₄).....	42
Figure VI.2. Clichés de MEB pour (A). CAR(H ₃ PO ₄) et (B). CA(H ₃ PO ₄).	43
Figure VI.3. Spectres infrarouges des charbons actifs et les Marc de café activés avec H ₃ PO ₄	44
Figure VI.4. Spectres infrarouge des charbons actifs et les Marc de café activés avec KOH	45
Figure VI.5. Isotherme d'adsorption de N ₂ sur le charbon CA(H ₃ PO ₄).	47
Figure VI.6. Isotherme d'adsorption de N ₂ sur les charbons CA(KOH) et CAR(KOH).	48

Figure VI.7. Détermination du pH_{PCZ} pour $CA(H_3PO_4)$	49
Figure VI.8. Courbes d'étalonnages de Maxilon Bleu GRL.....	50
Figure VI.9. Effet du temps de contact sur l'adsorption de Maxilon Bleu GRL	50
Figure VI.10. Effet de la concentration initiale de Maxilon Bleu GRL sur l'adsorption par le par le CA (H_3PO_4), masse de CA (H_3PO_4) = 0,5 g, $pH=6.5$, $T=25\text{ }^\circ\text{C}$ et $v = 250\text{ tr/min}$).	51
Figure VI.11. L'influence du pH sur l'adsorption Maxilon Bleu GRL	52
Figure VI.12. Isotherme de Langmuir pour l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4).....	53
Figure VI.13. Isotherme de Freundlich pour l'adsorption de Bleu de Maxilon GRL.....	54
Figure VI.14. Cinétique du pseudo premier ordre de l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4).	55
Figure VI.15. Cinétique de pseudo deuxième ordre de l'adsorption de Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4).	55

Liste des schémas

Schéma I.1. Les différentes voies de valorisation du marc de café.....	8
Schéma III.1. Résumé des étapes de préparation du charbon actif.....	21
Schéma VII.1. Plan de production	65

Liste des tableaux

Tableau I.1. Les principaux composants du marc de café.	4
Tableau I.2. Les principaux minéraux présents dans le marc de café.....	5
Tableau I.3. Propriétés physiques du marc de café.....	5
Tableau II.1. Différentes méthodes d'extraction des polyphénols de marc de café.	15
Tableau III.1. Comparaison des propriétés entre l'adsorption physique chimique	24
Tableau III.2. Equations des modèles de la cinétique d'adsorption.....	26
Tableau III.3. Equations des modèles des isothermes d'équilibre d'adsorption.	30
Tableau V.1. Composés identifiés dans les extraits du marc de café.....	37
Tableau VI.1. Attribution des bandes de vibration les marcs de café activés avec H_3PO_4 et les charbons actifs issus.	44
Tableau VI.2. Attribution des bandes de vibration le marc de café MC (KOH) activé avec KOH et les charbons actifs obtenus.	46
Tableau VI.3. Attribution des bandes de vibration du marc de café MCR (KOH) activé avec KOH et les charbons actifs obtenus.	46
Tableau VI.4. Paramètres de surface des différents charbons actifs CA préparés.....	48
Tableau VI.5. Paramètres des isothermes d'adsorption du Bleu de Maxilon.....	54
Tableau VI.6. Paramètres cinétiques d'adsorption de Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4)	54

Introduction générale

Introduction générale

Dans un monde confronté à des défis environnementaux croissants et à une préoccupation croissante pour la durabilité, il est impératif de trouver des solutions innovantes pour valoriser les déchets organiques. Étant l'une des boissons les plus populaires au monde, la consommation de café produit des grandes quantités de déchets tels que le marc de café.

Les décharges de marc de café émettent 28,6 millions de tonnes de CO₂ équivalents annuellement, ce qui est comparable à 10,6 millions de litres de carburant diesel brûlé. La décomposition de marc de café libère du méthane dans l'atmosphère ; le méthane est le deuxième gaz à effet de serre le plus abondant et a un potentiel de réchauffement climatique jusqu'à 43 fois supérieur à celui du CO₂ [1]. De plus, des quantités importantes du marc de café sont générées et constituent une source significative de déchets agro-alimentaires. De tels sous-produits correspondants à cette perte sont pourtant susceptibles de présenter un intérêt économique non négligeable. Il s'avère, ainsi, important de valoriser de tels déchets.

Pourtant riche en composés organiques, plus de 700 composés restent insolubles et non extractibles lors de la préparation du café tels que des protéines, des glucides, des tanins, des fibres, de la caféine, de la cellulose, des composés azotés non protéiques, des acides gras, des acides aminés, des polyphénols, des minéraux, de la lignine et des polysaccharides. Ces composants ont été prouvés comme étant de haute qualité, et possédant des propriétés physiques supérieures qui doivent être exploitées de manière appropriée [2].

Le marc de café peut être recyclé de différentes manières. En effet, le marc de café est une source importante de composés phénoliques, tels que les acides chlorogéniques, mais aussi d'acides non phénoliques, tels que la caféine et la trigonelline. Les phénols, bien qu'ils soient toxiques pour les micro-organismes, sont considérés comme des composés précieux, car ils présentent diverses activités physiologiques telles que des propriétés anti-oxydantes, antimicrobiennes, antimutagènes, anti-inflammatoires et antiallergiques. Ils sont actuellement utilisés dans les domaines de la biologie, de la médecine, l'industrie alimentaire, pharmaceutique, cosmétique et chimique [3].

La valorisation du marc de café par modification en charbon activé a été également conçu comme un adsorbant peu coûteux ayant le potentiel de concurrencer les charbons commerciaux [4] pour la dépollution des effluents générés par diverses industries, notamment, l'élimination des colorants textiles.

Cette étude se concentre sur l'exploration de méthodes innovantes pour valoriser cette matière largement disponible et possédant un grand potentiel chimique cela par extraction des

Introduction générale

polyphénols emmagasinés dans le marc de café suivie d'une préparation de charbon actif à partir de la matière résiduelle. Ce double aspect présente un intérêt majeur, car il permet d'un côté de tirer profit des molécules bioactives présentes dans cette matière et puis synthétiser un adsorbant ce qui garantit l'élimination totale de ce déchet.

Ce travail consiste d'abord à réaliser différentes extractions en utilisant une variété de solvants et en analysant qualitativement et quantitativement les résultats de ces extractions pour étudier les différents paramètres influençant ce processus et opter pour les meilleures conditions pour concevoir une extraction optimisée. De plus, nous examinerons le processus de synthèse du charbon actif à partir des résidus de cette extraction, en évaluant ses propriétés physico-chimiques et en étudiant son adsorption d'un colorant textile ainsi que les paramètres influençant cette adsorption.

Ainsi, ce manuscrit est partagé en deux parties, chacune comprenant trois chapitres dont la première partie est consacrée à une étude bibliographique non exhaustive sur les différents éléments clés de cette étude, à savoir le marc de café, les polyphénols et le charbon actif.

Dans la partie expérimentale, le chapitre quatre est dédié à la description détaillée des démarches expérimentales appliquées lors de la réalisation de ce travail.

Le cinquième et le dernier chapitre sont consacrés à la description et la discussion des résultats expérimentaux obtenus.

Au final, ce manuscrit sera clôturé par une conclusion générale qui résumera l'essentiel du travail réalisé et des résultats obtenus.

Cette étude est réalisée dans le cadre de l'arrêté ministériel n° 1275 visant à donner une véritable existence à cette approche, en analysant la possibilité de création d'une startup. Ceci dans le but d'intégrer l'économie circulaire, de contribuer au rebondissement économique de notre pays et de faire partie d'une solution environnementale.

Introduction générale

- [1] Lauberts, M.; Mierina, I.; Pals, M.; Latheef, M.A.A.; Shishkin, A. (2023). Spent Coffee Grounds Valorization in Biorefinery Context to Obtain Valuable Products Using Different Extraction Approaches and Solvents. *Plants*, 12, 30-44
- [2] Atabani, A. E., Al-Muhtaseb, A. H., Kumar, G., Saratale, G. D., Aslam, M., Khan, H. A., ... Mahmoud, E. (2019). Valorization of spent coffee grounds into biofuels and value-added products: Pathway towards integrated bio-refinery. *Fuel*, 254, 115640-115660.
- [3] Nikoletta Solomakou, Anastasia Loukri, Panagiota Tsafrakidou, Alexandra-Maria Michaelidou, Ioannis Mourtzinou, Athanasia M. Goula, (2022), Recovery of phenolic compounds from spent coffee grounds through optimized extraction processes. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 25,100592, 2352-5541.
- [4] Figueroa Campos, G.A.; Perez, J.P.H.; Block, I.; Sagu, S.T.; Saravia Celis, P.; Taubert, A.; Rawel, H.M. (2021). Preparation of Activated Carbons from Spent Coffee Grounds and Coffee Parchment and Assessment of Their Adsorbent Efficiency. *Processes*, 9, 1396-1414

Chapitre I

Le marc de café et sa valorisation

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

Dans ce chapitre, seront exposées les nombreuses façons dont le marc de café peut être transformé en une ressource précieuse grâce à une variété de méthodes de valorisation. Nous explorerons en détail quelques voies possibles pour valoriser le marc de café et mettrons en lumière leur potentiel considérable.

I. DEFINITION ET COMPOSITION DU MARC DE CAFE

Le marc de café est une poudre marronne du reste de l'infusion de café (Figure I.1). Il est composé de plusieurs constituants dont la valorisation peut avoir un intérêt considérable sur plusieurs plans.



Figure I.1. Marc de café

I.1. Composition chimique

Plus qu'un déchet, le marc de café renferme une large gamme de composés, constituée essentiellement de polysaccharides (cellulose), protéines, lipides, polyphénols et de minéraux (potassium, phosphore, magnésium...) [1]. Les tableaux ci-dessous (I.1. et I.2) représentent les principaux constituants contenus dans le marc de café [2-3].

Tableau I.1. Les principaux composants du marc de café.

Composants	Quantités (%)
Cellulose	8,6 ± 1,8
Hémicellulose	36,7 ± 5,0
Protéine	13,6 ± 3,8
Polyphénols totaux	1,5 ± 1,0
Sucres totaux	8,5 ± 1,2
Substance pectique	0,01 ± 0,005
Lignine	0,05 ± 0,05
Tanins	0,02 ± 0,1
Caféine	0,02 ± 0,1

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

Tableau I.2. Les principaux minéraux présents dans le marc de café.

Minérale	Quantités (g/kg)
Potassium	3,54
Phosphore	1,47
Magnésium	1,29
Calcium	0,77
Aluminium	0,27

I.2. Propriétés physiques

Les propriétés physiques du marc de café englobent des aspects tels que la teneur en humidité, le diamètre des grains et la densité (Figure I.2) [4]. Ces caractéristiques jouent un rôle clé dans la détermination de la structure et de la manipulation de ce matériau.

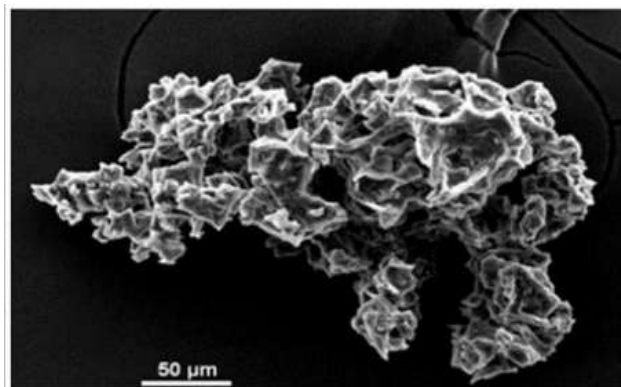


Figure I.2. Grain de marc de café prise par microscopie électronique à balayage (MEB).

Les grains de marc de café ne possèdent pas de micropores, ainsi, peu importe le taux d'humidité, la taille des pores est d'environ 10 µm (Tableau I.2.) [4]. Toutefois, cette porosité peut être augmentée si nécessaire en diminuant la cristallinité du marc de café en dégradant sa matrice cellulose-lignine [5-6].

Le tableau I.2 résume l'essentiel des propriétés physiques constituant le marc de café [7-8].

Tableau I.3. Propriétés physiques du marc de café.

Caractéristiques	Valeurs
Teneur en humidité	55-80 %
Conservation	Méthodes requises pour préserver la qualité, entraînant éventuellement des coûts de transport supplémentaires
Diamètre des grains (secs)	50-100 µm

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

Augmentation du diamètre	Liée à l'humidité
Angle de talus	Constant, indépendamment de l'humidité
Impact de l'angle de talus	Détermine l'espace de stockage nécessaire après la récupération
Densité apparente	Environs 0,42 g/cm ³
Densité réelle	Environs 1,16 g/cm ³
Porosité	Environs 10 μm

II. STATISTIQUES SUR LE CAFE ET LE MARC DE CAFE

Le café est l'une des boissons les plus consommées dans le monde, il se classe même troisième boisson après l'eau et le thé. Par conséquent, la consommation mondiale de café a augmenté de 4,2 % pour atteindre 175,6 millions de sacs au cours de l'année caféière 2021/2022. Elle devrait augmenter de 1,7 % pour atteindre 178,5 millions de sacs au cours de l'année caféière 2022/2023 [6]. Ainsi, l'équivalent de 6 millions de tonnes de déchets de marc de café sont générés par an dans le monde [9].

En Algérie, d'après de récentes statistiques, l'importation du café a atteint 261,23 millions de dollars en 2019 [10]. L'histogramme ci-dessous illustre une étude menée sur une population de 100 sujets visant à étudier la consommation du café au sein de la société algérienne [11].

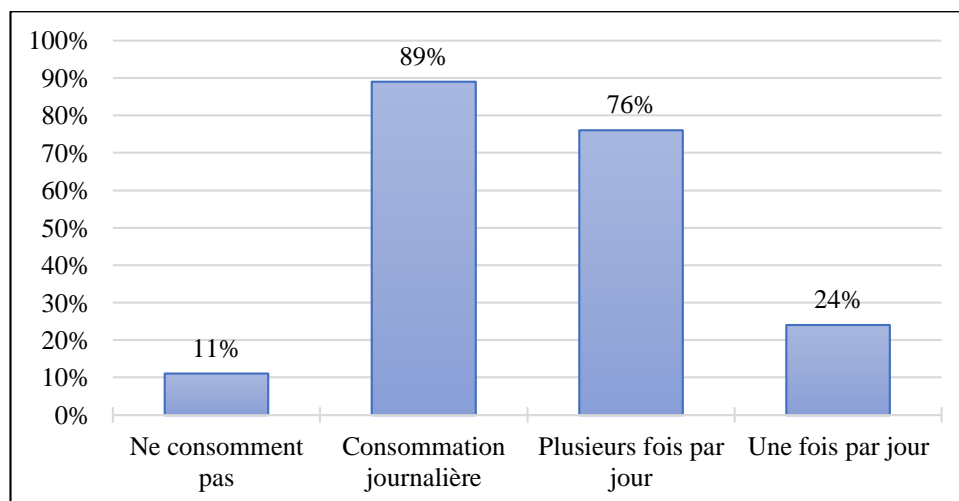


Figure I.3. Histogramme de la consommation du café au sein de la société algérienne.

Avec de tels taux, cette étude a démontré que la consommation du café en Algérie est des plus importantes, sachant que selon l'Institut International de Caféologie, un kilo de café produit

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

génère 1.2 kilo de déchets. Par conséquent, en Algérie, une quantité considérable de marc de café « déchet » est engendrée ou jetée.

III. IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX

Le marc de café est un produit contenant énormément de composés, dont la caféine, des tanins et des polyphénols. Ces composés à caractère écotoxique ne doivent pas se retrouver dans la nature, particulièrement dans les cours d'eau. En effet, le marc de café crée alors une forte demande en oxygène, ce qui engendre une forte consommation de l'oxygène dissous dans l'eau, ceci menace sensiblement les organismes aquatiques [12].

Également, d'après un rapport publié sur le site de la Convention-Cadre des Nations Unies sur les Changements Climatiques (CCNUCC), le café une fois consommé, est brûlé ou jeté et notre mode de consommation n'est pas sans conséquences pour la planète. En effet, le non-recyclage du marc de café entraîne un rejet de méthane et de dioxyde de carbone, des gaz à effet de serre dans l'atmosphère.

Aussi, les déchets de café peuvent être sources de mutagénicité en raison de la présence de certaines substances chimiques. Pendant la torréfaction du café, divers composés chimiques sont formés, dont certains peuvent être mutagènes, ces composés peuvent être présents dans le marc de café jeté dans la nature. Cela pourrait présenter un risque pour la santé humaine et environnementale, de ce fait, ils sont d'une grande toxicité pouvant causer des dommages sur l'ADN [13], à titre d'exemple, la caféine est l'un des composés qui peut être mutagènes [14].

Afin de remédier au gros impact environnemental et en raison de sa richesse en divers éléments, le marc de café peut être transformé en ressources utiles plutôt que d'être considéré comme un simple déchet. C'est dans cette optique que diverses méthodes de valorisation du marc de café se sont distinguées.

IV. LES DIFFERENTES UTILISATIONS/VOIES DE VALORISATION DU MARC DE CAFE

La valorisation du marc de café peut prendre diverses dimensions, il peut être exploité directement ou bien par valorisation des molécules à valeur ajoutée. En effet, sa composition chimique, riche et variée, permet d'envisager des solutions de valorisation à forte valeur ajoutée dans des domaines aussi divers en particulier en bioéthanol ou biopolymère PHA [15], biodiesel [16], extrait antioxydant [17], ou encore comme ingrédient pour l'industrie agroalimentaire ou

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

la nutraceutique [18]. Par ailleurs, le marc peut également être transformé en granulés pour le chauffage ou encore en charbon actif pour la dépollution.

Le schéma ci-dessous illustre un résumé des différentes voies de valorisation du marc de café [19].

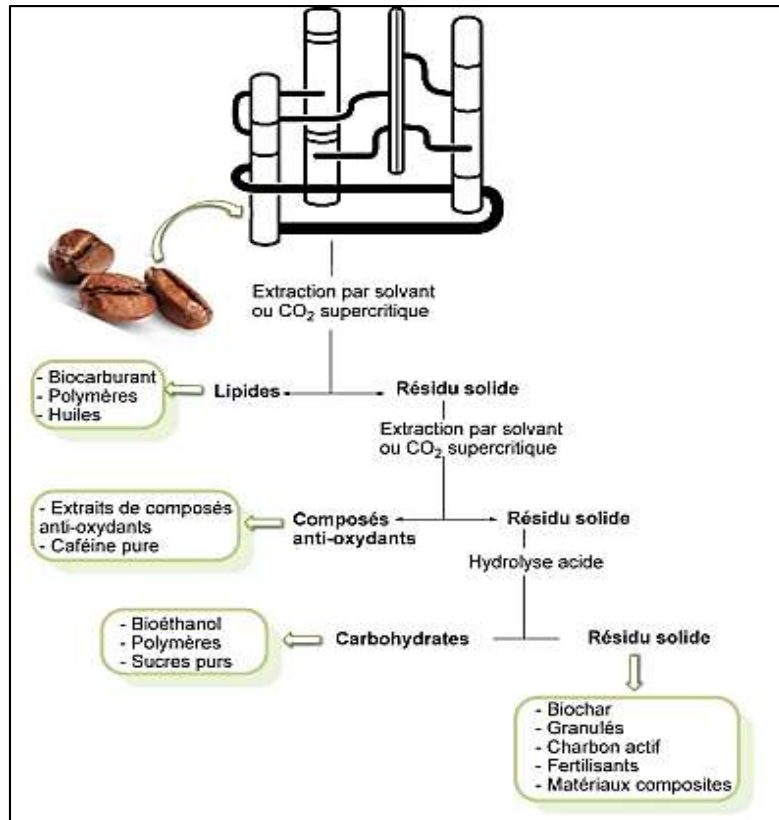


Schéma I.1. Les différentes voies de valorisation du marc de café.

IV.1. Compostage

Du fait de sa haute teneur en composés bioactifs reconnus et dans l'objectif de déterminer dans quelle mesure les marcs de café usagés pourraient être utilisés de manière efficace dans le domaine agronomique, une étude a été entreprise afin d'examiner l'impact des marcs de café usagés sur les macro- et microéléments contenus dans la laitue [20]. Selon cette dernière étude, le marc de café composté a provoqué une augmentation considérable des macroéléments essentiels dans la laitue.

Aussi, dans une récente étude, le marc de café a été mélangé avec d'autres déchets organiques pour produire une matière organique riche destinée aux champs agricoles, réduisant la toxicité lorsqu'ils sont utilisés seuls comme engrais. L'ajout de marc de café au fumier de

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

vache et aux déchets de cuisine a augmenté les teneurs en azote, en potassium, et en magnésium et la teneur en carbone organique [21].

IV.2. Substrat pour la culture des champignons comestibles

Le marc de café peut être utilisé comme substrat pour cultiver des champignons comestibles, et cela grâce à sa grande teneur en protéines et en humidité, ces deux paramètres sont très importants pour leurs croissances. En effet, il est primordial de connaître la composition du marc de café avant d'entamer la culture car la croissance des champignons y dépend. Par exemple, le champignon *Lentinusedodes* a été cultivé avec un rendement optimal dans un marc de café à 55-60 % de taux d'humidité [22].

IV.3. Production de biocarburant

La teneur élevée en lipides présente dans le marc de café en fait un candidat approprié pour la conversion en biodiesel. Le potentiel de biodiesel pouvant être produit à partir des marcs de café usagés est estimé à environ 1 milliard de litres par an [23].

Une étude menée par l'équipe de Zannikos [24] s'est penchée sur l'exploitation du marc de café en tant que nouvelle alternative potentielle et économique pour la fabrication du biodiesel. L'huile de café a été extraite et soumise à une conversion chimique à travers une réaction de transestérification alcaline, aboutissant à la formation d'esters méthyliques d'acides gras. Cette transformation a permis d'obtenir un rendement élevé dans la conversion de l'huile de café en biodiesel [25].

IV.4. Synthèse de composés chimiques

La cellulose contenue dans le marc de café peut être transformée en glucose, permettant ainsi la synthèse d'une multitude d'autres composés chimiques précieux, tels que l'hydrogène, les acides organiques, le glycérol, et bien d'autres. Aussi, ces opportunités offrent un large éventail d'applications potentielles dans l'industrie chimique, notamment la création de nano composites, la production de dihydrogène, de lubrifiants, et bien plus encore [26].

Par ailleurs, le marc de café peut également être employé dans divers domaines. Il s'avère être un excellent exfoliant cosmétique, idéal pour éliminer les cellules mortes de la peau.

Cependant, la véritable richesse réside dans sa composition chimique, qui ouvre la porte à de nombreuses industries. En effet, des voies de valorisation du marc de café citées

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

précédemment, deux autres méthodes de valorisation se sont distinguées comme étant des plus innovantes, ouvrant ainsi de nouvelles perspectives pour exploiter de manière étendue le potentiel du marc de café. Ainsi, l'extraction des polyphénols et la synthèse de charbon actif se démarquent comme des approches prometteuses, élargissant davantage les opportunités de valorisation de ce matériau et ouvrant la voie à une gamme étendue d'applications. Ces deux approches de valorisation seront mises en évidence dans les chapitres II et III.

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

Références :

- [1] Mussatto, S. I., Carneiro, L. M., Silva, J. P. A., Roberto, I. C., & Teixeira, J. A. (2011). A study on chemical constituents and sugars extraction from spent coffee grounds. *Carbohydrate. Polymers*, 83, 368-374.
- [2] Murthy, P. S., Madhava Naidu, M. (2012). Sustainable management of coffee industry by-products and value addition A review. *Resources, Conservation and Recycling*, 66, 45-58.
- [3] Limousy, L., Jeguirim, M., Dutournié, P., Kraiem, N., Lajili, M., & Said, R. (2013). Gaseous products and particulate matter emissions of biomass residential boiler fired with spent coffee grounds pellets. *Fuel*, 107, 323-329.
- [4] Chen, K.I., Lo, Y.C., Liu, C.W., Chou, C.C. et Cheng, K.C. (2013). Enrichment of two isoflavone aglycones in black soymilk by using spent coffee grounds as an immobiliser for β -glucosidase. *Food Chemistry*, 139, 79-85.
- [5] Ballesteros, L.F., Teixeira, J.A et Mussatto, S.I. (2010). Chemical, Functional, and Structural Properties of Spent Coffee Grounds and Coffee Silverskin. *Food Bioprocess Technol*, 7, 3493-3503.
- [6] Francky Carassou. (2015). une récupération spécifique du marc de café aurait-elle une plus-value pour la communauté? cas de l'île de montréal. Université de Sherbrooke.
- [7] Cruz.R., Cardoso. M.M. Fernandes. L., Oliveira, M. (2009). Espresso Coffee Residues: A valuable Source of Unrestricted Compounds. *Journal of agricultural and food chemistry*, 60, 7777-7784.
- [8] Shen, Kai, Gondal, M. (2013). Removal of Hazardous Rhodamine Dye from Water by Adsorption onto Exhausted Coffee Ground. *Journal of Saudi Chemical Society*, 31, 120-127.
- [9] Janissen, B., Huynh, T., (2018). Chemical composition and value-adding applications of coffee industry by-products: a review. *Resour. Conserv. Recycl*, 128, 110-117.
- [10] Statistiques du commerce extérieur de l'Algérie. (2019). Direction des douanes.
- [11] Otmani Imen., (2020). Etude sur la consommation du café au sein de la société algérienne. Mémoire de master, université Abdelhamid Benbadis Mostaganem.

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

- [12] Silva, M. A., Nebra, S. A., Machado Silva, M. J., Sanchez, C. G. (1998). The use of biomass residues in the brazilian soluble coffee industry. *Biomass and Bioenergy*, 14, 457-467.
- [13] Fernandes, A. S., Mello, F. V. C., Thode Filho, S., Carpes, R. M., Honório, J. G., Marques, M. R. C., al Ferraz, E. R. A. (2017). Impacts of discarded coffee waste on human and environmental health. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 141, 30-36.
- [14] Tang, N., Wu, Y., Ma, J., Wang, B., & Yu, R. (2010). Coffee consumption and risk of lung cancer: A meta-analysis. *Lung Cancer*, 67, 17-22.
- [15] Obruca S. al., (2014). Production of polyhydroxyalkanoates using hydrolysate of spent coffee grounds, *Process Biochem.*, 49, 1409-1414
- [16] Liu Y. al., (2017). Direct transesterification of spent coffee grounds for biodiesel production. *Fuel*, 199, 157-161.
- [17] Mata T.M., Martins A. A., Caetano N.S. (2018). Bio-refinery approach for spent coffee grounds valorization, *Bioresour. Technology*, 247, 1077-1084
- [18] Getachew A.T., Cho Y.J., Chun B.S. (2018). Effect of pretreatments on isolation of bioactive polysaccharides from spent coffee grounds using subcritical water, *Int. J. Biol. Macromol.*, 109, 711-719.
- [19] Vandepoosele, A., Draye, M., Chatel, G. *L'Actualité Chimique*, 452, 29-33.
- [20] Cruz, R., Morais, S., Mendes, E., Pereira, J. A., Baptista, P., & Casal, S. (2014). Improvement of vegetables elemental quality by espresso coffee residues. *Food Chemistry*, 148, 294-299.
- [21] Bomfim, A.S.C.d.; de Oliveira, D.M.; Walling, E.; Babin, A.; Hersant, G.; Vaneekhaute, C.; Dumont, M.-J.; Rodrigue, D. (2023). Spent Coffee Grounds Characterization and Reuse in Composting and Soil Amendment. *Waste*, 1, 2-20.
- [22] Mussatto. S.I., Machado. E.M.S., Maritns. S. et Teixeira. J.A. (2011). Production, Composition, and Application of Coffee and Its Industrial Residues. *LWT - Food Bioprocess Technology*, 4, 661-672.
- [23] Leifa, F., Pandey, A., Soccol, CR. (2000). Culture solide – une méthode efficace pour utiliser les résidus agro-industriels toxiques. *Journal de microbiologie fondamentale*, 40, 187-197.

CHAPITRE I. LE MARC DE CAFE Et SA VALORISATION

- [24] Caetano, N. S., Silva, V. F. M., Melo, A. C., Martins, A. A., & Mata, T. M. (2014). Spent coffee grounds for biodiesel production and other applications. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 16, 1423-1430.
- [25] Deligiannis, Alexandros & Papazafeiropoulou, A. & Anastopoulos, George & Zannikos, Fanourios. (2011). Waste coffee grounds as an energy feedstock. *Proceedings of the Third International cemepe & secotox Conference, Skiathos*, 35, 617-623.
- [26] Mussato, S.I., Ballesteros, L.F., Martins, S. et Teixeira, J.A. (2011). Extraction of antioxidant phenolic compounds from spent coffee grounds. *Separation and Purification Technology*, 83, 173-179.

Chapitre II

Extraction des polyphénols

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

Dans ce chapitre, nous mettons en lumière la valorisation du marc de café par l'extraction des polyphénols. Ces composés, dont l'intérêt est considérable, se révèlent abondants dans le marc de café. L'extraction de ces composés, reconnus pour leur puissante capacité antioxydante, ouvre le champ à une grande variété d'applications.

I. LES POLYPHENOLS

Les composés phénoliques constituent un groupe important de métabolites secondaires des plantes présentant des activités antioxydantes, antiprolifératives, anti-allergiques, anticancéreuses, antimicrobiennes, antitumorales, anti-inflammatoires et neuroprotectrices. Ils suscitent donc l'intérêt de la communauté scientifique, étant exploités dans diverses industries en raison de leurs effets bénéfiques. Plusieurs composés polyphénoliques ont été détectés dans divers sous-produit du café (pulpe, balle, peau argentée et marc de café usagé), ils contiennent de grandes quantités de composés bioactifs tels que les polyphénols, présentant un intérêt potentiel pour les industries pharmaceutique, cosmétique et alimentaire [1].

I.1. Définition et classification des polyphénols

Les polyphénols sont des métabolites secondaires du règne végétal. Leur rôle essentiel est la protection des plantes lors des interactions avec leur environnement extérieur. On compte aujourd'hui plusieurs milliers de composés phénoliques, composés d'au moins un noyau phénolique à 6 carbones et d'au moins un groupement hydroxyle (-OH) [2].

Actuellement, plus de 8000 composés phénoliques ont été identifiés. Les variations les plus courantes dans leur structure concernent le degré d'oxydation, d'hydroxylation, de méthylation et de glycosylation. Les polyphénols sont ensuite classés en différentes catégories, comprenant les acides phénoliques tels que les acides hydroxy-benzoïques et hydroxy-cinnamiques, les flavonoïdes tels que les flavones, flavonols, isoflavones, flavanones et anthocyanes, les stilbènes tels que le resvératrol et le piceatannol, les lignanes tels que le sesamol, pinosésinol, sinol et enterodiol, ainsi que d'autres composés tels que les tanins (tanins hydrolysables, non hydrolysables et condensés), les lignines, les xanthones, les chromones et les anthraquinones [3].

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

Une étude menée récemment par Rambaran et coll. [4] a permis de répartir les différentes classes de polyphénols existantes (Figure II.1).

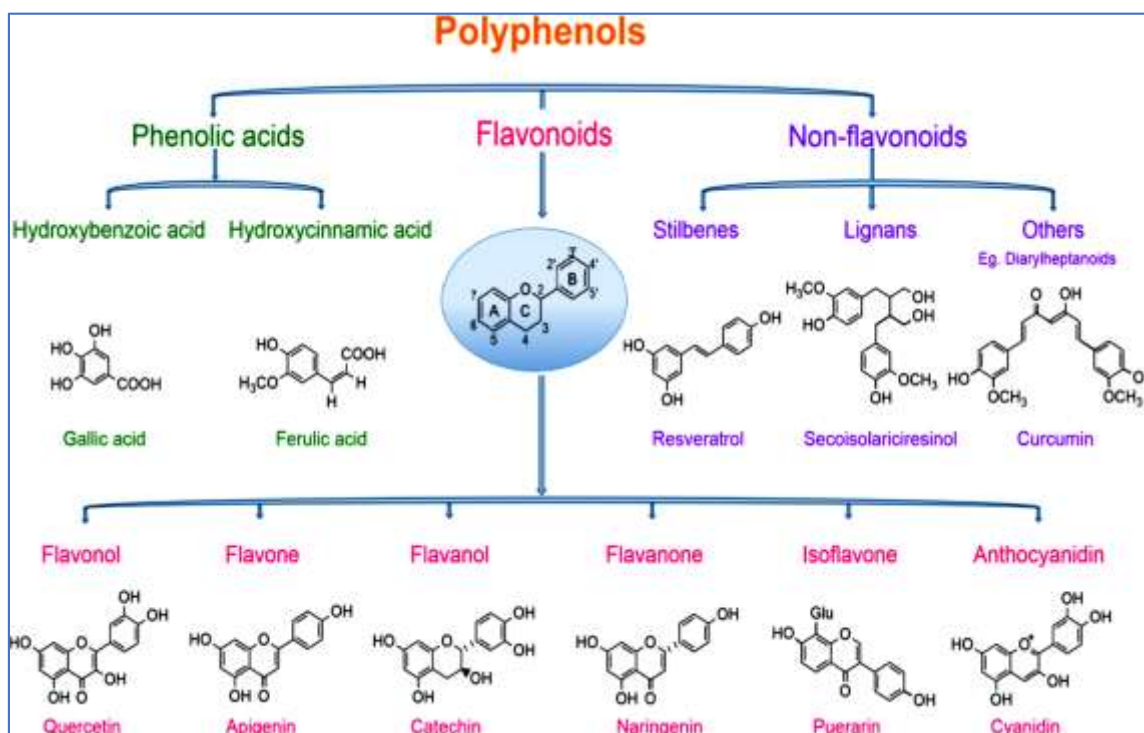


Figure II.1. Classification des polyphénols.

I.2. Importance des polyphénols sur la santé

Une alimentation riche en polyphénols a démontré des effets protecteurs contre diverses maladies telles que les maladies cardiaques, les cancers et le diabète, selon des preuves épidémiologiques et expérimentales. En effet, les polyphénols interagissent avec diverses protéines (enzymes, récepteurs, facteurs de transcription) pour prévenir ces pathologies. Les activités biologiques des polyphénols ont été largement étudiées *in vitro* en utilisant des protéines purifiées, des extraits cellulaires et des cultures cellulaires entières. [2].

Par ailleurs, de plus en plus d'études suggèrent que l'utilisation de différentes formes de polyphénols, tant par voie orale que topique, peut être bénéfique pour la peau, en particulier pour la prévention des coups de soleil car ils pourraient potentiellement servir d'alternatives dans les soins et la protection de la peau contre les rayons UV nocifs [5].

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

II. LES POLYPHENOLS DANS LE MARC DE CAFE

Les polyphénols du marc de café constituent un champ de recherche en plein développement, offrant une opportunité exceptionnelle pour explorer les composés bioactifs contenus dans ce sous-produit abondamment disponible. En examinant de plus près les bénéfices des polyphénols extraits du marc de café, il devient évident que ces composés possèdent le potentiel pour jouer un rôle significatif dans la création de produits à forte valeur ajoutée, tout en contribuant à une utilisation plus durable de cette ressource.

Parmi les composés polyphénoliques majeurs présents dans le marc de café, on trouve :

- **Les acides chlorogéniques** : Les acides chlorogéniques sont les principaux polyphénols présents dans le café et le marc de café. Ils représentent environ 7 à 9 % du poids sec du marc de café [6].
- **Les flavonoïdes** : Les flavonoïdes sont un groupe de polyphénols présents dans de nombreux aliments d'origine végétale, y compris le marc de café. Les flavonoïdes du marc de café comprennent la quercétine, la kaempférol et la lutéoline [7].
- **Les proanthocyanidines** : Les proanthocyanidines sont des polymères de flavonoïdes présents dans le marc de café. Ils sont également connus sous le nom de tanins condensés [8].
- **Les catéchines** : Les catéchines sont un type de flavonoïdes présent dans le café et le thé. Bien que leur concentration soit généralement plus élevée dans le thé, certaines catéchines sont également présentes dans le marc de café [9].

III. METHODES D'EXTRACTION DES POLYPHENOLS

L'extraction des polyphénols du marc de café constitue une étape clé dans la valorisation de ces précieux composés bioactifs. Ainsi, différentes méthodes sont employées afin d'extraire ces polyphénols, parmi lesquelles sont citées la macération, la décoction et l'extraction par Soxhlet. Chacune de ces techniques offre des avantages et des spécificités propres, contribuant ainsi à la diversité des approches d'extraction pour obtenir ces composés aux propriétés exceptionnelles.

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

III.1. La macération

C'est une méthode traditionnelle bien connue et qui a été largement utilisée dans le passé. Bien que cette procédure nécessite des temps d'extraction prolongés et l'utilisation d'une quantité notable de solvants, elle présente l'avantage d'être relativement économique. De plus, la macération se déroule à température ambiante, ce qui est particulièrement bénéfique, d'une part, pour préserver l'intégrité des molécules polyphénoliques, sensibles aux variations de température [10], d'autre part, elle assure une réduction de la consommation énergétique (Figure II.2).

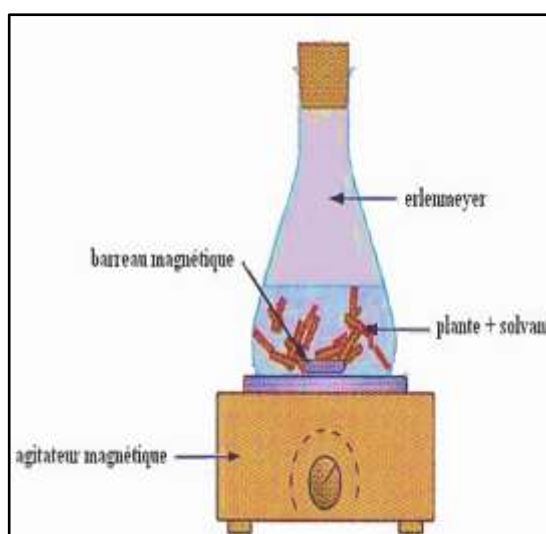


Figure II.2. Montage de l'extraction par macération.

III.2. L'extraction par Soxhlet

L'extraction par soxhlet est l'une des techniques les plus répandues pour isoler les composés phénoliques à partir d'échantillons solides. Cela est probablement dû à sa simplicité et à l'utilisation d'un appareil d'extraction peu coûteux (Figure II.3). Les solvants polaires, tels que le méthanol, l'acétone ou l'acétonitrile, donnent des rendements d'extraction élevés. De plus, il s'agit d'une méthode simple et pratique permettant de répéter le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à ce que le soluté soit complètement épuisé dans la matière première [11].

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

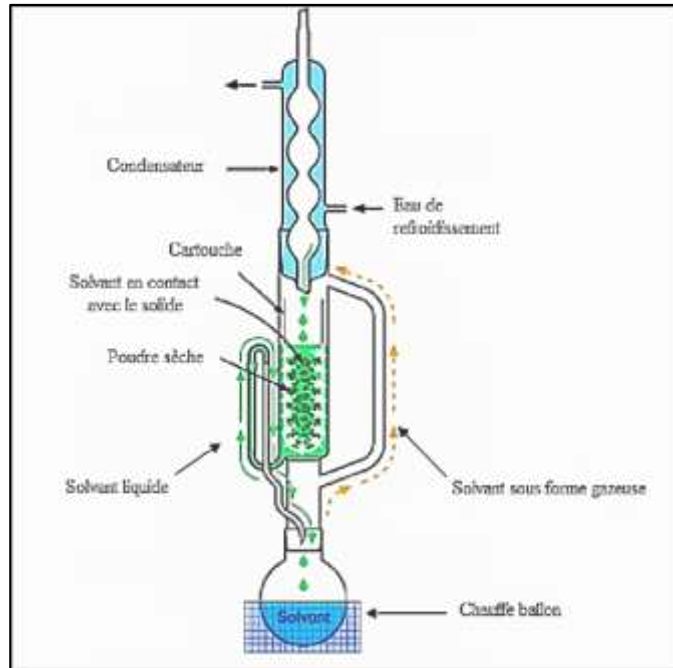


Figure II.3. Montage de l'extraction par Soxhlet.

III.3. La décoction

Il s'agit d'une méthode d'extraction de composés solubles à partir de matières végétales, telles que des plantes, des racines, des écorces ou des graines, en les faisant bouillir dans un solvant organique ou de l'eau pendant un certain temps (Figure II.4). Cette technique est couramment utilisée en phytothérapie, en médecine traditionnelle et en préparation d'infusions pour obtenir les principes actifs des plantes [12].

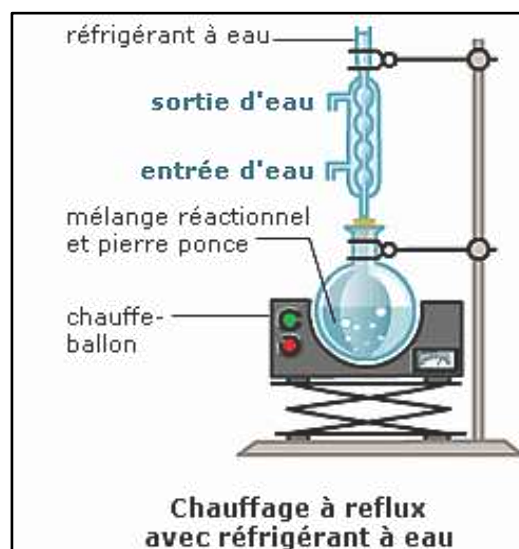


Figure II.4. Montage de l'extraction par décoction.

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

Actuellement, il y a une demande croissante pour le développement de nouvelles techniques d'extraction permettant des temps d'extractions plus courts, une réduction de la consommation d'énergie et de solvants organiques, ainsi qu'une moindre pollution. Des procédés d'extraction alternatives, telles que l'extraction assistée par ultrasons, l'extraction assistée par micro-ondes, l'extraction accélérée par solvants et l'extraction par fluides supercritiques, sont considérées comme des solutions écologiques [13].

III.4. Autres méthodes d'extraction

Le tableau ci-dessous regroupe les différentes méthodes d'extraction répertoriées pour l'extraction des polyphénols du marc de café ainsi que les conditions optimales tenus en compte lors de la réalisation de celles-ci.

Tableau II.1. Différentes méthodes d'extraction des polyphénols de marc de café.

Méthodes	Conditions	Quantité de polyphénols extraite	Références
Extraction assistée par micro-ondes	Solvant : Méthanol 60% Puissance : 800W Temps : 120 seconde	89.9 mg EAG/g	[14]
Extraction assistée par ultrasons	Solvant: Ethanol 70% Fréquence : 40 KHz Temps: 120 min Temperature 20 °C	93.55 mg EAG/g	[15]
Extraction liquide pressurisée	Solvant: Ethanol 25 % Pression: 172,37 Bar Temps: 20 min Temperature: 160°C	24,14 mg EAG/g	[16]
Par decoction	Solvant: ethanol 60% Temps: 30 minutes Temperature: 60 °C	28,26 mg EAG/g	[17]
Par Soxhlet	Solvant : Ethanol 96% Temps : 6 heures Température : 105°C	22,4 mg EAG/g	[18]

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

IV. METHODES DE DOSAGE ET D'IDENTIFICATION DES COMPOSES PHENOLIQUES

Plusieurs méthodes spectrophotométriques, telles que la méthode de Folin-Denis, de Folin-Ciocalteu [19] et la méthode de la vanilline notamment pour la détermination de la concentration des tanins [20], ont été développées pour la quantification des composés phénoliques totaux dans les plantes. Cependant, ces méthodes peuvent surestimer les composés phénoliques en raison du chevauchement des réponses spectrales et de l'interférence avec d'autres substances absorbant dans l'ultra-violet (UV), comme les protéines, les acides nucléiques et les acides aminés [21].

Par ailleurs, les techniques chromatographiques jouent un rôle significatif dans l'analyse des produits naturels, notamment pour l'identification, la séparation et la caractérisation des composés bioactifs d'origine végétale [22]. Ainsi, la chromatographie liquide à haute performance (HPLC) est une méthode analytique robuste, principalement utilisée pour l'analyse qualitative de classes non volatiles de composés tels que les composés phénoliques, les terpénoïdes et les alcaloïdes. Elle offre une séparation analytique efficace et est couramment utilisée pour évaluer la composition qualitative et quantitative des échantillons provenant de sources naturelles [23].

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

Références :

- [1] Ramón-Gonçalves, M., Gómez-Mejía, E., Rosales-Conrado, N., León-González, M. E., & Madrid, Y. (2019). Extraction, identification and quantification of polyphenols from spent coffee grounds by chromatographic methods and chemometric analyses. *Waste Management*, 96, 15–24.
- [2] ACHAT Sabiha. (2013). Polyphénols de l'alimentation : extraction, pouvoir antioxydant et interaction avec des ions métalliques. Thèse de doctorat.
- [3] Shweta, P., Aleena, M., Hinal, C., Shiv, K., Rahul, M., (2021). Classifications of polyphenols and their potential application in human health and diseases. *International Journal of Physiology, Nutrition and Physical Education*, 6, 293-301.
- [4] Rambaran, T. F. (2020). Nanopolyphenols: a review of their encapsulation and anti-diabetic effects. *SN Applied Sciences*, 2,1335-1361
- [5] Saric, S., Sivamani, R. (2016). Polyphenols and Sunburn. *International Journal of Molecular Sciences*, 17, 1521-1543
- [6] Clifford, M. N. (2000). Chlorogenic acids and other cinnamates - nature, occurrence, dietary burden, absorption and metabolism. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80, 1033–1043.
- [7] Farah, A. (2012). Coffee constituents. *Coffee: Emerging health effects and disease prevention*, 1, 22-58.
- [8] Clifford, M.N. (2010). Coffee: Botany, Biochemistry and Production of Beans and Beverage. In V.R. Preedy, R.R. Watson (Eds.), *Tea in Health and Disease Prevention*. 305.
- [9] Ramalakshmi, K., & Kubra, I.R. (2011). Coffee: Consumption and Health Implications, Edit. M.N. Clifford, K. Kolehmainen ,1, 333-337
- [10] Spigno, G., & De Faveri, D. M. (2007). Antioxidants from grape stalks and marc: Influence of extraction procedure on yield, purity and antioxidant power of the extracts. *Journal of Food Engineering*, 78, 793–801.

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

- [11] Mahugo Santana, C., Sosa Ferrera, Z., Esther Torres Padrón, M., & Juan Santana Rodríguez, J. (2009). Methodologies for the Extraction of Phenolic Compounds from Environmental Samples: New Approaches. *Molecules*, 14, 298-320.
- [12] Manousi, N., Sarakatsianos, I., & Samanidou, V. (2019). Extraction Techniques of Phenolic Compounds and Other Bioactive Compounds From Medicinal and Aromatic Plants. *Engineering Tools in the Beverage Industry*, 1, 283-314.
- [13] D'Alessandro, L.G. (2013). Eco-procédés pour la récupération sélective d'antioxydants à partir d'*Aronia melanocarpa* et ses co-produits. Thèse de doctorat.
- [14] Budaraju, S. V., Mallikarjunan, K. P., & Petit, R. (2017). Comparison and Optimization of solvent extraction and microwave assisted extraction of phenolic compounds from spent coffee grounds, 26, 7320-7338
- [15] Zengin, G., Sinan, K. I., Mahomoodally, M. F., Angeloni, S., Mustafa, A. M., Vittori, S., al Caprioli, G. (2020). Chemical Composition, Antioxidant and Enzyme Inhibitory Properties of Different Extracts Obtained from Spent Coffee Ground and Coffee Silverskin. *Foods*, 9, 713-730.
- [16] Shang, Y.-F., Xu, J.-L., Lee, W.-J., & Um, B.-H. (2017). Antioxidative polyphenolics obtained from spent coffee grounds by pressurized liquid extraction. *South African Journal of Botany*, 109, 75-80.
- [17] Panusa, A., Zuurro, A., Lavecchia, R., Marrosu, G., & Petrucci, R. (2013). Recovery of Natural Antioxidants from Spent Coffee Grounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61, 4162-4168.
- [18] Lauberts, M., Mierina, I., Pals, M., Latheef, M.A.A., Shishkin, A. (2023). Spent Coffee Grounds Valorization in Biorefinery Context to Obtain Valuable Products Using Different Extraction Approaches and Solvents. *Plants*, 12, 30-44.
- [19] Nikolaeva, T.N., Lapshin, P.V., Zagorskina, N.V. (2022). Method for Determining the Total Content of Phenolic Compounds in Plant Extracts with Folin-Denis Reagent and Folin-Ciocalteu Reagent: Modification and Comparison. *Russ J Bioorg Chem*, 48, 1519-1525.

CHAPITRE II. EXTRACTION DES POLYPHÉNOLS

- [20] Ba, K. & Tine, E. & Destain, J. & Cisse, Ndiaga & Thonart, Philippe. (2010). Etude comparative des composés phénoliques, du pouvoir antioxydant de différentes variétés de sorgho sénégalais et des enzymes amylolytiques de leur malt. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 14, 131-139.
- [21] Carrasco-Pancorbo, A., Cerretani, L., Bendini, A., Segura-Carretero, A., Gallina-Toschi, T., Fernández-Gutiérrez, A. (2005). Analytical determination of polyphenols in olive oils. *Journal of Separation Science*, 28, 837-858.
- [22] Plaza, M., Domínguez-Rodríguez, G., Castro-Puyana, M., Marina, M. L. (2018). Polyphenols analysis and related challenges. *Polyphenols: Properties, Recovery, and Applications*, 6, 177-232.
- [23] Saidi. Imene. (2019). Caractérisation et valorisation d'une plante de la famille des fabaceae : *Gleditsia triacanthos* de la région de Sidi Bel Abbès : Extraction des substances bioactives. Thèse de doctorat.

Chapitre III

Charbon actif et adsorption

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

Cette partie de la synthèse bibliographique est dédiée, d'une part, au charbon actif, ses propriétés ainsi que les différents domaines de son utilisation. D'autre part, une importance particulière sera accordée à l'adsorption, ses caractéristiques et les paramètres qui l'influencent.

I. LE CHARBON ACTIF

I.1. Définition

Le charbon actif (CA) appelé également charbon activé est un matériau noir (Figure III.1) fréquemment associé aux matériaux fortement carbonés, produits à partir du bois, de coques de noix de coco, de charbon, de cônes, etc. [1]. Le charbon actif se distingue par une grande porosité et une grande capacité d'adsorption, en effet, un gramme de charbon actif présente une surface interne pouvant atteindre plus de $1500 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ et cette caractéristique unique est responsable de ses remarquables propriétés d'adsorption [2].



Figure III.1. Aspect physique du charbon actif.

I.2. Structure et porosité d'un charbon actif

La compréhension de la structure et de la porosité d'un charbon actif est essentielle pour appréhender son efficacité dans diverses applications et comprendre l'influence de ces caractéristiques sur sa capacité d'adsorption et son utilisation pratique.

I.2.1 Structure d charbon actif

Les images de la structure atomique d'un charbon actif a été déterminé pour la première fois par l'équipe de Harris P.J.F. [3] à l'aide de la microscopie électronique à haute résolution. Ainsi, ces images ont révélé une organisation en cycles de carbone, où la structure des charbons actifs ressemble à un assemblage chaotique de feuilles composées de cycles aromatiques hexagonaux et pentagonaux, semblables à du papier froissé (Figure III.2). Cette structure est la raison pour laquelle les charbons actifs développent des surfaces considérables.

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

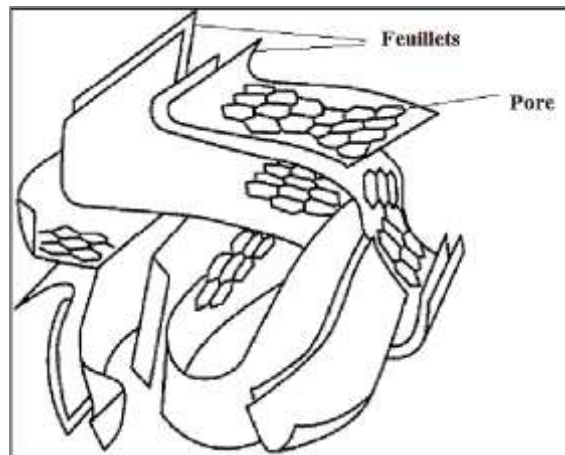


Figure III.2. Représentation schématique de la structure du charbon actif

I.2.2. Porosité du charbon actif

La structure du charbon est déterminée par ses pores, leurs tailles ainsi que leurs formes, qui influencent sur sa surface spécifique, c'est-à-dire la quantité de surface accessible par unité de masse de charbon. Ces caractéristiques se développent principalement lors de l'activation du charbon actif. Ainsi, les charbons actifs utilisés comme adsorbants sont réputés pour leur surface spécifique élevée, et leur gamme variée de pores (Figure III.3) [4]. Les micropores sont généralement les principaux sites d'adsorption, tandis que les macropores facilitent le déplacement des molécules à l'intérieur du charbon [5].

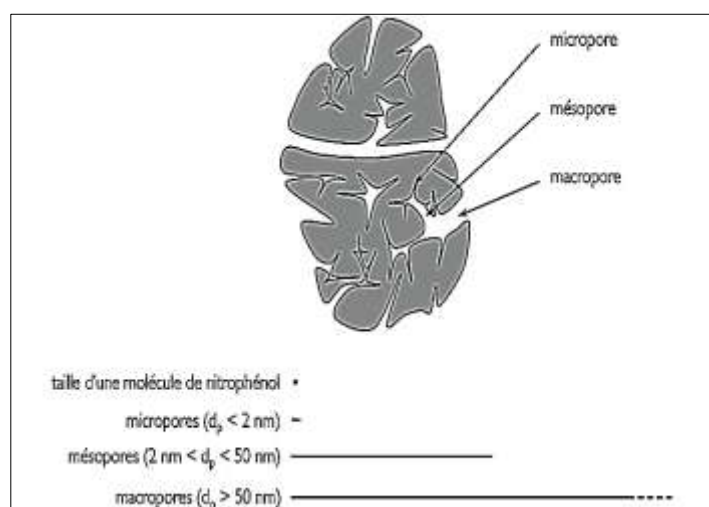


Figure III.3. Représentation à l'échelle de la porosité d'un adsorbant.

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

II. UTILISATION DES CHARBONS ACTIFS

Les charbons actifs peuvent avoir une multitude d'utilisation dans différents domaines telles que l'industrie médicale, pétrochimie, agro-alimentaire, traitement des eaux, l'industrie chimique...etc.

II.1. Domaine médical

Dans le secteur médical, les charbons actifs sont employés comme des anti-poisons, notamment dans le traitement des affections bactériennes, particulièrement dans le système digestif, pour l'élimination des toxines. Ils sont plus efficaces lorsque la masse molaire de ces dernières est importante [6].

II.2. Traitement des gaz polluants

L'adsorption est l'une des principales méthodes utilisées pour capturer les composés organiques volatils (COVs) en raison de son faible coût et de sa capacité à traiter un large éventail de débits d'effluents ainsi qu'une variété de concentrations [7]. Cette approche implique généralement l'utilisation de matériaux adsorbants tels que les charbons actifs, les zéolites, les gels de silice ou les alumines activées. Ainsi, les charbons actifs se sont révélés être les plus utilisés et leur succès est attribué à leur surface spécifique élevée, à leur capacité d'être produits à partir de divers précurseurs carbonés, et à leur large distribution de tailles de pores, ce qui les rend essentiellement non polaires [8].

II.3. Traitement des eaux

Le charbon actif est capable d'adsorber de manière efficace les contaminants organiques présents sous forme dissoute dans l'eau. Certains de ces polluants organiques, notamment les colorants et les antibiotiques, sont notoirement difficiles à éliminer par le biais de méthodes biologiques ou d'autres méthodes chimiques. En revanche, le charbon actif s'avère plus efficace pour les éliminer. Les procédés d'adsorption sont ainsi privilégiés comme méthode de choix pour le retrait de divers types de polluants présents dans les eaux [9].

Par ailleurs, dans la production d'eau potable ou d'eaux à très haute pureté, comme les eaux ultra-pures utilisées dans les laboratoires d'analyse, l'industrie pharmaceutique ou électronique, le traitement par adsorption sur charbon actif vise à éliminer la matière organique naturelle. Cette dernière contient diverses macromolécules naturelles, des composés responsables de la couleur, du

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

goût et des odeurs, des précurseurs de trihalométhanes (THM), du carbone organique dissous biodégradable (CODB), ainsi que des micropolluants organiques d'origine anthropogénique, tels que des pesticides et leurs résidus de dégradation, des phénols, des composés organohalogénés, des colorants, des hydrocarbures, des tensioactifs...etc. [10].

Par ailleurs, les coûts associés aux charbons actifs disponibles sur le marché sont élevés. Par conséquent, le marc de café offre une alternative économique à ces produits coûteux. Ainsi après traitement, le charbon actif issu du marc de café est utilisé afin de décontaminer les eaux usées polluées par des composés organiques et des colorants dans les industries textiles. À titre d'exemple, le marc de café se révèle efficace pour adsorber la rhodamine, en partie grâce à la charge négative présente à sa surface à un pH spécifique de la solution [11].

Egalement, le marc de café, une fois transformé en charbon actif, démontre des performances équivalentes, voir supérieures, à celles des charbons actifs disponibles sur le marché. Aussi, lorsqu'il est envisagé de produire du charbon actif à partir de marc de café, il n'est pas nécessaire de préalablement extraire la caféine. En effet, la caféine joue un rôle essentiel en tant que catalyseur dans le processus de préparation du charbon actif [11].

III. METHODES ET ETAPES DE PREPARATION DU CHARBON ACTIF

Le processus de préparation du charbon actif comprend plusieurs étapes cruciales pour obtenir un matériau hautement poreux et efficace. Tout d'abord, la matière première est soigneusement sélectionnée, puis lavée et séchée pour éliminer l'humidité. Ensuite, le charbon est activé, soit par une activation chimique ou physique, afin d'augmenter sa surface spécifique. Par la suite, il subit une étape de carbonisation à haute température, transformant le charbon en une structure poreuse. Enfin, après cette étape de carbonisation, le charbon est de nouveau lavé et séché afin d'éliminer les impuretés résiduelles puis tamisé, garantissant ainsi sa pleine capacité d'adsorption (Schéma III.1).

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

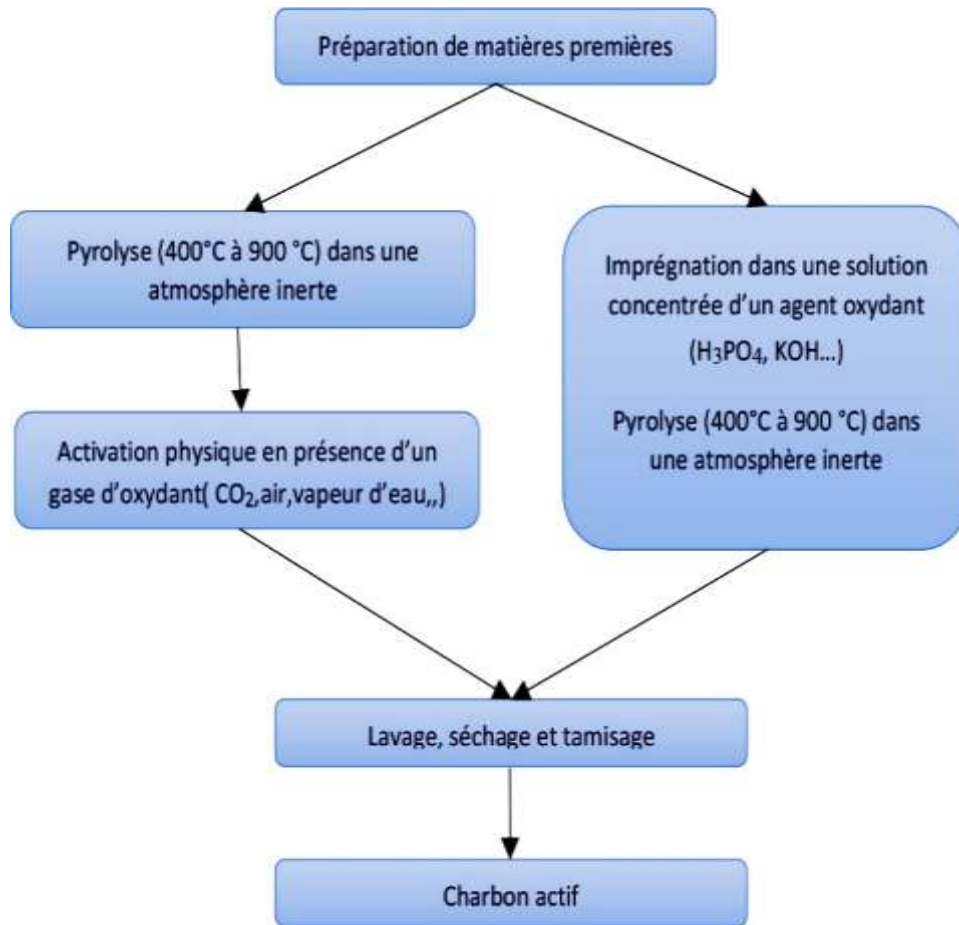


Schéma III.1. Résumé des étapes de préparation du charbon actif.

III.1. La carbonisation (la pyrolyse)

La pyrolyse est une procédure au cours de laquelle un échantillon est exposé à des températures élevées, généralement entre 400 et 900°C, en présence d'un flux constant de gaz inerte [12], elle a pour but de :

- **Enrichissement en carbone et perte des composés volatils** : Cette étape élimine les hétéroatomes (oxygène et hydrogène) et rend le matériau plus riche en carbone.
- **Développement de la porosité interne ou de l'espace**: La perte des volatils entraîne la création d'une porosité interne dans le matériau.
- **Association croisée progressive du matériau enrichi en carbone** : Cela donne lieu à la formation d'un solide rigide.

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

Ainsi, l'objectif de la carbonisation est de produire un matériau hautement carboné appelé "carbonisât", qui présente une microporosité rudimentaire. Cette microporosité sera ensuite développée dans le processus d'activation pour obtenir du "charbon activé" [13].

III.2. L'activation

Le but de l'activation dans la préparation du charbon actif est d'augmenter la surface spécifique et la porosité du matériau carboné, le transformant ainsi en un matériau hautement adsorbant. Le charbon activé est connu pour sa capacité exceptionnelle à adsorber diverses substances, ainsi, lors du processus d'activation, deux principales méthodes sont généralement utilisées : l'activation physique et l'activation chimique.

III.2.1. L'activation physique

Il s'agit d'une activation à des températures élevées en présence de gaz oxydants appropriés tels que le dioxyde de carbone, la vapeur d'eau, l'air ou des mélanges de ces gaz. L'étape d'activation est généralement réalisée à des températures comprises entre 800°C et 1100°C. Le CO₂ est souvent choisi comme gaz d'activation en raison de sa propreté, de sa facilité de manipulation et de sa capacité à contrôler le processus d'activation en raison de sa lente vitesse de réaction à haute température [14-15].

De plus, le développement de la porosité résulte de la pénétration de l'agent oxydant dans la structure interne du charbon, entraînant l'élimination des atomes de carbone par une réaction qui ouvre et élargit les pores autrefois inaccessibles.

III.2.2. L'activation chimique

Dans le processus d'activation chimique, la carbonisation et l'activation sont généralement effectuées simultanément à des températures plus basses. L'activation chimique implique d'abord l'imprégnation du matériau de départ avec une solution concentrée d'un agent chimique, ces agents peuvent être des bases (KOH, NaOH...), des acides (KBr, H₂SO₄, H₃PO₄, HNO₃, HCl...), des oxydants (H₂O₂...) ou des sels (ZnCl₂, MgCl₂...) [16]. Ensuite, le matériau est soumis à une pyrolyse entre 400°C et 800°C dans une atmosphère contrôlée, après quoi il est lavé et séché. Le temps d'activation, la température de carbonisation et le temps de chauffage sont des variables importantes pour obtenir du charbon avec des textures poreuses spécifiques [16].

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

IV. L'ADSORPTION

Plusieurs méthodes, telles que la coagulation, la sédimentation, la filtration, l'oxydation à en présence de KMnO_4 , H_2O_2 , Cl_2 ou O_3 et l'adsorption, sont proposées pour traiter les eaux contaminées par des polluants organiques ou des colorants. Parmi ces méthodes, l'adsorption se distingue comme une approche particulièrement efficace et écologique [17].

L'adsorption concerne le transfert des composés de phases liquides ou gazeuses (adsorbat) à la surface d'un matériau solide (adsorbant). Ce processus implique l'accumulation de substances à la surface du matériau solide. Ce phénomène est influencé par l'interface et les propriétés physico-chimiques de l'adsorbat [18]. Ainsi, la figure III.4 représente le processus d'adsorption d'un polluant sur un grain de charbon actif.

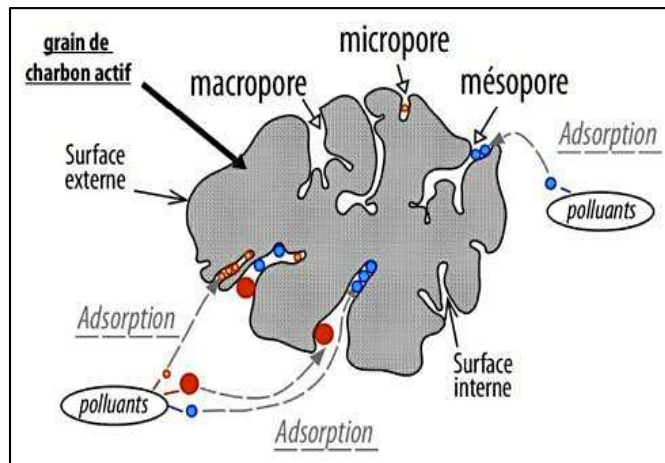


Figure III.4. Phénomène d'adsorption sur un grain de charbon actif.

IV.1. Type d'adsorption

Différents types d'adsorption peuvent être distingués en fonction des liaisons formées et de l'énergie libérée lorsqu'une molécule est retenue à la surface d'un solide. Deux types d'adsorption peuvent ainsi être identifiés : l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

IV.1.1. Adsorption chimique

Dans cette situation, les interactions énergétiques sont significatives (40 kJ à 400 kJ). Cela modifie la structure des molécules adsorbées et redistribue les électrons entre elles et la surface adsorbante, conduisant à des ruptures et des formations de liaisons chimiques. En conséquence, la particule adsorbée adopte un état distinct de celui en phase gazeuse ou liquide. [19].

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

IV.1.2. Adsorption physique

La physisorption est rapide, réversible et n'altère pas les molécules adsorbées. Elle repose sur des interactions électrostatiques de type Van der Waals à faible énergie (moins de 10 Kcal/mol), entraînant une rétention temporaire des substances adsorbées et la formation de plusieurs couches moléculaires sur la surface du substrat. Ce phénomène prédomine à des températures basses en raison de son énergie limitée [19].

Dans le tableau III.1 ci-dessous est exposée une comparaison des différentes propriétés entre une adsorption physique et chimique.

Tableau III. 1. Comparaison des propriétés entre l'adsorption physique et chimique.

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Énergie d'adsorption	5 à 10 Kcal/mol	20 à 100 Kcal/mol
Température de processus	Inférieur à la température d'équilibre	Élevée
Nature de liaison	Physique (Van der Waals)	Chimique
La désorption	Plus ou moins parfait	Difficile
Énergie d'activation	Non appréciable	Peut être mise en jeu
La cinétique	Très rapide	Lente
État de surface	Formation de multicouche	Formation de monocouche

IV.2. Facteurs influençant l'adsorption

L'adsorption peut être influencée par différents facteurs tels que la nature de l'adsorbant et de l'adsorbé, la température, la taille des pores et la surface spécifique, la concentration ou encore le pH.

IV.2.1. Nature de l'adsorbant et de l'adsorbé

Les propriétés chimiques et physiques de l'adsorbant (la substance à être adsorbée) et de l'adsorbé (la surface sur laquelle l'adsorption se produit) jouent un rôle crucial dans l'adsorption. Par exemple, la polarité, la taille des molécules et la charge électrique peuvent influencer l'interaction adsorbant-adsorbé [20].

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

IV.2.2. Température

La température affecte l'adsorption en modifiant l'énergie cinétique des molécules, ce qui peut altérer l'adhérence à la surface de l'adsorbant [21].

IV.2.3. Taille des pores et surface spécifique

Les matériaux poreux comme les charbons actifs ont une surface spécifique élevée et une distribution de taille de pore spécifique, ce qui peut influencer la capacité d'adsorption [22].

IV.2.4. pH et propriétés électrochimiques

Le pH peut modifier la charge de surface des adsorbants et des adsorbats, ce qui peut influencer l'adsorption électrostatique [23].

IV.2.5. Concentration de l'adsorbat

L'augmentation de la concentration de l'adsorbat peut influencer la quantité adsorbée jusqu'à ce que la saturation soit atteinte [24].

IV.3. Cinétique d'adsorption

La cinétique d'adsorption joue un rôle crucial dans l'évaluation de l'efficacité d'un adsorbant en termes de purification. En effet, elle permet d'évaluer comment la quantité de polluants adsorbés évolue au fil du temps. Ainsi, la cinétique d'adsorption offre des éclairages sur le processus même d'adsorption ainsi que sur la manière dont les solutés se déplacent de la phase liquide à la phase solide [25].

Deux modèles se sont les plus utilisés pour décrire ce processus ; cinétique du pseudo premier ordre et cinétique du pseudo second ordre [26].

IV.3.1. Pseudo premier ordre

L'équation (Eq 2-1) (tableau III. 2) décrit ce modèle. Après intégration de cette équation et application des conditions aux limites, on obtient l'Eq 2-2. Le tracé de la courbe $\ln(Q_e - Q_t) = f(t)$ permettra de déduire les constantes k_1 et $\ln Q_e$ telles que : k_1 est la pente et $\ln Q_e$ est l'ordonnée à l'origine.

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

IV.3 2. Pseudo deuxième ordre

L'équation de ce modèle est donnée par la relation (Eq 2-3) (tableau 2), la linéarisation de cette équation aboutit à l'Eq 2-4 et la représentation graphique de la courbe $\frac{t}{Q_t} = f(t)$ donnera la possibilité d'identifier les constantes de la manière suivante : $1/Q_t$ est la pente et $1/(k_2 + Q_e^2)$ représente l'ordonnée à l'origine.

Le tableau III.2 regroupe les différentes équations qui décrivent ces deux modèles.

Tableau III.2. Equations des modèles de la cinétique d'adsorption.

Modèle		Equation	Paramètres
Pseudo premier ordre	<i>Formule</i>	$\frac{dQ_t}{dt} = k_1(Q_e - Q_t)$ (Eq 3-1)	Q_e : Est capacité d'adsorption à l'équilibre en (mg/g) Q_t : capacité d'adsorption au temps t en (mg/g)
	<i>Après linéarisation</i>	$\ln(Q_e - Q_t) = \ln Q_e - k_1 t$ (Eq 3-2)	
Pseudo deuxième ordre	<i>Formule</i>	$\frac{dQ_t}{dt} = k_2(Q_e - Q_t)^2$ (Eq 3-3)	k_1 : Est la constante de vitesse d'adsorption (mn^{-1}) k_2 : Est la constante de vitesse d'adsorption en ($\text{g.mg}^{-1}.\text{min}^{-1}$)
	<i>Après linéarisation</i>	$\frac{t}{Q_t} = \frac{1}{k_2 + Q_e^2} + \frac{t}{Q_e}$ (Eq 3-4)	

IV.4. Isothermes d'adsorption

Les isothermes d'adsorption sont un outil fondamental dans l'étude des phénomènes d'adsorption, offrant un aperçu précieux des interactions entre l'adsorbant et l'adsorbat dans divers systèmes. Elles permettent de comprendre comment la quantité de substance adsorbée à la surface d'un matériau dépend de la concentration dans la phase liquide ou gazeuse.

IV.4.1. Classification des isothermes d'adsorption

Il y a diverses méthodes pour différencier les isothermes d'équilibre d'adsorption. En ce qui concerne l'adsorption de molécules en phase gazeuse, l'IUPAC identifie six catégories d'isothermes [27], chacune correspondant à un mode spécifique d'interaction entre l'adsorbat et l'adsorbant, ainsi qu'à une certaine porosité (Figure III.5).

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

Lorsque l'adsorption survient entre un adsorbant et un adsorbât, l'interaction entre ces deux éléments est caractérisée à l'aide d'une isotherme d'adsorption. Cette isotherme est illustrée sous la forme d'une courbe qui établit une relation entre la quantité d'adsorbât atteinte à l'équilibre (q_e) et la concentration (C_e) de l'adsorbât dans une solution aqueuse, le tout à une température constante [28]. La quantité d'adsorbât atteinte à l'équilibre est calculée selon la relation suivante :

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e) * V}{m} \quad (\text{Eq 3-5})$$

Avec : Q_e : la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g),

C_0 : la concentration initiale de l'adsorbât (mg/L),

C_e : la concentration d'adsorbât à l'équilibre (mg/L),

V : le volume de la solution (L),

m : la masse de l'adsorbant (g).

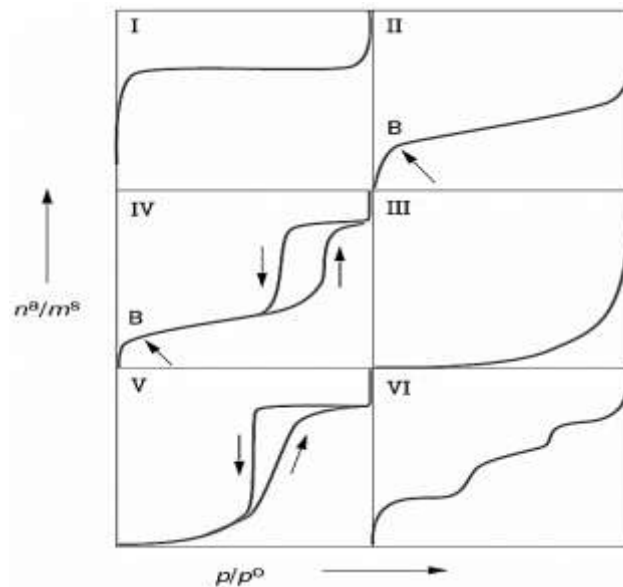


Figure III.5. Classification des isothermes d'adsorption par l'IUPAC.

Type I : Courbe concave par rapport à l'axe p/p^0 , se rapproche d'une valeur limite à mesure que p/p^0 approche de 1. Observé dans des solides microporeux avec de petites surfaces externes, tels que les charbons activés, les zéolithes moléculaires et certains oxydes poreux. La capacité d'adsorption limite est déterminée par le volume de micropores accessibles.

Type II : Forme normale d'isotherme pour les adsorbants non poreux ou macroporeux. Représente une adsorption en monocouche-multicouche sans restriction. Le point B marque la fin de la couverture en monocouche et le début de l'adsorption multicouche.

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

Type III : Courbe convexe sur toute la plage p/p° , ne présente pas de point B. Peu courant, observé dans des systèmes tels que l'adsorption de la vapeur d'eau sur des carbones non poreux. Certaines situations montrent une courbure graduelle et un point B peu distinct, résultant d'interactions faibles adsorbant-adsorbé.

Type IV : Présente une boucle d'hystérésis liée à la condensation capillaire dans les mésopores. La capacité d'adsorption limite est atteinte à des valeurs élevées de p/p° . La partie initiale est similaire à un Type II et est attribuée à l'adsorption en monocouche-multicouche. Observé dans des adsorbants industriels mésoporeux.

Type V : Rare, similaire au Type III avec une faible interaction adsorbant-adsorbé. Se produit avec certains adsorbants poreux.

Type VI : Représente une adsorption multicouche par étapes sur une surface uniforme non poreuse. La capacité en monocouche reste presque constante pour chaque couche adsorbée. Exemples incluent l'adsorption d'argon ou de krypton sur des noirs de carbone graphitisés à basse température [29].

De même pour l'adsorption de molécules en phase liquide, Giles et Smith ont élaboré une classification basée sur leur forme et sur leur pente initiale, ils ont obtenus quatre catégories distinctes, éventuellement divisées en sous-groupes (Figure III.6) [30].

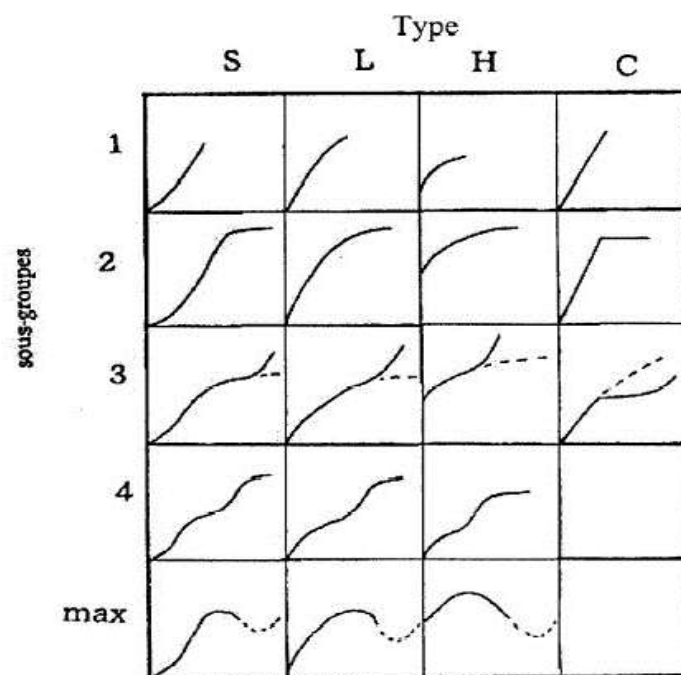


Figure III.6. Les types d'isothermes d'après Giles.

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

Type S : se manifestent lorsque les molécules du soluté s'attachent au solide par le biais d'un unique groupement fonctionnel.

Type L : également connues sous le nom d'isothermes de Langmuir, sont les plus fréquentes. Cette réaction se produit lorsque l'adsorption du solvant est limitée et que les molécules de l'adsorbat s'alignent de manière plane.

Type H : correspondant à une haute affinité, se forment lorsque la chimisorption du soluté indique une forte attraction entre l'adsorbat et l'adsorbant.

Type C : prennent la forme de lignes droites. Ce modèle de courbe émerge lorsqu'une compétition survient entre le solvant et le soluté pour occuper les sites d'adsorption sur l'adsorbant [31].

IV.4.2. Modélisation des isothermes d'équilibre d'adsorption

La modélisation des équilibres d'adsorption implique l'utilisation de lois mathématiques pour décrire la relation d'équilibre entre la quantité de polluant en phase liquide (C_e) et celle qui est adsorbée sur le matériau (Q_e). Les chercheurs fréquemment se servent des modèles de Langmuir et de Freundlich pour analyser les isothermes d'adsorption dans des systèmes adsorbant/adsorbat.

c- Modèle de Langmuir

Le modèle de Langmuir décrit par l'équation Eq (2-6) [31]. Après linéarisation de l'équation (2-6) est obtenu l'équation (Eq 2-7). Également, une propriété fondamentale de l'isotherme de Langmuir peut être formulée en utilisant un paramètre adimensionnel connu sous le nom de facteur de séparation, lequel est défini par l'équation (Eq 2-8) (Tableau III.3).

d- Modèle de Freundlich

Ce modèle est décrit par l'équation (Eq 2-9) [32]. La linéarisation de cette dernière conduit à la formulation de l'Eq 2-10. Enfin, le tracé linéaire de $\ln(Q_e) = f(\ln C_e)$ permet de déduire les valeurs des constantes de Freundlich, k_F et n (Tableau III.3).

CHAPITRE III. CHARBON ACTIF ET ADSORPTION

Tableau III.3. Equations des modèles des isothermes d'équilibre d'adsorption.

Modèle	Equation	Paramètres
Langmuir	<i>Formule</i>	$Q_e = \frac{Q_m k_L C_e}{1 + k_L C_e}$ (Eq 3-6)
	<i>Après linéarisation</i>	$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{1}{k_L Q_m} + \frac{C_e}{Q_m}$ (Eq 3-7)
	<i>Facteur de séparation</i>	$R_L = \frac{1}{1 + k_L C_0}$ (Eq 3-8)
		<p>k_L : est la constante d'équilibre de Langmuir (L.mg⁻¹)</p> <p>Q_e : (mg.g⁻¹) est la quantité adsorbée à l'équilibre par g d'adsorbant</p> <p>C_e : (mg.L⁻¹) la concentration à l'équilibre</p> <p>Q_m : (mg.g⁻¹) la quantité maximale adsorbée.</p> <hr/> <p>C_0 : Concentration initiale du soluté dans la solution en mg.l⁻¹</p> <p>R_L : Indique la nature de l'adsorption :</p> <p>$R_L > 1$: Adsorption défavorable</p> <p>$R_L < 1$: Adsorption favorable</p> <p>$R_L = 0$: Adsorption irréversible</p> <p>$R_L = 1$: Adsorption linéaire</p>
Freundlich	<i>Formule</i>	$Q_e = k_F C_e^{\frac{1}{n}}$ (Eq 3-9)
	<i>Après linéarisation</i>	$\ln Q_e = \ln k_F + \frac{1}{n} \ln C_e$ (Eq 3-10)
		<p>Q_e : Capacité d'adsorption à l'équilibre en (mg/g).</p> <p>C_e : Concentration résiduelle du substrat en (mg/L).</p> <p>k_F : Coefficient d'adsorption de Freundlich.</p> <p>n : Intensité d'adsorption.</p>

CHAPITRE III. LE CHARBON ACTIF

Références :

- [1] Gaurav, S., Shweta, S., Amit, K., Chin, W, L., Mu., Naushad., Shehnaz., Jibran, I. Florian J. Stadler. (2022). Activated Carbon as Superadsorbent and Sustainable Material for Diverse Applications. *Adsorption Science & Technology*, 2022, 1-21.
- [2] Rodríguez-reinoso, F. (1998). The role of carbon materials in heterogeneous catalysis. *Carbon*, 36, 159–175.
- [3] Harris, P. J. F., Liu, Z., Suenaga, K. (2008). Imaging the atomic structure of activated carbon. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 20, 362201-362207
- [4] Ayrat Catherine. (2009). Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif. Thèse de doctorat.
- [5] Hall, C. R., Sing, K. S. W. (1988). Protection-The Black Art. *Chemistry in Britain*, 24, 670-695.
- [6] Khan, F. I., Kr. Ghoshal, A. (2000). Removal of Volatile Organic Compounds from polluted air. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, 13, 527–545.
- [7] Nicolas Kania. (2010). Utilisations de charbons actifs dans des procédés d'adsorption de Composés Organiques Volatils et des procédés de catalyse dans l'eau. Thèse de doctorat.
- [8] Wang, J., Wang, R., Ma, J., Sun, Y. (2022). Study on the Application of Shell-Activated Carbon for the Adsorption of Dyes and Antibiotics. *Water*, 14, 3752-3770.
- [9] Morlay, C., Laidin, I., Chesneau, M., Joly, J, P. (2006) Charbons actifs et traitement des eaux. *L'actualité chimique*, 95, 295-296.
- [10] Vargas, A. M. M., Cazetta, A. L., Garcia, C. A., Moraes, J. C. G., Nogami, E. M., Lenzi, E., Almeida, V. C. (2011). Preparation and characterization of activated carbon from a new raw lignocellulosic material: Flamboyant (*Delonix regia*) pods. *Journal of Environmental Management*, 92, 178–184.
- [11] Nikolaeva, T.N., Lapshin, P.V., Zagorskina, N.V. (2022). Method for Determining the Total Content of Phenolic Compounds in Plant Extracts with Folin–Denis Reagent and Folin–Ciocalteu Reagent: Modification and Comparison. *Russ J Bioorg Chem*, 48, 1519–1525.
- [12] Melouki Soriya. (2021). Synthèse, caractérisation de charbons actifs fonctionnalisés et étude de leurs applications en élimination de polluants. Thèse de doctorat.

CHAPITRE III. LE CHARBON ACTIF

- [13] Rodríguez-Reinoso, F., Molina-Sabio, M. (1998). Textural and chemical characterization of microporous carbons. *Advances in Colloid and Interface Science*, 76, 271–294.
- [14] Rodríguez-Reinoso, F. (2002). Production and Applications of Activated Carbons. *Handbook of Porous Solids*, 3, 1766–1827.
- [15] Valérie Jeanne-Rose, Axelle Durimel, Nady Passé-Courtin et Sarra Gaspard, (2017) Les charbons actifs pour le traitement des eaux usées. *Eaux industrielles contaminées*, 1, 241-273.
- [16] Hamad Taous. (2020). Synthèse, Mise en forme et Caractérisation de nouveaux Matériaux Pour le Traitement d'Effluents par Différents Procédés. Thèse de doctorat.
- [17] Reffas. (2010). Etude de l'adsorption de colorants organiques (Rouge Nylosan et Bleu de Méthylène) sur des charbons actifs préparés à partir du marc de café. Thèse de doctorat.
- [18] Bahnes Zohra. (2018). Activation des noyaux de jujube pour l'obtention d'un charbon actif. Thèse de doctorat.
- [19] Nordine Narimane. (2018). Etude expérimentale du potentiel d'adsorption de polluants métalliques sur la sciure de bois brute et modifiée. Analyse cinétique et thermodynamique. Thèse de doctorat.
- [20] Atkins, P., de Paula, J. (2006). *Physical Chemistry* (8th ed.). Oxford University Press, 23, 51-62.
- [21] Helfferich, F. G. (1985). Principles of adsorption and adsorption processes. *AIChE Journal*, 31, 523–524.
- [22] Sing, K. S. W. (1985). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure and Applied Chemistry*, 57, 603-619.
- [23] Stumm, W., Morgan, J.J. (1996). *Aquatic Chemistry: Chemical Equilibria and Rates in Natural Waters*, 1, 458-465.
- [24] Foo, K. Y., Hameed, B. H. (2010). Insights into the modeling of adsorption isotherm systems. *Chemical Engineering Journal*, 156, 2-10.
- [25] Chawki Djelloul. (2014). Expérimentation, modélisation et optimisation de l'adsorption des effluents textiles, Thèse de doctorat.

CHAPITRE III. LE CHARBON ACTIF

- [26] Song, H., Jiao, F., Jiang, X., Yu, J., Chen, X., Du, S. (2013). Removal of vanadate anion by calcined Mg/Al-CO₃ layered double hydroxide in aqueous solution. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 23, 3337–3345.
- [27] Jonathan Lao. (2007). Caractérisation par micro-faisceau d'ions des réactions physico-chimiques induites in vitro par des verres bioactifs nanostructurés élaborés par la méthode sol-gel. Thèse de doctorat.
- [28] Boumediene Fatiha. (2022). Traitement des effluents industriels par adsorption sur différentes matrices solides (biomasse). Thèse de doctorat.
- [29] Sing, K. S. W. (1982). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Provisional). *Pure and Applied Chemistry*, 54, 2201–2218.
- [30] Giles, C. H., Smith, D., Huitson, A. (1974). A general treatment and classification of the solute adsorption isotherm. I. Theoretical. *Journal of Colloid and Interface Science*, 47, 755–765.
- [31] Boudia Rabia. (2021). Etude comparative de l'élimination de colorants textiles par deux adsorbants : naturel et activé. Thèse de doctorat.
- [32] H. M. F. Freundlich. (1906). Over the Adsorption in Solution. *The Journal of Physical Chemistry*, 57, 385-471.

Chapitre IV

Matériel et méthodes

CHAPITRE IV. MATERIEL ET METHODES

La consommation du café engendre d'énormes quantités de déchet en de marc de café. Une fois jeté dans la nature, ce dernier devient une source de pollution, contribuant ainsi à la perturbation des écosystèmes. Par conséquent, il est important d'optimiser la valorisation du marc de café tout en minimisant l'impact sur l'environnement, afin de contribuer à la gestion durable de ce déchet.

Dans cette partie, une étude de valorisation innovante du marc de café a été réalisée. Ainsi, ce projet a donné naissance à deux voies ; en effectuant une extraction des polyphénols contenus dans le marc de café, ainsi qu'une activation de la matière sèche récupérée issue de l'extraction ainsi que le marc de café directement séché afin d'obtenir du charbon actif.

Ce travail a été réalisé au niveau des laboratoires de recherches et pédagogiques des départements de chimie et de pharmacie de l'Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou. Cette étude a été menée en suivant un enchaînement spécifique, commençant par la collecte et le séchage du marc de café. Ensuite, des extractions des polyphénols ont été effectuées en utilisant diverses méthodes et différents solvants. Une fois l'extraction terminée, le marc de café issu de l'extraction par soxhlet a été utilisé pour préparer des charbons actifs. Parallèlement, des charbons actifs ont été préparés directement à partir du marc de café séché.

Chapitre V.
Extraction et dosage des
polyphénols

CHAPITRE V. EXTRACTION ET DOSAGE DES COMPOSES PHENOLIQUES

Dans cette partie, sont présentés l'ensemble des résultats obtenus lors de l'étude de l'extraction des polyphénols à partir du marc de café. Ainsi, l'accent sera mis sur les méthodes et les solvants utilisés, en examinant particulièrement le rendement des extractions, la teneur en polyphénols et flavonoïdes totaux présents dans nos échantillons. Aussi, sera mise en évidence une interprétation des résultats obtenus grâce aux analyses quantitative et qualitative effectuées par chromatographie liquide à haute performance (HPLC).

I. RENDEMENT D'EXTRACTION DES COMPOSES PHENOLIQUES

Les rendements de l'extraction des polyphénols issus du marc de café à partir des différentes méthodes d'extraction et une variété de solvants ont été calculés par la formule suivante :

Les rendements d'extraction des polyphénols obtenus sont représentés par l'histogramme et le tableau de la figure V.1.

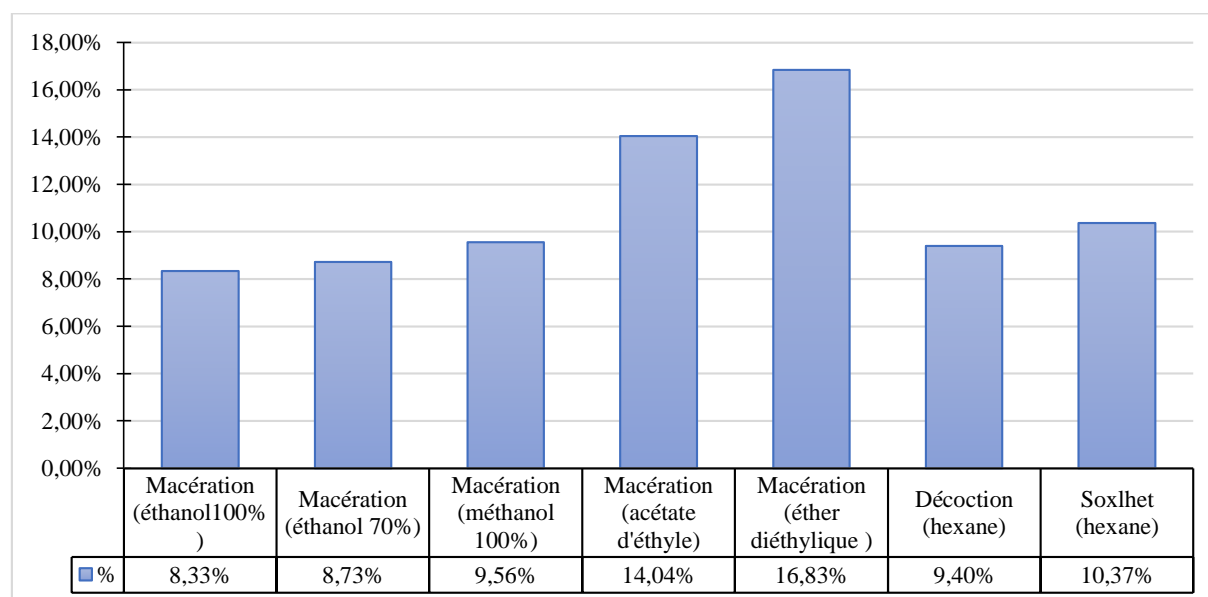


Figure V.1. Rendements d'extraction des composés phénoliques dans différents extraits de marc de café.

Il a été constaté, que les extractions par macération dans des solvants organiques tels que l'acétate d'éthyle et l'éther diéthylique ont donné les meilleurs rendements d'extraction, avec respectivement 14,04% et 16,83%.

Quant à la macération dans le méthanol (100%), elle a conduit à un rendement de 9,56%, suivi de près par la macération dans l'éthanol (70%) et l'éthanol (100%), qui ont donné des rendements de 8,73% et 8,33%, respectivement.

Tandis que l'extraction dans l'hexane en utilisant le Soxhlet et la décoction ont données respectivement des rendements de 10,37% et 9,40%. L'équipe d'Andrade ont obtenus des résultats proches de ceux qu'on a trouvés, en variant le solvant employé lors de l'extraction par Soxhlet. En effet, des rendements d'extrait de 12%, 10,8%, 11,8% et 15% ont été obtenu en utilisant respectivement l'hexane, dichlorométhane, l'acétate d'éthyle, éthanol [1].

Ces résultats mettent en évidence l'influence significative de la méthode d'extraction et du solvant utilisé sur le rendement global de l'extraction des polyphénols [2]. La solubilité des composés phénoliques est influencée par la polarité des solvants utilisés. En effet, la diversité des composés polyphénoliques, leur variabilité structurale, leur sensibilité à la dégradation ainsi que leur polarité rendent leur extraction sensible à plusieurs paramètres [3].

II. DOSAGE ET IDENTIFICATION DES COMPOSES PHENOLIQUES

Dans cette partie, le dosage et l'identification des composés phénoliques sera effectuée. Pour cela, des analyses UV afin de quantifier les polyphénols totaux et les flavonoïdes totaux ont été réalisés. Enfin, pour une analyse plus approfondie, des analyses par HPLC ont été réalisées pour une identification plus précise des composés phénoliques présents.

II.1. Analyse des composés phénoliques par spectrophotométrie UV-visible

L'analyse des composés polyphénoliques présents dans le marc de café par la spectrophotométrie se distingue par sa précision et sa simplicité. En utilisant cette technique, les polyphénols totaux et les flavonoïdes totaux contenus dans le marc de café peuvent être quantifiés. Ainsi, les résultats obtenus offrent un premier aperçu de sa composition chimique.

II.1.1. Estimation de la teneur en polyphénols totaux

L'estimation de la teneur totale en polyphénols a été effectuée et la courbe d'étalonnage a été établie en utilisant de l'acide gallique (figures V.2).

CHAPITRE V. EXTRACTION ET DOSAGE DES COMPOSES PHENOLIQUES

La figure 3 représente les données indiquant la concentration totale de polyphénols dans les échantillons obtenus lors des différentes extractions, mesurée en milligrammes d'équivalents d'acide gallique par gramme de matière sèche (mg EAG/g).

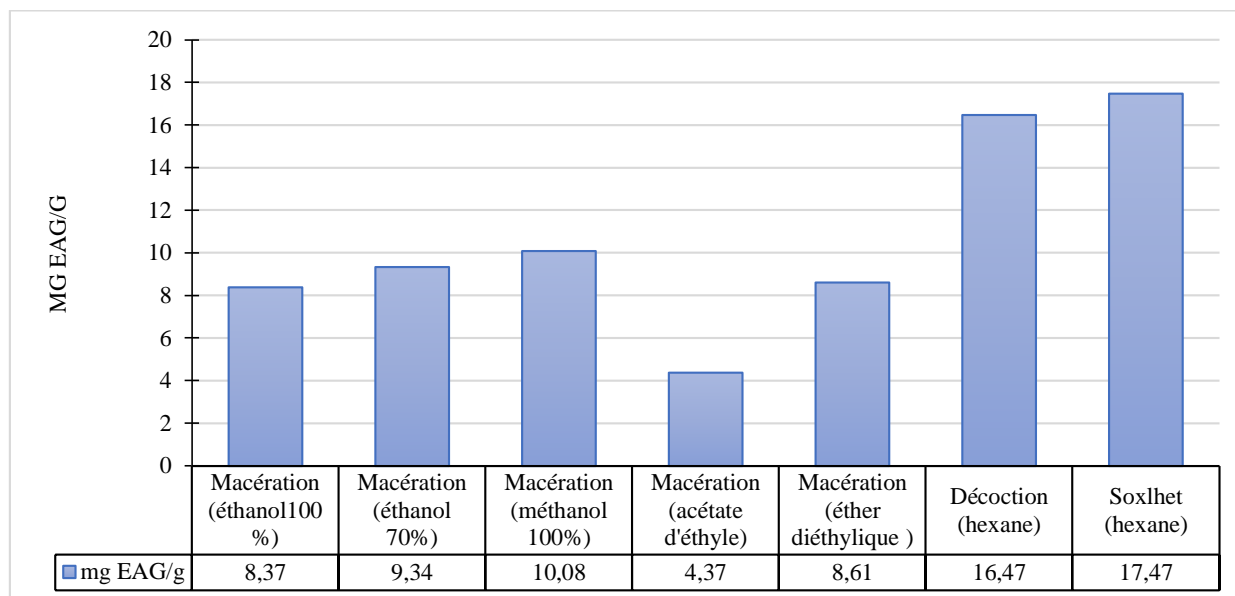


Figure V.2. Estimation de la teneur en polyphénols totaux dans différents extraits de marc de café.

Il est à noter que les méthodes d'extraction utilisant le méthanol, l'éthanol (à 70% ou à 100%), et l'éther diéthylique ont réussi à extraire des quantités significatives de polyphénols, variant de 8,37 mg EAG/g à 10,08 mg EAG/g. Ces résultats sont très proches de ceux obtenus par Seo et al quand ils ont réalisé leur macération dans l'éthanol 70 % en variant le temps (de 20 minutes à 90 minutes) et la température d'extraction (de 20°C à 60°C) [4]. À l'inverse, la méthode d'extraction impliquant l'acétate d'éthyle n'a pu extraire qu'une quantité nettement plus modeste, atteignant seulement 4,37 mg EAG/g.

Ceci s'explique par le fait que l'extraction des composés phénoliques dépend fortement de la polarité des solvants utilisés. Par conséquent, les mélanges (solvant organique/eau) contribuent à l'augmentation de la solubilité des polyphénols dans le milieu d'extraction mais cette solubilité dépend aussi du nombre de groupements hydroxyles, du poids moléculaire et de la longueur de la chaîne carbonique du squelette de ces molécules [3][4].

Les méthodes de décoction et Soxhlet se sont démarquées en fournissant les concentrations les plus élevées de polyphénols totaux extraits, avec respectivement 16,47 mg EAG/g et 17,47 mg EAG/g. Dans les mêmes conditions de l'extraction par soxhlet, en utilisant l'éthanol comme solvant, Rafael C et ces co-équipiers ont eu 18 mg EAG/g mais seulement

6mg EAG/g en utilisant l'hexane [5]. L'augmentation de la teneur en polyphénols extraite en utilisant ces deux méthodes est probablement dus à l'effet de la chaleur appliquée [6]. D'autre part, la méthode d'extraction par Soxhlet constitue un procédé continu et performant. En effet, elle permet d'extraire les composants souhaités de manière efficace, tout en demandant moins de temps et de solvant que la macération [7].

Ces observations permettent de souligner que le choix de la méthode d'extraction exerce une influence significative sur la quantité de polyphénols extraite, avec des méthodes comme la décoction et Soxhlet qui se sont avérées particulièrement efficaces pour l'extraction des polyphénols du marc de café.

II.1.2. Estimation de la teneur en flavonoïdes totaux

La teneur totale en flavonoïdes est un paramètre important à étudier en vue de l'importance de ces molécules. La figure V.4 représente la courbe d'étalonnage réalisée en utilisant la quercétine.

Dans la figure V.5 sont indiquées les teneurs en flavonoïdes dans les différents extraits obtenus.

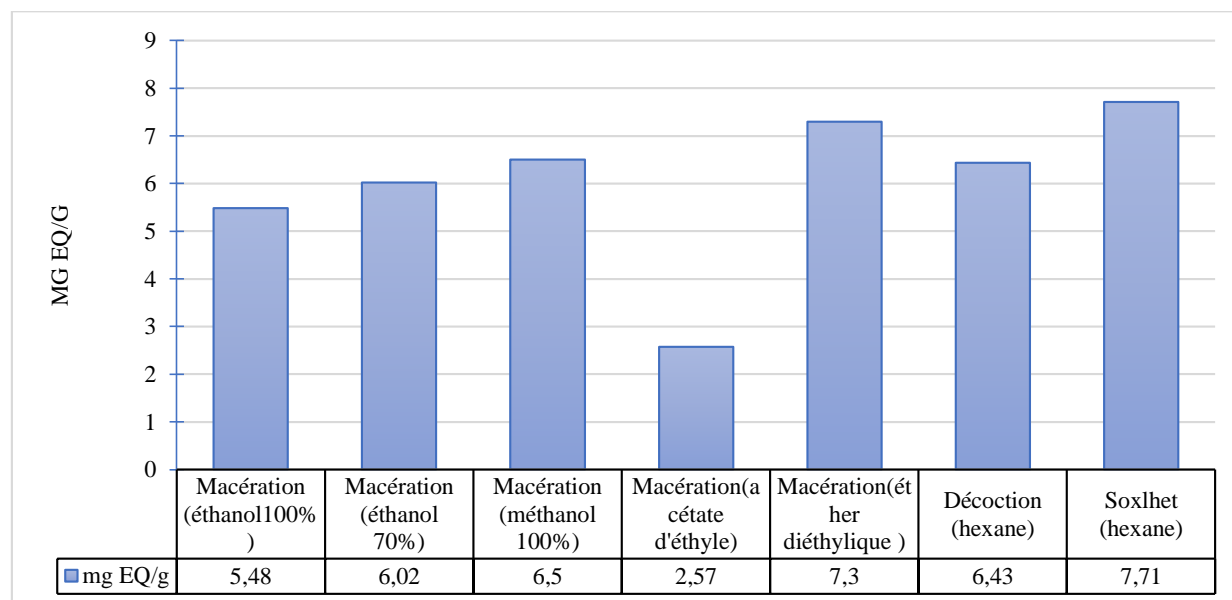


Figure V.3. Estimation de la teneur en flavonoïdes totaux dans les différents extraits du marc de café.

- Les résultats obtenus révèlent des variations significatives en fonction de la méthode d'extraction et du solvant utilisé. La macération avec l'éther diéthylique et la méthode de

Soxhlet ont produit les teneurs les plus élevées en flavonoïdes totaux parmi toutes les méthodes testées, avec les valeurs respectives de 7,3 mgEQ/g et 7,71 mgEQ/g.

- En comparaison, la macération en utilisant l'éthanol à 100% a donné une teneur de 5,48 mgEQ/g et l'éthanol à 70% a donné 6,02 mgEQ/g, tandis que le méthanol à 100% a abouti à 6,5 mgEQ/g. D'autre part, l'acétate d'éthyle a produit la teneur la plus basse de 2,57 mgEQ/g. La décoction a généré un résultat de 6,43 mgEQ/g.

Les résultats obtenus lors de cette étude sont supérieurs à ceux obtenus par C. Sosal et ces collaborateurs [8] qui ont abouti à une quantité de flavonoïdes qui varie entre 1,09 mg EQ/g et 3,49 mg EQ/g en utilisant une macération dans l'eau distillé. Ces données indiquent que le choix de la méthode d'extraction et du solvant peut considérablement influencer la teneur en flavonoïdes totaux des échantillons de marc de café.

En conclusion, les résultats obtenus soulignent l'impact majeur du choix de la méthode d'extraction et du solvant sur les niveaux de polyphénols et de flavonoïdes dans le marc de café. Les méthodes comme la décoction et Soxhlet ont montré une efficacité élevée grâce à la chaleur. Les solvants tels que l'éther diéthylique ont obtenu les valeurs les plus élevées de flavonoïdes. Le choix de la méthode d'extraction est crucial pour cibler des composés spécifiques, la diversité des méthodes d'extraction a un impact significatif sur la qualité et la quantité des extraits de marc de café, nécessitant une sélection judicieuse pour des applications spécifiques.

II.2. Analyse des composés phénoliques par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)

Afin d'étudier avec précision et exhaustivité les composés phénoliques issus du marc de café, la chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) a été utilisée. Les résultats obtenus permettent d'obtenir une meilleure perception de la quantité et de la qualité des polyphénols extraits à l'aide des différents procédés d'extraction.

II.2.1. Chromatogrammes des étalons

L'examen d'un mélange d'étalons comprenant de l'acide gallique, de la catéchine, de l'acide caféique, de l'acide *p*-coumarique, de la rutine, de l'acide cinnamique et de la quercétine a été effectué à deux longueurs d'onde (260 nm et 320 nm).

II.2.2. Résultats des analyses des échantillons

CHAPITRE V. EXTRACTION ET DOSAGE DES COMPOSES PHENOLIQUES

Le tableau V.1 représente différents types de polyphénols identifiés par l'HPLC dans les extraits de marc de café préparés en fonction de la méthode d'extraction et du solvant utilisé.

Tableau V.1. Composés identifiés dans les extraits du marc de café.

Méthode d'extraction	Type de polyphénols identifié
Macération (éthanol 100%)	Acide caféique, acide cinnamique, quercétine
Macération (éthanol 70%)	Acide caféique, acide cinnamique
Macération (méthanol 100%)	Acide caféique, acide cinnamique, quercétine
Macération (acétate d'éthyle)	Acide caféique, acide cinnamique, quercétine
Macération (éther diéthylique)	Acide caféique, acide cinnamique, quercétine
Décoction (hexane)	Acide caféique
Soxhlet (hexane)	Acide caféique

Les résultats de cette étude ont montré que trois composés sur les sept de la solution d'étalonnage ont été identifiés dans les extraits polyphénoliques issus du marc de café, à savoir l'acide caféique, l'acide cinnamique et la quercétine.

D'autres composés polyphénoliques ont été isolés dans les extraits du marc de café tels que l'acide chlorogénique, caféique, ellagique, trans-férulique, gallique, p-hydroxybenzoïque, p-coumarique, protocatéchique et acides tanniques, la catéchine, l'épicatéchine, la rutine et la quercétine, en utilisant une variété de solvant [9][10].

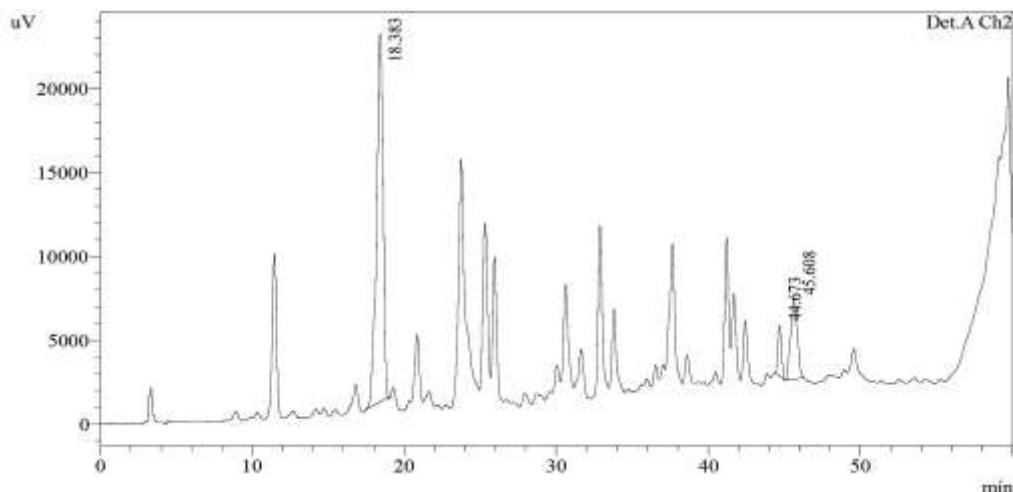


Figure V.2. Chromatogramme de l'extrait de MC par macération dans l'éthanol 100%.

II.2.3. Quantification des résultats d'analyses des échantillons

Les résultats des analyses par HPLC des extraits du marc de café sont présentés dans les histogrammes suivants, et les valeurs obtenues sont exprimées en mg/g (de matière extraite).

- **L'acide caféique**

L'histogramme représenté dans la figure V.7 illustre la teneur en acide caféique contenu dans les différents extraits du marc de café.

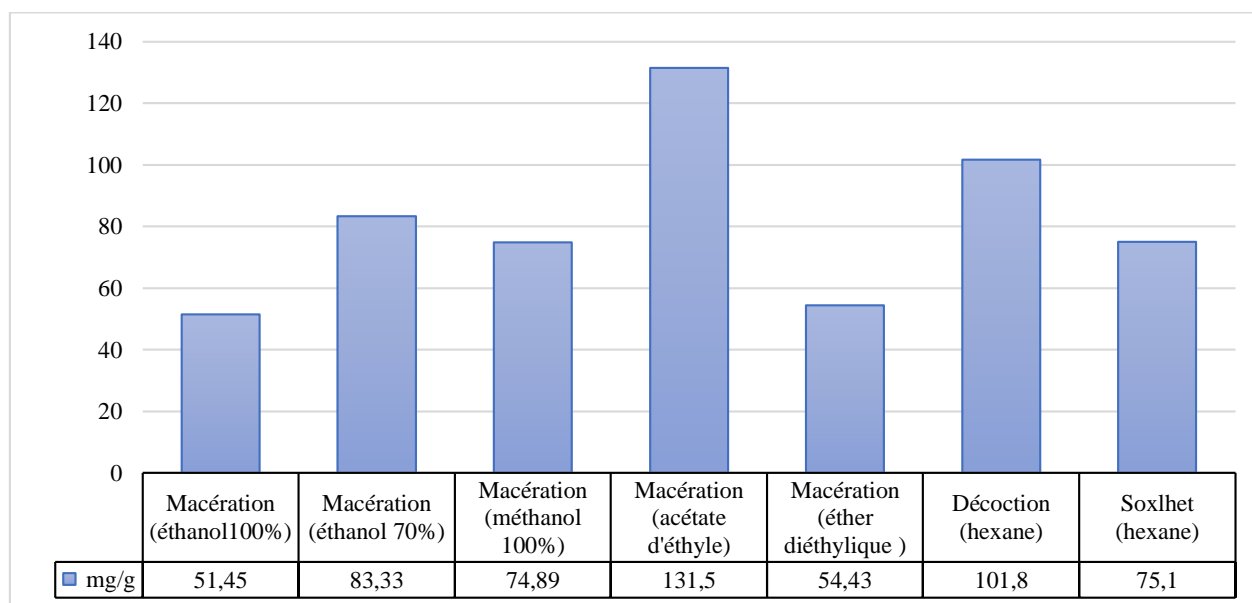


Figure V.4. Estimation de la teneur en acide caféique dans les différents extraits issus du marc de café.

Les résultats de l'identification de la teneur en acide caféique par HPLC dans les extraits obtenus à partir du marc de café révèlent que la macération dans l'acétate d'éthyle a conduit à la plus grande concentration en acide caféique avec 131,5 mg/g. Aussi, la macération avec de l'éthanol à 100% a produit la plus faible teneur en acide caféique, mesurée à 51,45 mg/g. En revanche, l'utilisation d'éthanol à 70% a donné une concentration significativement plus élevée de 83,33 mg/g.

De même, la macération avec du méthanol à 100% a généré une teneur en acide caféique de 74,89 mg/g. Quant à la méthode par décoction, celle-ci a produit une teneur en acide caféique de 101,8 mg/g, tandis que la méthode Soxhlet a donné un résultat de 75,1 mg/g. la présence significative d'acide caféique dans les extraits s'explique par sa stabilité chimique [11]. Ainsi, les résultats obtenus lors de cette étude se rapprochent fortement de ceux obtenus par Zengin et coll. [12] en utilisant l'extraction assistée par ultrasonore utilisant une variété de solvants.

- **L'acide cinnamique**

La figure V.8 indique l'histogramme de la teneur de l'acide cinnamique identifié dans les différentes extractions obtenues du marc de café.

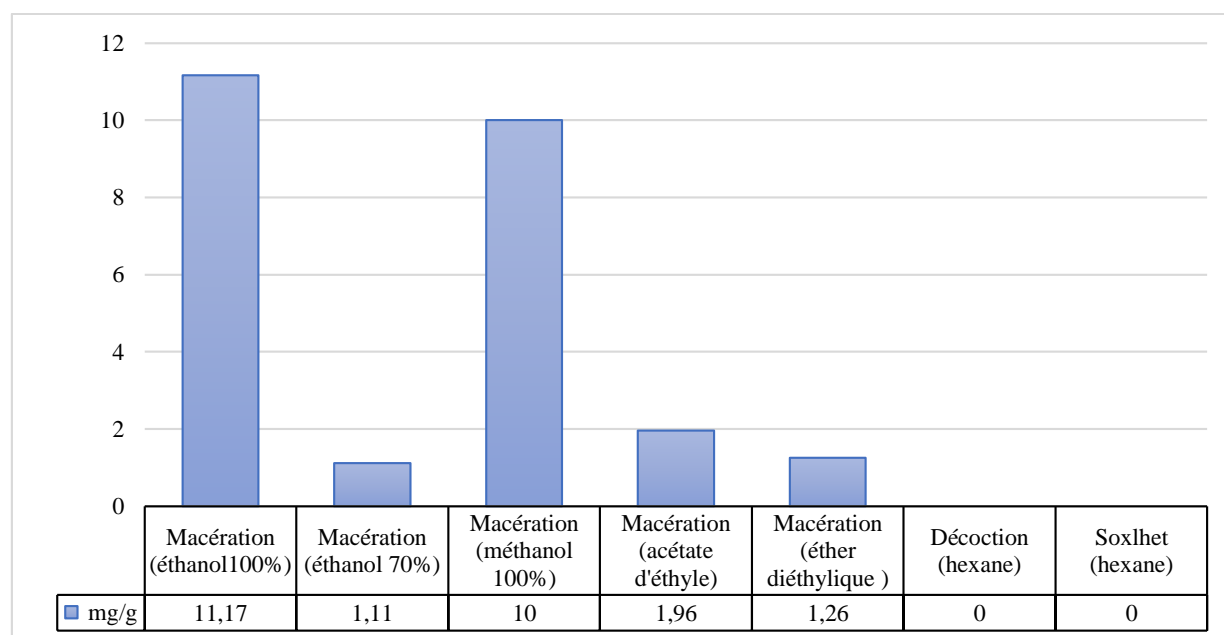


Figure V.5. Estimation de la teneur en acide cinnamique dans différents extraits de marc de café.

En ce qui concerne l'acide cinnamique, les résultats obtenus montrent en général une faible teneur de ce composant. La méthode d'extraction ayant produit la plus grande teneur en

CHAPITRE V. EXTRACTION ET DOSAGE DES COMPOSES PHENOLIQUES

acide cinnamique est la macération avec de l'éthanol à 100%, atteignant 11,17 mg/g, suivie par la macération avec du méthanol à 100%, qui a conduit à une concentration de 10 mg/g.

En revanche, les macérations avec de l'acétate d'éthyle, de l'éther diéthylique et de l'éthanol à 70% ont généré des concentrations beaucoup plus faibles, respectivement de 1,96 mg/g, 1,26 mg/g et 1,11 mg/g. Enfin, pour les méthodes de décoction et Soxhlet, aucune trace d'acide cinnamique n'a été détectée (0 mg/g). En effet, Ces résultats sont semblables à ceux de la littérature [13], car l'acide cinnamique peut se transformer en différents composés lors de la torréfaction du café notamment en acide caféique [14].

- **La quercétine**

Le graphique représenté dans la Figure V.9 illustre les concentrations de quercétine contenues dans les extraits polyphénoliques issus du marc de café.

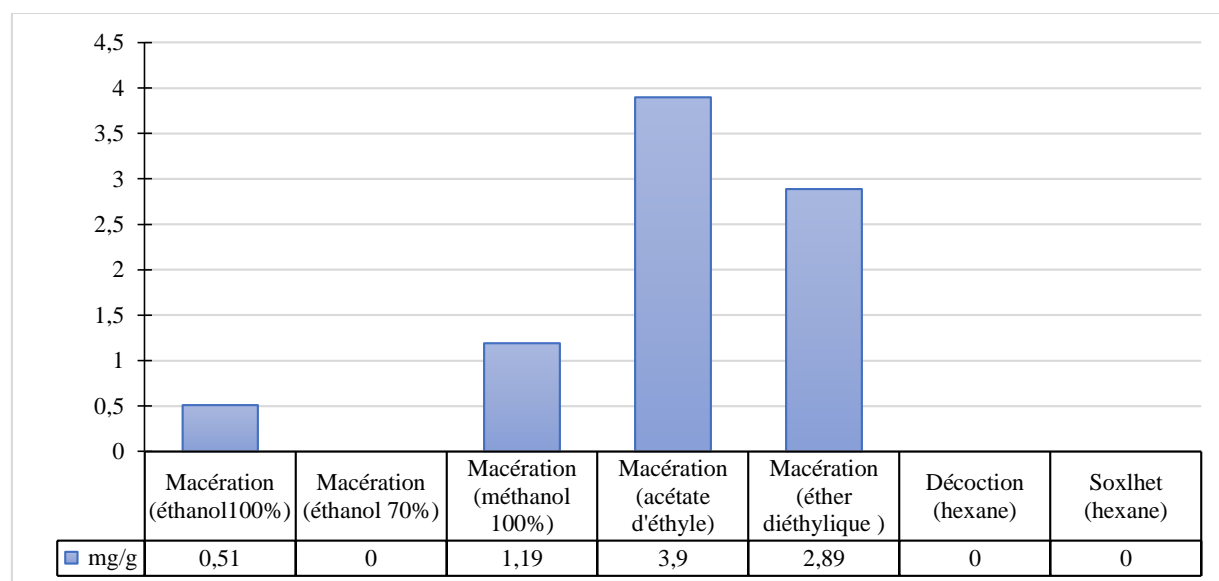


Figure V.6. Estimation de la teneur en quercétine dans différents extraits de marc de café.

Les résultats de l'analyse de la teneur en quercétine dans les extraits du marc de café indiquent des concentrations globalement modestes, elle est même nulle pour les méthodes de macération utilisant de l'éthanol à 70%, la décoction et la méthode Soxhlet. En effet, la nature des composés bioactifs extraits du marc de café dépend de plusieurs facteurs tels que le type de café, la technique de production de café, les conditions de stockage de café ainsi que la méthode employée lors de l'extraction des composés phénoliques. Par conséquent, l'intensification de la torréfaction du café par exemple, réduit la teneur de certains composés et valorise la teneur de certains d'autres [15].

CHAPITRE V. EXTRACTION ET DOSAGE DES COMPOSES PHENOLIQUES

La méthode d'extraction qui a généré la concentration la plus élevée en quercétine est la macération avec de l'acétate d'éthyle, atteignant 3,9 mg/g, suivie par macération avec de l'éther diéthylique, où la teneur a atteint 2,89 mg/g, la macération avec du méthanol à 100%, qui a produit une concentration de 1,19 mg/g et finalement la macération avec de l'éthanol à 100% a donné une teneur en quercétine nettement plus basse, seulement 0,51 mg/g. Ainsi, les résultats auxquelles a abouti cette étude sont supérieurs à ceux obtenus par Angeloni et Coll. (entre 3,15 µg/g et 3,96 µg/g) en utilisant l'extraction assistée par ultrasons et en variant également les solvants [16].

En conclusion, l'analyse des extraits du marc de café obtenus à partir des différentes méthodes d'extraction révèle des variations significatives dans la teneur en composés phénoliques, notamment l'acide caféïque, l'acide cinnamique et la quercétine. L'acide caféïque se distingue comme le composé le plus abondant identifié dans nos extraits, atteignant une concentration de 131,5 mg/g lors de la macération dans l'acétate d'éthyle. En revanche, l'acide cinnamique et la quercétine se sont révélés présents en quantités nettement moindres dans l'ensemble de nos extraits. Ces observations soulignent l'importance capitale du choix de la méthode d'extraction et du solvant dans l'extraction des polyphénols contenus dans le marc de café. De plus, l'utilisation d'un mélange d'étalonnage comprenant une gamme plus large d'étalons dans les analyses par HPLC pourrait permettre la détection d'autres composés phénoliques présents.

CHAPITRE V. EXTRACTION ET DOSAGE DES POLYPHENOLS

Références :

- [1] Andrade, K. S., Gonçalves, R. T., Maraschin, M., Ribeiro-do-Valle, R. M., Martínez, J., & Ferreira, S. R. S. (2012). Supercritical fluid extraction from spent coffee grounds and coffee husks: Antioxidant activity and effect of operational variables on extract composition. *Talanta*, 88, 544–552.
- [2] Bourgou, S., Beji, R.S., Medini, F., & Ksouri, R. (2016). Effet du solvant et de la méthode d'extraction sur la teneur en composés phénoliques et les potentialités antioxydantes d'*Euphorbia helioscopia*, *Journal of new sciences, Agriculture and Biotechnology*, 28, 1649-1655.
- [3] Zam, W., Bashour, G., Abdelwahed, W., Khayata, W. (2012). Effective extraction of polyphenols and proanthocyanidins from Pomegranate's peel. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 4, 675-682.
- [4] Seo, H. S., Park, B. H. (2019). Phenolic compound extraction from spent coffee grounds for antioxidant recovery. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 36, 186–190.
- [5] Rafael. N. C., Chumo, D. A. C., Peredo, A. S. G., & Oseguera, P. I. J. (2023). Influence of the solvent on the extraction of phenolic compounds from the coffee grounds by Soxhlet Leaching. *Revista Ingenieria E Investigacion*, 43, 1-7
- [6] Durling, N., catchpole, O., grey, J., webby, R., mitchell, K., foo, L., perry, N. (2007). Extraction of phenolics and essential oil from dried sage (*Salvia officinalis*) using ethanol–water mixtures. *Food Chemistry*, 101, 1417–1424.
- [7] Mohammedi, Z., Atik, F, A. (2011). Impact of solvent extraction type on total polyphenols content and biological activity from *Tamarix aphylla* (L.) Karst. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 2, 609-615.
- [8] Sousa, C., Gabriel, C., Cerqueira, F., Manso, M, C., Vinha, A, F. (2015). Coffee industrial waste as a natural source of bioactive compounds with antibacterial and antifungal activities. *Formatex*, 1, 131-136.
- [9] Kovalcik, A., Obruca, S., & Marova, I. (2018). Valorization of spent coffee grounds: A review. *Food and Bioproducts Processing*, 110, 104–119.

CHAPITRE V. EXTRACTION ET DOSAGE DES POLYPHENOLS

- [10] Choi, B., Koh, E., (2017). Spent coffee as a rich source of antioxidative compounds. *Food Sci. Biotechnol.* 26, 921–927.
- [11] Khan, S, S., Iqbal, M, A., Majid, A, M, S, A. (2016). Effect of crystallization of caffeic acid enhanced stability and dual biological efficacy. *Cogent biology*, 2, 1-8.
- [12] Zengin, G., Sinan, K, I., Mahomoodally, M, F., Angeloni, S., Mustafa, A, M., Vittori, S., Maggi, F., Caprioli, G. (2020). Chemical Composition, Antioxidant and Enzyme Inhibitory Properties of Different Extracts Obtained from Spent Coffee Ground and Coffee Silverskin. *Foods*, 9, 713-730.
- [13] Vu, D. C., Vu, Q., Huynh, L., Lin, C. H., Alvarez, S., Vo, X. T., & Nguyen, T. H. (2021). Evaluation of fatty acids, phenolics and bioactivities of spent coffee grounds prepared from Vietnamese coffee. *International Journal of Food Properties*, 24, 1548- 1558
- [14] Guyot, B., Bosquette, B., Pina, M., & Graille, J. (1997). Esterification of phenolic acids from green coffee with an immobilized lipase from *Candida Antarctica* in solvent-free medium. *Biotechnology Letters*, 19, 529-532.
- [15] Hussein, H. M., Abouamer, W., Ali, H. S., El-Khadragy, M. F., Yehia, H. M., & Farouk, A. (2022). The valorization of spent coffee ground extract as a prospective insecticidal agent against some main key pests of *Phaseolus vulgaris* in the laboratory and field. *Plants*, 11, 1124-1139.
- [16] Angeloni, S., Freschi, M., Marrazzo, P., Hrelia, S., Beghelli, D., Juan-García, A., Caprioli, G., Sagratini, G., & Angeloni, C. (2021). Antioxidant and Anti-Inflammatory profiles of spent coffee ground extracts for the treatment of neurodegeneration. *Oxidative Medicine and Cellular Longevity*, 2021, 1-19.

Chapitre VI

Caractérisation et absorption sur charbon actif

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Cette partie est consacré à la présentation des résultats obtenus dans l'étude des différents charbons actifs préparés à partir du marc de café tels qu'expliqué précédemment. Premièrement, les matériaux ont été caractérisés en utilisant plusieurs techniques (la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie infrarouge (FTIF) ainsi que l'analyse de surface par la méthode BET). De plus, l'étude se penche sur l'adsorption du Maxilon bleu GRL sur les deux charbons actifs activés l'acide phosphorique et les différents paramètres qui peuvent influencés cette adsorption, dans le but d'évaluer leurs capacités à adsorbé les colorants organiques présents dans les effluents industriels.

I. CARACTERISATION DES CHARBONS ACTIFS

Afin de décortiquer les charbons actifs préparés trois techniques ont été utilisés à savoir le MEB, la FTIR et la BET et ce, afin de mieux comprendre leurs structures ainsi que leurs surfaces spécifiques.

I.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La caractérisation texturale par le MEB a permis d'avoir un aperçu sur la texture des charbons actifs préparés. Les figures VI.1 et VI.2 représentent les clichés MEB obtenus à partir du marc de café séché (MC(H₃PO₄) MC(KOH)) et du marc de café récupéré après extraction des polyphénols (MCR(H₃PO₄), MCR(KOH)). Ces derniers ont été activés chimiquement avant qu'ils soient calcinés, ainsi, les charbons actifs obtenus sont : CA(H₃PO₄), CAR(H₃PO₄), CA(KOH) et CAR(KOH).

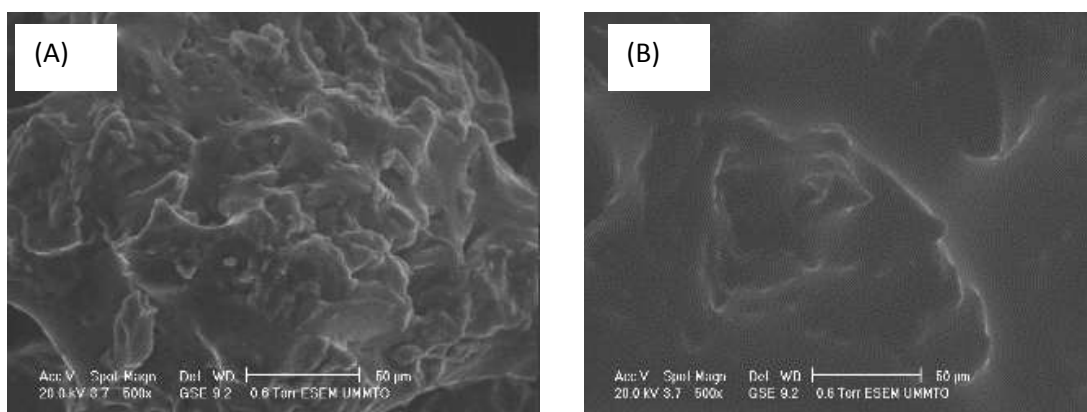


Figure VI.1. Clichés de MEB pour (A). MC(H₃PO₄) et (B). MCR (H₃PO₄).

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

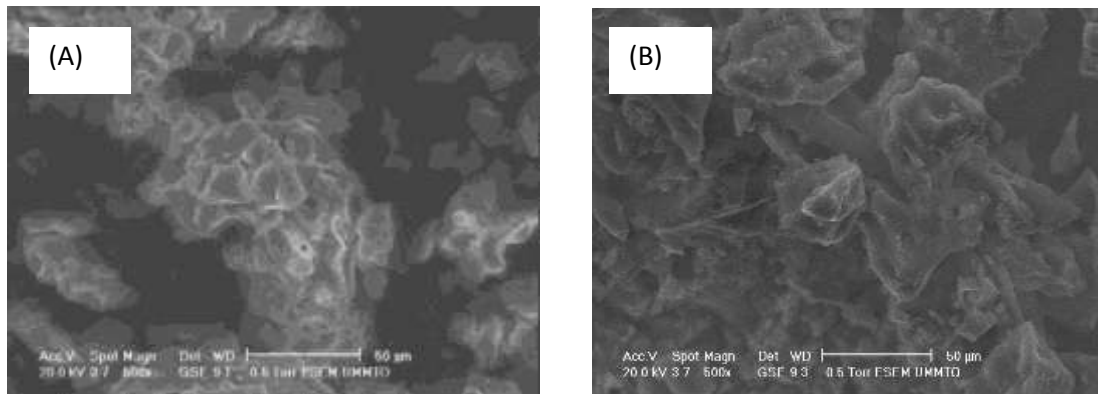


Figure VI.2. Clichés de MEB pour (A). CAR(H₃PO₄) et (B). CA(H₃PO₄).

Les images obtenues par l'analyse MEB révèlent que les charbons actifs CAR (H₃PO₄) et CA (H₃PO₄) ont développés une quantité importante de pores par rapport aux marcs de café MCR(H₃PO₄) et MC (H₃PO₄) activés mais qui n'ont pas été calcinés. Ainsi, les pores visibles dans les charbons actifs obtenus se sont formés car les activateurs chimiques utilisés pour activer le marc de café (H₃PO₄), ainsi que les sous-produits métaboliques produits pendant la carbonisation, ont été éliminés des matériaux. Ce qui confirme que le matériau a été correctement traité pour obtenir les propriétés finales recherchées [1].

Aussi, les résultats obtenus pourraient s'expliquer par la calcination des matériaux carbonés car cette dernière conduit à la décomposition de la matière organique sous l'effet de la haute température. Ainsi et suite au dégagement d'hydrogène et des composés oxygénés des cokes solide à fort taux de carbone, il se forme un résidu solide qui s'organise par la formation de lamelles graphitiques déformées et donne la structure poreuse [2].

I.2. Spectroscopie infrarouge (FTIR)

Les résultats obtenus lors de l'analyse par la spectroscopie infrarouge des marcs de café activés et les différents charbons actifs obtenus sont illustrés dans les Figures VI.3, VI.4 et VI. 5. Tout en précisant que les agents chimiques utilisés pour l'activation des marcs de café sont l'acide phosphorique et l'hydroxyde de potassium qui ont été calcinés respectivement à 450°C et 850°C.

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

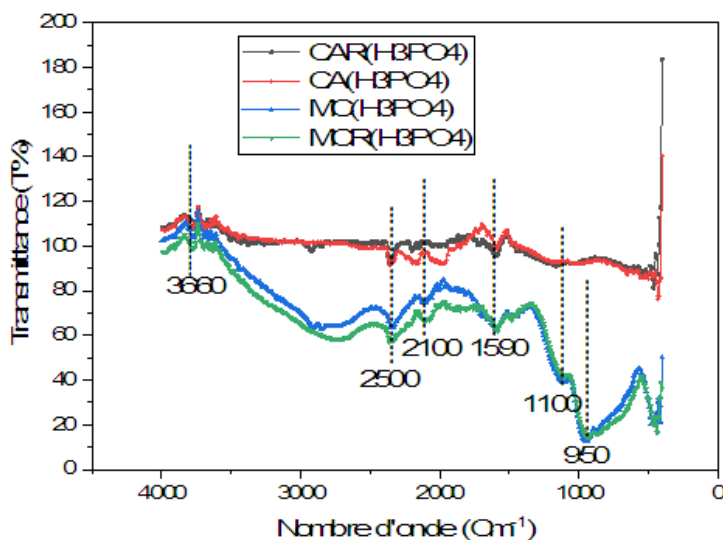


Figure VI.3. Spectres infrarouges des charbons actifs et les Marc de café activés avec H_3PO_4 .

Le tableau VI.1 ci-dessous représente les différentes fonctions chimiques présentes dans les différents matériaux activés avec H_3PO_4 .

Tableau VI.1. Attribution des bandes de vibration des marcs de café activés avec H_3PO_4 et les charbons actifs issus.

Composés	Nombre d'onde (Cm^{-1})	Fonction	Type de vibration	Références
MC(H_3PO_4)	950-1100	C-O, P-O-P, P^+-O^-	Déformation	[3]
	1590	C-C	Valence	[3-6]
MCR(H_3PO_4)	2100-2340	$C\equiv C$		
	2500 à 3000	O-H		
	3660	O-H		
CA(H_3PO_4)	1586	C-C	Valence	[3-5]
	2012-2350	$C\equiv C$		
	3660	O-H		
CAR(H_3PO_4)	1586	C-C	Valence	[3, 5, 7]
	2179-2358	$C\equiv C$		
	3360	O-H		

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

A l'issu de ses résultats, les bandes caractéristiques du charbon actif en utilisant le H_3PO_4 sont de 1586 cm^{-1} , 2179 cm^{-1} , 2358 cm^{-1} , et 3360 cm^{-1} qui sont successivement attribuées aux fonctions C-C, C≡C et O-H. Des résultats similaires ont été trouvés dans la littérature. La bande d'adsorption entre 3000 et 3600 cm^{-1} est caractéristique des vibrations d'étirement des groupes hydroxyles liés par liaison hydrogène (provenant des groupes carboxyles, phénols ou alcools). Les vibrations à 1580 cm^{-1} et 1600 cm^{-1} sont également attribuées aux vibrations C-C dans les cycles aromatiques. La bande autour de 2350 cm^{-1} peut être attribuée à l'étirement de la liaison C≡C [5, 8].

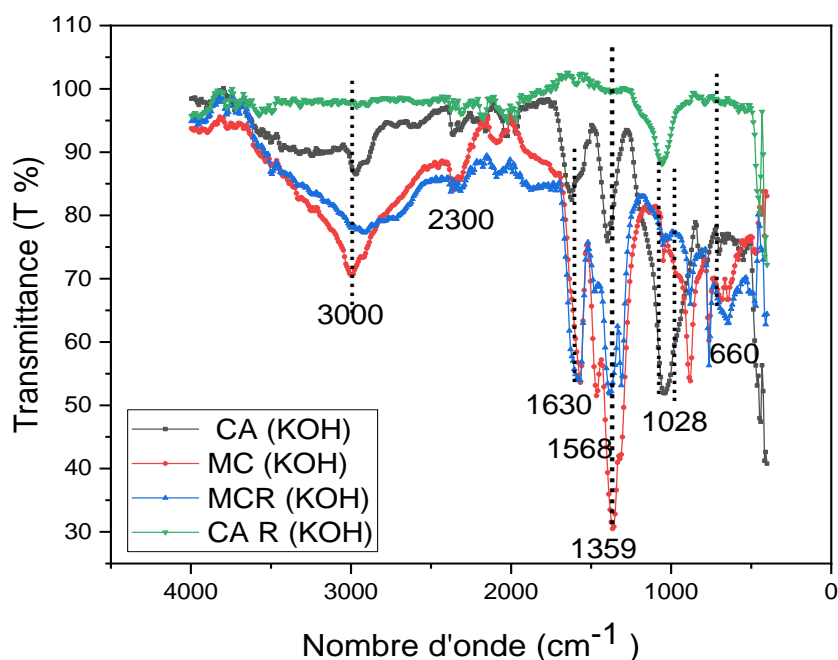


Figure VI.4. Spectres infrarouges des charbons actifs et les Marc de café activés avec KOH

Les tableaux ci-dessous représentent les différentes fonctions chimiques présentes dans les différents matériaux activés avec KOH.

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Tableau VI.2. Attribution des bandes de vibration le marc de café MC (KOH) activé avec KOH et les charbons actifs obtenus.

Composé	Nombre d'onde (Cm ⁻¹)	Fonction	Type de vibration	Références
CA(KOH)	713-792	C-H	Déformation	[9]
	1028	C-O	Valence	[5-6]
	1385-1961-2956	C-H		
	1630	C=C		
	2031-2162-2345	C≡C		
MC(KOH)	660-757-887	C-H	Déformation	[9]
	1053-1481	C-O	Valence	[5-6]
	1359	C-H		
	1568	C=H		
	2083-2362	C≡C		
	3000	OH		

Tableau VI. 3. Attribution des bandes de vibration du marc de café MCR (KOH) activé avec KOH et les charbons actifs obtenus.

Composé	Nombre d'onde (Cm ⁻¹)	Fonction	Type de vibration	Références
MCR(KOH)	1961	C-H	Valence	[5-6]
	2022-2180-2312	C≡C		
	3480-3594	O-H		
CAR(KOH)	643-757-887	C-H	Déformation	[9]
	1045-1400	C-O	Valence	[5-6]
	1315-2922	C-H		
	1586	C-C		
	2083-2319	C≡C		

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

D'après ces résultats, il est remarquable que le charbon actif préparé par activation au KOH montre une apparence des pics entre 643 et 887 cm^{-1} qui sont attribués aux vibrations d'élongation de la liaison C-H dans les structures aromatiques [10]. Les pics 1028 , 1045 et 1400 cm^{-1} peuvent être attribués aux vibrations d'étirement C-O des groupes alcooliques, carboxyliques et lactoniques [11]. Aussi, le pic à 1630 cm^{-1} représente les vibrations d'élongation des liaisons C=C, qui indique la présence des alcènes et de cycles aromatiques [5].

De plus, ces charbons possèdent aussi les mêmes fonctions que les charbons actifs préparés avec H_3PO_4 (C-C, C=C et O-H).

I.3. Analyse de surface par la méthode BET

Les figures (VI.5) et (VI.6) illustrent les isothermes d'adsorption de N_2 sur les différents charbons actifs préparés.

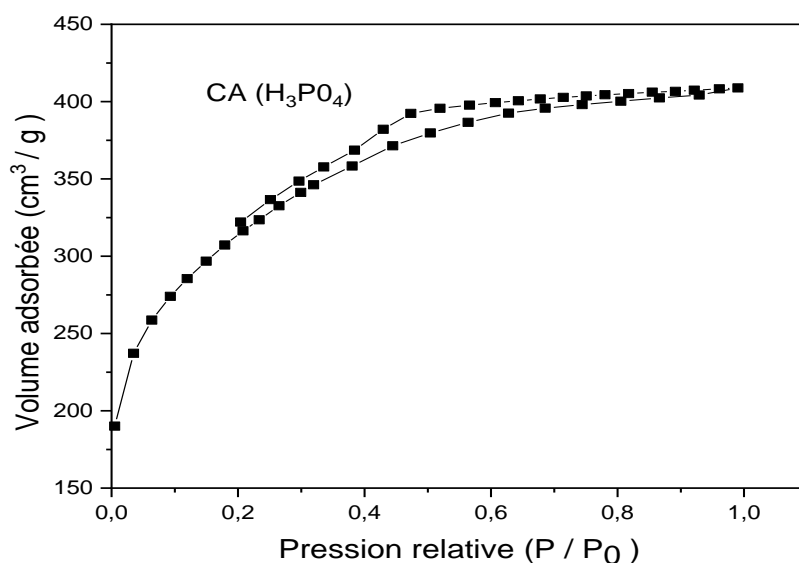


Figure VI.5. Isotherme d'adsorption de N_2 sur le charbon $\text{CA}(\text{H}_3\text{PO}_4)$.

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

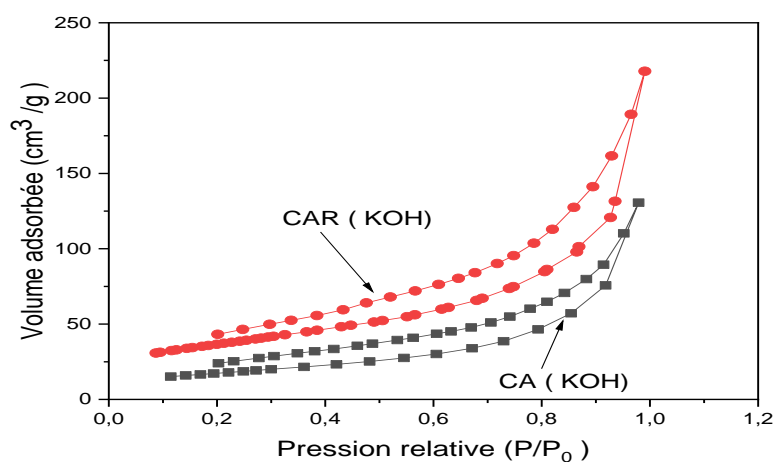


Figure VI.6. Isotherme d'adsorption de N₂ sur les charbons CA(KOH) et CAR(KOH).

Les résultats obtenus montrent que l'adsorption de N₂ sur les charbons actifs préparés se fait suivant différents types d'isothermes. En effet, elle est de type I, selon la classification IUPAC des isothermes d'adsorption, pour le CA (H₃PO₄) qui est similaire à celui trouvé par Ziezio et al [12] et de type IV pour les charbons actifs CA(KOH) et (CAR(KOH)) sont semblables aux résultats obtenus par Laksaci et al [13].

Le tableau (VI.4) ci-dessous représente les paramètres de surface des charbons actifs obtenus en utilisant différentes méthodes de préparation.

Tableau VI.4. Paramètres de surface des différents charbons actifs CA préparés.

Type de charbon actif	Paramètres	Valeur
CA (H ₃ PO ₄)	Surface BET	1119,531 m ² /g
	Volume total des pores	0,6323 cm ³ /g
	Taille moyenne des pores	11,2964 Å
CAR (H ₃ PO ₄)	Surface BET	-
	Volume total des pores	-
	Taille moyenne des pores	-
CA (KOH)	Surface BET	62,206 m ² /g
	Volume total des pores	0,202 cm ³ /g
	Taille moyenne des pores	64,9 Å
CAR (KOH)	Surface BET	193.740 m ² /g
	Volume total des pores	0.337 cm ³ /g
	Taille moyenne des pores	51,9 Å

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Ces résultats montrent que le CA (H_3PO_4) possède une surface spécifique importante ($1119,531 \text{ m}^2/\text{g}$) et un volume total des pores égal à $0,6323 \text{ cm}^3/\text{g}$. Ainsi, ces résultats dépassent largement ceux obtenus par Jutakradsada et al. [14] ayant abouti à une surface spécifique de $831 \text{ m}^2/\text{g}$ et $0,44 \text{ cm}^3/\text{g}$ comme volume totale des pores en utilisant ZnCl_2 comme agent activant et calcination à 500°C . Par ailleurs, avec CAR (H_3PO_4) n'ayant abouti à aucun résultat enregistré par l'appareil, ceci pourrait s'expliquer par la non porosité ou bien une moindre porosité qui ne laisserait passer (adsorber) les molécules de N_2 .

En ce qui concerne les charbons activés avec KOH, les surfaces spécifiques obtenues pour CAR (KOH) et CA (KOH) sont respectivement de $193,74 \text{ m}^2/\text{g}$ et $62,206 \text{ m}^2/\text{g}$ ainsi que des volumes des pores d'une valeur de $0,337 \text{ cm}^3/\text{g}$ et $0,202 \text{ cm}^3/\text{g}$. Ainsi, ces résultats se rapprochent des résultats trouvés par de Figueroa et al. [15] qui ont obtenu une surface spécifique de $167 \text{ m}^2/\text{g}$ et le volume des pores de $0,14 \text{ cm}^3/\text{g}$ sachant que le marc de café a été imprégné dans les carbonates de calcium puis calciné à 850°C .

Par ailleurs, il est important de noter que la meilleure surface a été obtenue pour le charbon activé CA (H_3PO_4) qui est de l'ordre $1119,531 \text{ m}^2/\text{g}$, nous le retenons, de ce fait, pour l'étude d'adsorption de du Maxilon Bleu GRL.

II. ETUDE DE L'ADSORPTION

II.1. pH point zéro

Les graphes ci-dessous illustrent les changements de ΔpH en fonction du pH initial. Sachant que : $\Delta\text{pH} = \text{pH final} - \text{pH initial}$.

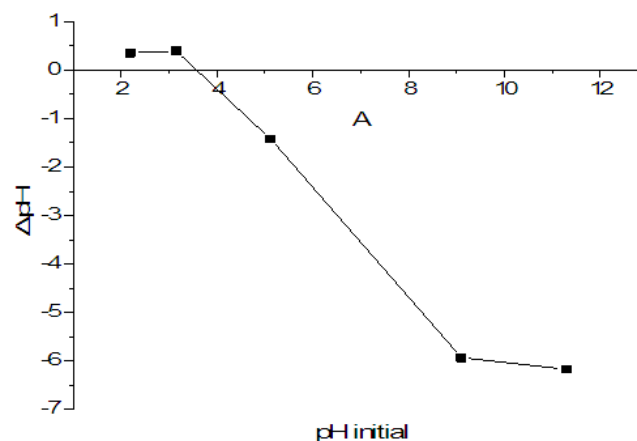


Figure VI.7. Détermination du pHPCZ pour CA(H_3PO_4).

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

La valeur de pH_{PCZ} du charbon actif $CA(H_3PO_4)$ est de 3,6. Cela signifie que lorsque l'acide phosphorique est ajouté au marc de café, nous constatons une diminution significative du pH_{pcz} [16].

II.2. Influence de quelques paramètres sur l'adsorption de Maxilon bleu GRL

Pour mener à bien cette étude, une courbe d'étalonnage présentée dans la figure VI.8 a été réalisée.

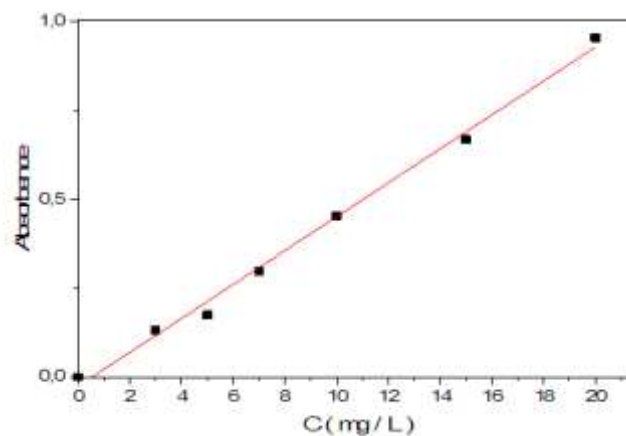


Figure VI.8. Courbes d'étalonnages de Maxilon Bleu GRL.

La courbe d'étalonnage est une droite d'équation $y = 0,0477x - 0,0258$ et un coefficient de corrélation $R^2 = 0,9946$.

II.2.1. Effet de temps de contact

Le suivi de l'adsorption du Maxilon Bleu GRL sur $CA (H_3PO_4)$ en fonction du temps est représenté dans la figure VI.9.

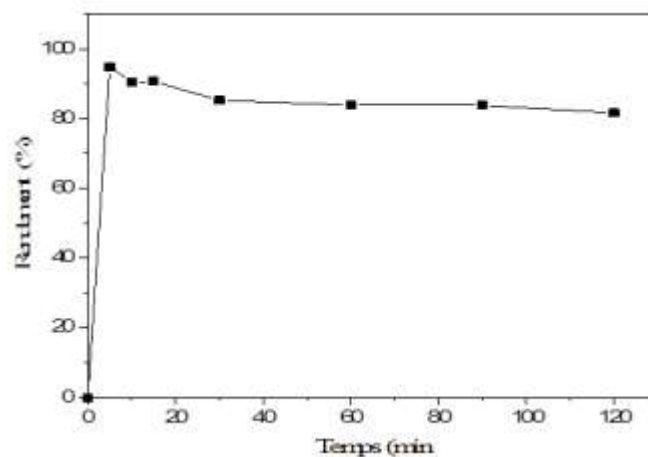


Figure VI.9. Effet du temps de contact sur l'adsorption de Maxilon Bleu GRL

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

($C_0 = 20 \text{ mg/L}$, masse de CA (H_3PO_4) = 0,5 g, $\text{pH} = 6.5$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ et $v = 250 \text{ tr/min}$).

Les résultats obtenus montrent que la cinétique d'adsorption du Maxilon Bleu GRL par CA (H_3PO_4) présente trois étapes distinctes :

La première phase, s'étalant de 0 à 2 minutes, se caractérise par une adsorption extrêmement rapide, en raison de la grande disponibilité des sites actifs en surface de l'adsorbant.

La deuxième phase, qui se déroule de 2 à 60 minutes, présente une désorption du colorant, suggérant une libération progressive des molécules adsorbées. Cette désorption peut être expliquée par une saturation des sites actifs du charbon activé et la fragilité des liaisons formées entre le système adsorbant et le colorant [18].

Une troisième phase, après 60 minutes, une stabilisation de la quantité adsorbée est observée, ce qui peut être attribué au remplissage complet des pores de l'adsorbant, atteignant un équilibre entre la quantité adsorbée et celle désorbée. En résumé, il semble que l'équilibre et la saturation du processus d'adsorption soient atteints après un temps de contact de 60 minutes.

II.2.2. Effet de la concentration initiale de Maxilon Bleu GRL

La figure VI.10 représente les résultats obtenus sur l'effet de la concentration initiale du Maxilon Bleu GRL sur l'adsorption en utilisant le CA (H_3PO_4).

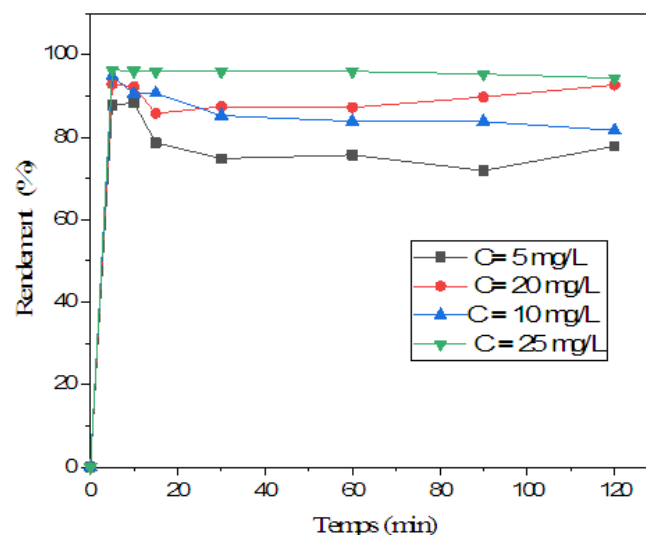


Figure VI.10. Effet de la concentration initiale de Maxilon Bleu GRL sur l'adsorption par le par le CA (H_3PO_4), masse de CA (H_3PO_4) = 0,5 g, $\text{pH} = 6.5$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ et $v = 250 \text{ tr/min}$).

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Il a été constaté que le rendement de l'adsorption du Maxilon Bleu GRL est rapide. Plus de 80% du colorant est éliminé dès les premières 5 minutes quel que soit la concentration initiale passant de 5 mg/L à 25 mg/L. Ce qui montre une bonne affinité avec l'adsorbant sous les conditions données. Au-delà de 10 minutes l'équilibre est atteint suite à la saturation des sites [19].

II.2.3. Effet du pH

La courbe ci-dessous (Figure VI.11) représente les résultats obtenus en étudiant l'effet du pH sur l'adsorption du Maxilon Bleu GRL sur CA (H_3PO_4).

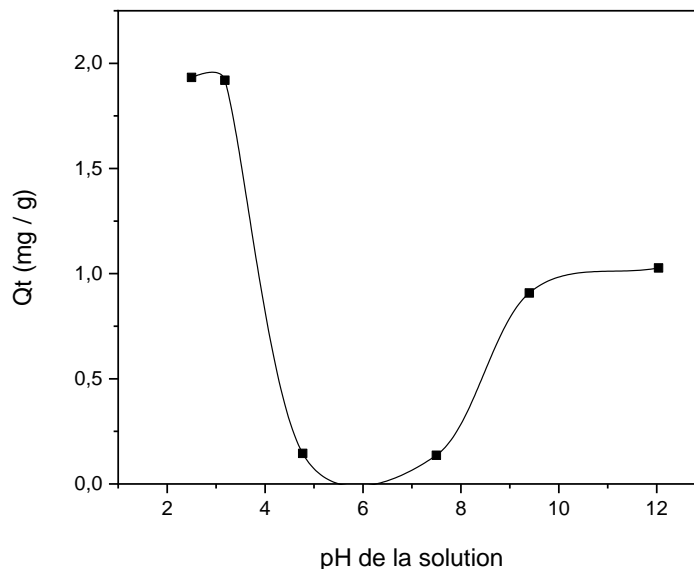


Figure VI.11. L'influence du pH sur l'adsorption Maxilon Bleu GRL

(masse de CA (H_3PO_4) = 0,5 g, $T=25\text{ }^\circ\text{C}$ et $v = 250\text{ tr/min}$).

Nous pouvons constater que la capacité d'adsorption du Maxilon Bleu GRL adsorbée sur le charbon actif CA (H_3PO_4) est maximale, atteignant 2 mg/g, sur le pH basique 12. En revanche, cette quantité adsorbée est très faible en milieu acide.

À un pH basique, la charge de surface peut être chargée négativement, le nombre de sites chargés négativement augmente, ce qui renforce le processus d'adsorption qui en attirerait les groupes fonctionnels chargés positivement situés sur le bleu de Maxilon GRL.

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Puis, l'adsorption diminue à un pH acide, probablement en raison de la présence d'un excès d'ions H^+ en compétition avec les cations du colorant pour les sites d'adsorption [18-20].

II.3. Étude de la Cinétique d'Adsorption et Analyse des Paramètres des Isothermes d'Adsorption

L'adsorption, en tant que processus clé dans de nombreuses applications industrielles et environnementales, révèle une importance significative dans la séparation et la purification des composés. Comprendre la cinétique d'adsorption et les isothermes d'adsorption est essentiel pour optimiser les processus de traitement des eaux, la capture de polluants, la séparation de gaz, et bien d'autres applications. Cette partie se concentre sur l'exploration approfondie de la cinétique d'adsorption et sur l'analyse méticuleuse des paramètres des isothermes d'adsorption, en mettant l'accent sur l'utilisation de nos charbons actifs préparés à partir du marc de café séché.

II.3.1. Les isothermes d'adsorption -Application du modèle de Langmuir et Freundlich

- **Le modèle de Langmuir**

Le modèle de Langmuir a été utilisé pour analyser les résultats d'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur le CA(H_3PO_4) (Figure VI.13).

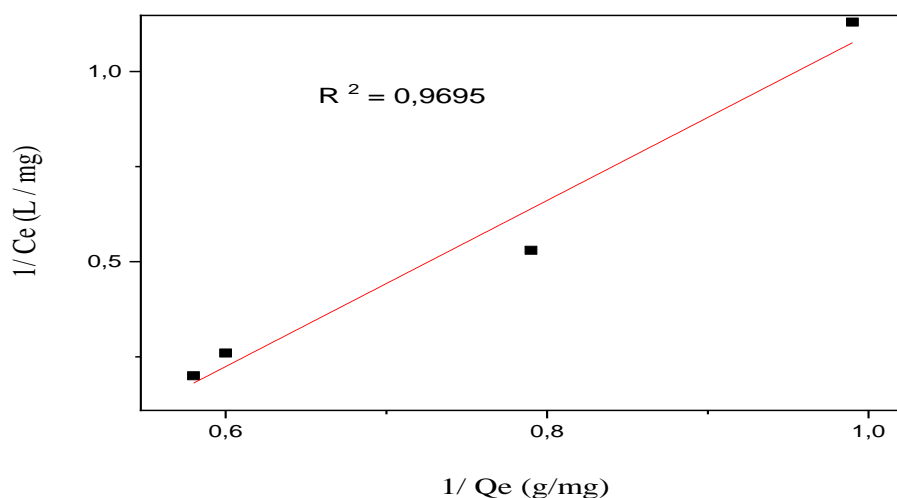


Figure VI.12. Isotherme de Langmuir pour l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4).

- **Application du modèle de Freundlich**

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Les résultats de l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur le CA (H_3PO_4) a été analysés avec le modèle de Freundlich, cela a permis d'établir la droite présentée dans la figure VI.13 ci-dessous.

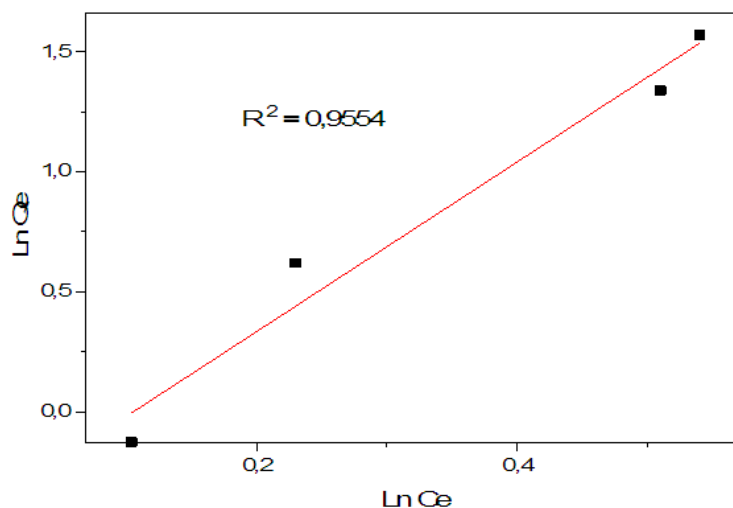


Figure VI.13. Isotherme de Freundlich pour l'adsorption de Bleu de Maxilon GRL

Le tableau VI.5 représente les paramètres des isothermes d'adsorption de Bleu de Maxilon sur CA appliquant les deux modèles de Langmuir et de Freundlich.

Tableau VI. 5. Paramètres des isothermes d'adsorption du Bleu de Maxilon.

Adsorbant	Isotherme de Langmuir				Isotherme de Freundlich		
	R^2	R_L	k_L	Q_m (mg/g)	R^2	n	k_F
CA(H_3PO_4)	0,9695	0,091	0,50	0,92	0,9554	0,28	1,45

D'après le tableau VI.5, les valeurs des coefficients de corrélation R^2 pour les deux modèles sont très importantes et proches de l'unité. On peut constater que le modèle de Langmuir est le modèle le plus crédible qui décrit mieux les données expérimentales. Ce résultat est confirmé par le coefficient de corrélation qui est de l'ordre de 0,9695, aussi, sa valeur de la constante adimensionnelle ($R_L < 1$) signifie que l'adsorption est favorable. Il s'agit, par conséquent, d'une adsorption homogène en monocouche, obéit de façon satisfaisante au modèle de Langmuir [21-22].

II.3.2. Etude cinétique de l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur le CA (H_3PO_4)

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

L'exploration de la cinétique d'adsorption du bleu de Maxilon GRL aidera à comprendre d'avantage la manière dont cette substance spécifique interagit avec la surface d'adsorbant préparé (CA) au fil du temps, aussi, de pouvoir déterminer le modèle le plus approprié pour décrire la cinétique d'adsorption. L'analyse de la cinétique d'adsorption du bleu de Maxilon GRL constitue une étape essentielle pour comprendre en profondeur les propriétés de ces adsorbants. Les cinétiques de l'adsorption de bleu de Maxilon GRL ont été étudiées selon les modèles, du pseudo premier ordre et du second ordre.

Les figures V.14 et V.15 représentent les résultats des études cinétiques de l'adsorption de Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4).

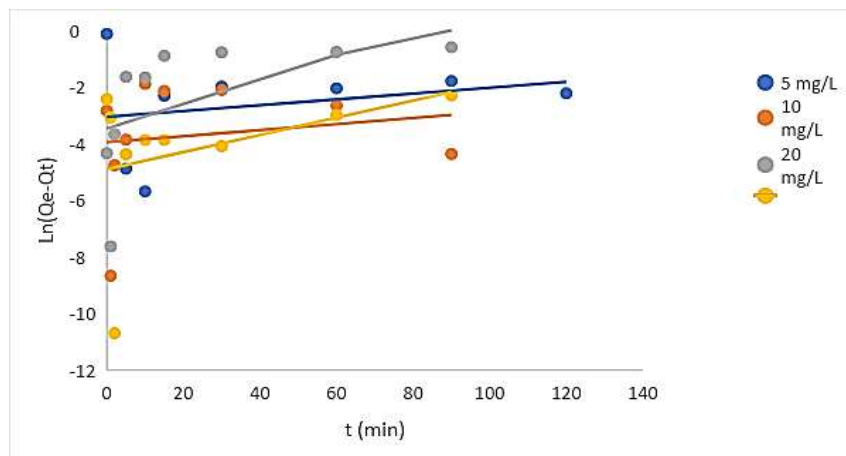


Figure VI.14. Cinétique du pseudo premier ordre de l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4).

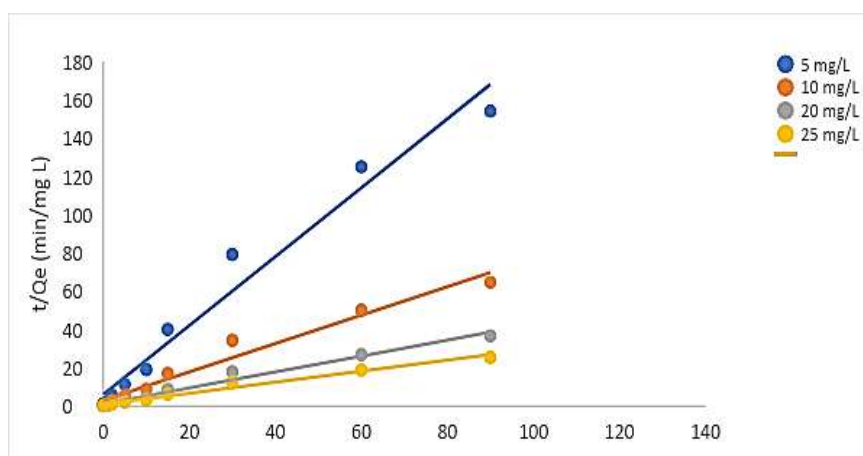


Figure VI.15. Cinétique du pseudo second ordre de l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4).

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Tableau VI.6. Paramètres cinétiques d'adsorption de Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4).

Cinétique de pseudo premier ordre			
C_0 (mg/L)	k_1 (min^{-1})	Q_e (mg/g)	R^2
5	0,0103	0,047	0,0651
10	0,0107	0,019	0,0248
20	0,3349	0,031	0,3349
25	0,0303	0,007	0,1403
Cinétique de pseudo deuxième ordre			
C_0 (mg/L)	k_2 ($\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$)	Q_e (mg/g)	R^2
5	0,55	0,55	0,9683
10	0,18	1,35	0,9676
20	0,15	2,40	0,98
25	0,09	3,47	0,9792

Selon les résultats obtenus, la quantité adsorbée à l'équilibre sur le charbon CA (H_3PO_4), telle qu'elle a été déterminée expérimentalement, diffère de celle calculée en utilisant le modèle de la cinétique du pseudo premier. En revanche, elle se rapproche davantage de celle calculée en utilisant le modèle de la cinétique du pseudo second ordre. De plus, les coefficients de corrélation obtenus avec le modèle du pseudo second ordre sont nettement plus proches de l'unité que ceux du pseudo premier ordre.

Sur la base de ces observations, nous pouvons conclure que le processus d'adsorption du Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4) suit bien le modèle de la cinétique du pseudo second ordre.

En résumé l'adsorption du Bleu de Maxilon GRL suit bien le modèle cinétique pseudo deuxième ordre. Les mêmes résultats ont été obtenus par Doğanet et al ayant étudiés la cinétique d'adsorption du bleu de Maxilon GRL sur la sépiolite à partir de solutions aqueuses [23].

Ainsi, les résultats obtenus ont montré que le charbon actif CA (H_3PO_4) présente une bonne capacité d'adsorption en solution aqueuse. Les principales conclusions sont résumées ci-après :

- *La rétention du Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4) est rapide. La quantité maximale adsorbée est de 80% pendant les premières minutes à une vitesse d'agitation 250 tr/min.*

CHAPITRES VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

- *Une bonne capacité d'adsorption Bleu de Maxilon GRL sur CA (H_3PO_4) a été déterminée sur un $pH=6,5$.*
- *Les données cinétiques révèlent que le processus d'adsorption est parfaitement décrit par le modèle de pseudo-second ordre.*
- *Le meilleur isotherme qui représente les données expérimentales de l'adsorption est le modèle de Langmuir donc l'adsorption est monocouche.*

CHAPITRE VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Références

- [1] Mekarzia, A., Namane, A., Benrachedi, K., & Bensemra, N. B. (2013). Chemical production and characterisation of activated carbon from waste “coffee grounds.” *International Journal of Environment and Waste Management*, 12, 154-166
- [2] Christelle VAGNER. 2003. Carcterisation de surface d'adsorbants carbonés et etude des equilibres et cinétiques d'adsorption en phase gazeuse. Thèse de doctorat.
- [3] Reffas, A., Bernardet, V., David, B., Reinert, L., Lehocine, M. B., Dubois, M.,... Duclaux, L. (2010). Carbons prepared from coffee grounds by H₃PO₄ activation: Characterization and adsorption of methylene blue and Nylosan Red N-2RBL. *Journal of Hazardous Materials*, 175, 779–788.
- [4] Ren, J.; Chen, N.; Wan, L.; Li, G.; Chen, T.; Yang, F.; Sun, S. (2021). Preparation of High-Performance Activated Carbon from Coffee Grounds after Extraction of Bio-Oil. *Molecules*, 26, 257-268
- [5] Palanisami, H., Azmi, M. R. M., Zaini, M. A. A., Zakaria, Z. A., Alam, M. N. H. Z., & Yunus, M. A. C. (2021). Coffee residue-based activated carbons for phenol removal. *Water Practice & Technology*, 16, 793–805.
- [6] Loulidi, I.; Jabri, M.; Amar, A.; Kali, A.; A. Alrashdi, A.; Hadey, C.; Ouchabi, M.; Abdullah, P.S.; Lgaz, H.; Cho, Y.; et al. (2023). Comparative Study on Adsorption of Crystal Violet and Chromium (VI) by Activated Carbon Derived from Spent Coffee Grounds. *Appl. Sci.* 13, 985-1020.
- [7] Alves, A.C.F., Antero, R.V.P., de Oliveira, S.B. et al. (2019). Activated carbon produced from waste coffee grounds for an effective removal of bisphenol-A in aqueous medium. *Environ Sci Pollut Res*, 26, 24850–24862.
- [8] Yakout, S. M., & Sharaf El-Deen, G. (2016). Characterization of activated carbon prepared by phosphoric acid activation of olive stones. *Arabian Journal of Chemistry*, 9, 1155–1162.

CHAPITRE VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

- [9] Ren, J., Chen, N., Wan, L., Li, G., Chen, T., Yang, F., Sun, S. (2021). Preparation of High-Performance Activated Carbon from Coffee Grounds after Extraction of Bio-Oil. *Molecules*, 26, 257-268
- [10] Bedin, K. C., Martins, A. C., Cazetta, A. L., Pezoti, O., & Almeida, V. C. (2016). KOH-activated carbon prepared from sucrose spherical carbon: Adsorption equilibrium, kinetic and thermodynamic studies for Methylene Blue removal. *Chemical Engineering Journal*, 286, 476–484.
- [11] Wazir, A. H., Haq, I. ul, Manan, A., & Khan, A. (2020). Preparation and characterization of activated carbon from coal by chemical activation with KOH. *International Journal of Coal Preparation and Utilization*, 44, 1477-1488
- [12] Zięzio, M., Charmas, B., Jedynek, K. et al. (2020). Preparation and characterization of activated carbons obtained from the waste materials impregnated with phosphoric acid (V). *Appl Nanosci* 10, 4703–4716.
- [13] Laksaci H., Khelifi A., Trari M., Addoun A., (2017). Synthesis and characterization of microporous activated carbon from coffee grounds using potassium hydroxides, *Journal of Cleaner*, 147, 254-262
- [14] Jutakradsada, P., Prajaksud, C., Kuboonya-Aruk, L., Theerakulpisut, S., & Kamwilaisak, K. (2015). Adsorption characteristics of activated carbon prepared from spent ground coffee. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 18, 639–645.
- [15] Figueroa Campos, G.A., Perez, J.P.H., Block, I., Sagu, S.T., Saravia Celis, P., Taubert, A., Rawel, H.M. (2021). Preparation of Activated Carbons from Spent Coffee Grounds and Coffee Parchment and Assessment of Their Adsorbent Efficiency, 9, 1396-1412.
- [16] Akindolie, M., S., H. J. Choi. (2022). Surface modification of spent coffee grounds using phosphoric acid for enhancement of methylene blue adsorption from aqueous solution. *Water Sci Technol*, 85, 1218–1234.
- [17] Zhu, M., L. Lee, H. Wang and Z. Wang. (2007). Removal of an anionic dye by adsorption/precipitation processes using alkaline white mud. *Journal of Hazardous Materials*, 149, 735-741.

CHAPITRE VI. CARACTERISATION ET ABSORPTION SUR CHARBON ACTIF

- [18] Aseel M. Aljeboree¹, Abbas N., Alshirfy and Ayad F. Alkaim. (2020). Removal of textile dyes from aqueous solutions by using coconut as a source of activated carbon: as a model of equilibrium and thermodynamic studies. *Plant Archives* , 20, 3187-3195.
- [19] Hacer Dolas, (2023). Activated carbon synthesis and methylene blue adsorption from pepper stem using microwave assisted impregnation method: Isotherm and kinetics. *Journal of King Saud University – Science*, 35, 102559-.102567
- [20] Aljeboree, Aseel & Alshirifi, Abbas. (2012). Effect of Different Parameters on the Adsorption of Textile Dye Maxilon Blue GRL from Aqueous Solution by Using White Marble. *Asian Journal of Chemistry*, 24, 5813-5816.
- [21] Kalam, S., Abu-Khamsin, S. A., Kamal, M. S., & Patil, S. (2021). Surfactant Adsorption Isotherms: A review. *ACS omega*, 6, 32342-32348.
- [22] Perwitasari, D. S., Pracesa, Y. A. Y., Pangestu, M. A., & Tola, P. S. (2021). Langmuir and freundlich isotherm approximation on adsorption mechanism of chrome waste by using tofu dregs. *2nd International Conference Eco-Innovation in Science, Engineering, and Technology. NST Proceedings*, 2021, 106-112.
- [23] Doğan, M., Alkan, M., Demirbaş, Ö., Özdemir, Y., & Özmetin, C. (2006). Adsorption kinetics of maxilon blue GRL onto sepiolite from aqueous solutions. *Chemical Engineering Journal*, 124, 89–101.

Chapitre VII

Stratégie d'élaboration du projet

Startup

I. PRESENTATION DU PROJECT

Les déchets agroalimentaires représentent l'un des facteurs majeurs contribuant à la dégradation de l'environnement et au déséquilibre de la biodiversité. Parmi ces déchets, le marc de café, quotidiennement généré par millier de tonne dans le monde et en Algérie plus particulièrement. Dans ce contexte, l'essentiel objectif de ce projet vise à transformer ce déchet en matière première et en une ressource différente et bénéfique.

I.1. L'idée du projet (solution proposée)

L'idée de valoriser le marc de café découle de deux constats majeurs : tout d'abord, le café est la deuxième boisson la plus consommée au monde après l'eau, générant ainsi d'importantes quantités de déchets, principalement sous forme de marc de café. Ensuite, des études scientifiques ont révélé que le rejet de ce marc de café dans la nature entraîne divers problèmes environnementaux.

Cette valorisation vise en premier lieu l'extraction des polyphénols contenus dans le marc de café, une classe de composés chimiques aux propriétés antioxydantes, bénéfiques pour la santé et à diverses utilisations. Ensuite, une fois ces polyphénols extraits, le marc de café issu de cette extraction subit une transformation pour devenir un charbon actif. Ce charbon actif, produit à partir du marc de café recyclé, devient un matériau très utile dans diverses applications, notamment la purification de l'eau ou la décontamination des effluents rejetés dans la nature par différentes industries.

Le processus de valorisation que nous proposons comprend plusieurs étapes, à commencer par la collecte du marc de café, le lavage, l'extraction des polyphénols, la carbonisation pour obtenir un charbon actif, les tests préliminaires pour s'assurer de la qualité des différents produits puis la mise sur le marché de notre marchandise.

La mise en œuvre de ce projet se concrétisera par la construction d'une unité de production, équipée de tous les éléments nécessaires afin de réaliser chaque étape du processus de fabrication. L'emplacement de cette unité a été soigneusement choisi en raison de sa proximité avec les zones urbaines, ce qui facilite l'accès aux matières premières provenant de divers sites de collecte, tels que les cafétérias. Il est important de noter que cette production n'émet pas de substances nocives ni de rejets nuisibles pour la santé des individus.

I.2. Les valeurs proposées

Ce projet est fondé sur plusieurs valeurs visant à satisfaire nos clients tout en restant attentif à notre contribution au développement durable.

- 1- **La modernité :** La valorisation du marc de café par l'extraction des polyphénols et la fabrication de charbon actif en même temps à partir des résidus de cette extraction incarne une approche moderne et sans précédent dans l'ensemble des processus de valorisation des déchets mis en œuvre.
- 2- **La performance :** Cette valorisation nous permettra d'apporter une transformation complète des marcs de café. De plus, les polyphénols obtenus sont de haute qualité et de grande pureté. De même, le charbon actif résultant présente une capacité d'adsorption remarquable.
- 3- **La flexibilité :** Les polyphénols obtenus peuvent être séparés en fonction des besoins spécifiques des clients, de même que le charbon actif peut être façonné selon le domaine dans lequel le client souhaite l'utiliser.
- 4- **L'accomplissement de tâches :** Nos produits finaux peuvent être utilisés dans divers secteurs tels que l'industrie pharmaceutique, alimentaire, cosmétique. De plus, le charbon actif peut être employé pour le traitement des effluents industriels et la purification de l'eau potable.
- 5- **La conception :** La conception de ce processus de valorisation est axée sur la satisfaction des clients et réduire le recours au produit d'importation. Nous veillons également à la qualité de nos produits, offrant ainsi des produits sûrs pour nos clients.
- 6- **La réduction des coûts :** Les procédés utilisés dans notre projet ont été choisis en tenant compte de la réduction des exigences financières, énergétiques et de l'utilisation des ressources disponibles.
- 7- **L'accessibilité et la facilité d'utilisation :** cette approche innovante peut être adoptée par diverses industries et entreprises, grandes ou petites. En effet, elle offre une solution pratique pour valoriser le marc de café, un matériau couramment disponible, tout en répondant aux besoins croissants de durabilité et de gestion responsable des déchets.

8- L'Eco-responsabilité et développement durable : Cette méthode contribue à réduire les risques environnementaux en transformant un déchet en produits utiles, limitant ainsi l'impact sur l'environnement.

En résumé, cette valorisation du marc de café, en tant que démarche moderne et performante, garantit la production de produits locaux de haute qualité à un coût réduit. Elle représente une avancée significative dans la gestion des ressources, la préservation de l'environnement, et contribue de manière tangible au développement durable.

I.3. L'équipe de travail

L'équipe de travail de notre projet est composée de professionnels variés, chacun apportant son expertise unique pour concrétiser notre vision. Notre collaboration vise à atteindre une production optimale et à satisfaire pleinement nos clients, tout en maintenant les normes de qualité les plus élevées. Elle doit contenir les éléments suivants :

- **Chimistes :** Ils seront responsables de la recherche et du développement des méthodes de fabrication. Ils contribueront à la conception des équipements de production et à la mise en œuvre des procédés chimiques et la surveillance de la qualité des produits tout au long du processus afin de s'assurer que tout le processus se déroule correctement.
- **Agents de maintenance :** Ils seront responsables de l'entretien préventif et de la réparation des équipements de production pour garantir un fonctionnement continu.
- **Agents de gestion :** Ils s'occuperont de la gestion financière, de la logistique, de la gestion des stocks et d'autres aspects administratifs du projet.
- **Agents de marketing et de vente :** Ils seront chargés de la promotion des produits et de la recherche de marchés pour les polyphénols extraits et le charbon actif fabriqué.

II. OBJECTIFS ET ESTIMATIONS DU PROJET

Les objectifs commerciaux et l'estimation de la part de marché ciblé à court, moyen et long terme de notre projet sont repartis de la manière suivante :

II.1. Objectifs Commerciaux

II.1.1. Court Terme (0-12 mois)

- **Lancement du produit** : L'objectif immédiat serait de lancer avec succès les produits dérivés du marc de café (polyphénols, charbon actif) sur le marché.
- **Acquisition de clients** : Avoir un aperçu de clients initiaux en identifiant des partenaires, des distributeurs ou des clients directs pour nos produits.
- **Réalisation des ventes initiales** : Atteindre un niveau de ventes suffisant pour couvrir les coûts de production et de distribution.
- **Établissement de la marque** : Commencer à créer une image de marque positive pour les produits issus du marc de café tout en fournissant des produits respectueux de l'environnement, répondant aux normes de qualité.

II.1.2. Moyen Terme (1-3 ans)

- **Croissance des ventes** : Augmenter régulièrement les ventes de produits dérivés du marc de café.
- **Expansion de la gamme de produits** : Développer de nouveaux produits ou variantes pour répondre aux besoins changeants du marché.
- **Pénétration du marché régional** : Élargir la présence sur le marché local et régional.
- **Établissement des partenariats stratégiques** : Collaborer avec d'autres acteurs de l'industrie pour renforcer la distribution et la notoriété de la marque.

II.1.3. A Long Terme

- **Expansion internationale** : Si les ressources le permettent, envisager l'expansion sur les marchés internationaux.
- **Diversification des produits** : Explorer de nouvelles opportunités de produits dérivés du marc de café ou d'autres matériaux organiques.
- **Positionnement en tant que leader du marché** : Devenir un leader reconnu dans le domaine de la valorisation du marc de café et des produits associés.

CHAPITRE VII. STRATEGIE D'ELABORATION DU PROJET STARTUP

- **Contribution à la durabilité** : Renforcer la réputation de l'entreprise en tant que championne de la durabilité et de l'économie circulaire.

II.2. Estimation de la Part du Marché Cible

L'estimation de la part du marché cible dépendra de nombreux facteurs, notamment la concurrence, la demande du marché, la qualité des produits, la capacité de production, etc. Une approche réaliste consisterait à commencer modestement et à viser une croissance progressive.

- **A court Terme** : Viser une part de marché de 1% à 5% dans le marché local, en fonction de la taille du marché et de la concurrence.
- **A moyen Terme** : Progresser pour atteindre une part de marché de 5% à 10% dans notre région, en augmentant notre capacité de production et en élargissant notre gamme de produits.
- **A long Terme** : Viser une part de marché de 10% à 20% dans notre région, tout en envisageant l'expansion internationale pour une part de marché plus modeste à l'échelle mondiale.

III. DOMAINES D'INNOVATION

La nature des innovations dans notre projet de valorisation du marc de café sont divers et variés et comprennent plusieurs aspects :

- 1- **Collecte et Séchage éco-énergétiques** : Après la collecte du marc de café, le séchage s'effectue à température ambiante, dans un environnement non humide, sans recourir à des procédés industriels. Cela permet des économies significatives en termes d'énergie.
- 2- **Recyclage des Solvants Organiques** : Une innovation majeure réside dans la possibilité de recycler le solvant organique utilisé dans le processus d'extraction grâce à l'évaporation rotative.
- 3- **Valorisation hybride** : Le marc de café ayant subi une extraction des polyphénols est activée pour la synthèse du charbon actif.
- 4- **Application de la politique du zéro déchet** : Cette valorisation hybride vise à atteindre un objectif de zéro déchet, contribuant ainsi à une gestion propre et plus durable des ressources.
- 5- **Respect de l'environnement** : L'ensemble de ces innovations est en accord avec les principes environnementaux, minimisant l'impact sur la nature tout au long du processus.

CHAPITRE VII. STRATEGIE D'ELABORATION DU PROJET STARTUP

- 6- **Produits finaux de haute qualité et disponibilité abondante** : Les produits finaux obtenus sont de haute qualité, aussi, le marc de café est une ressource largement disponible, renforçant ainsi la viabilité du projet.
- 7- **Collaborations et partenariats stratégiques** : Une autre facette de l'innovation réside dans la création de collaborations avec d'autres entreprises, institutions de recherche, ou organismes gouvernementaux, favorisant ainsi le développement et la promotion de ce projet de valorisation novateur.

IV. ANALYSE STRATEGIQUE DU MARCHE

Avoir une analyse stratégique du marché permettra d'identifier les défis à surmonter et les opportunités à saisir, cela aidera à établir une stratégie adoptée pour bien se positionner sur le marché. Cette analyse prend en considération les points suivants :

IV.1. Le segment du marché

Le marché ciblé pour notre projet serait principalement constitué des industries de traitement de l'eau, de l'industrie pharmaceutique, de l'industrie alimentaire et de l'industrie cosmétique. En effet, ces secteurs présentent une demande élevée pour nos produits. Ainsi, les industries générant une pollution telles que les usines de textile ou les industries du traitement de l'eau ont un besoin constant de charbon actif pour la purification de l'eau, tandis que les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques manifestent un intérêt croissant pour les polyphénols naturels en tant que matière première pour la fabrication de leurs produits. Ces industries offrent un potentiel de ventes significatif, ce qui peut contribuer à la conclusion de contrats importants pour l'approvisionnement continu en matières premières.

Pour conclure, en ciblant ces marchés spécifiques, nous pouvons capitaliser sur la demande croissante pour des produits durables, renforcer notre position sur le marché, et établir des partenariats stratégiques pour garantir le succès à long terme de notre projet de valorisation du marc de café.

IV.2. Mesure de l'intensité de la concurrence

CHAPITRE VII. STRATEGIE D'ELABORATION DU PROJET STARTUP

La mesure de la concurrence est un processus essentiel qui doit être maintenu tout au long de la durée de vie de notre projet. Cela se réalise en identifiant nos concurrents les plus directs, ceux qui proposent des produits similaires tout en effectuant une étude de marché. De plus, il est important d'identifier les entreprises qui, bien que n'offrant pas exactement les mêmes produits, peuvent représenter une concurrence indirecte en répondant aux mêmes besoins du marché. Pour ce faire, il convient de mener des enquêtes afin d'estimer leurs parts de marché, tout en évaluant leurs ventes, leurs revenus et leurs volumes de production. Il est également primordial d'analyser en détail leurs points forts et leurs faiblesses. Cela nécessite d'examiner divers aspects tels que leur réputation, leur niveau de technologie, leur présence géographique, leurs canaux de distribution, la qualité de leurs produits, leur politique tarifaire, ainsi que leur capacité à innover.

Une fois la collecte et analyse ces données seront faites, nous obtiendrons une meilleure compréhension de notre environnement concurrentiel. Cela permettra de prendre des décisions éclairées pour positionner notre projet sur le marché et élaborer des stratégies efficaces afin d'attirer et de fidéliser des clients.

IV.3. La stratégie marketing

L'objectif primordial de cette étude est de positionner notre projet comme une source de produits durables et de haute qualité issus du marc de café, en mettant en avant leur origine écologique et leurs diverses applications dans les industries cosmétique, pharmaceutiques, agroalimentaires, et environnementales. Pour y parvenir, nous développerons une identité de marque cohérente, utiliserons une variété de canaux de communication pour éduquer le marché sur nos produits, établirons des collaborations stratégiques, garantirons une distribution efficace, adopterons une tarification compétitive, et mettrons en avant notre engagement envers la durabilité et la responsabilité sociale. Tout au long du processus, nous mesurerons les résultats à l'aide d'indicateurs de performance clés pour optimiser notre stratégie marketing en fonction des retours clients et des données du marché.

V. Plan de production et d'organisation

Le schéma suivant donne un aperçu général sur le plan de valorisation de marc de café que nous souhaitons adopter pour la mise en marche de notre flux de production.

CHAPITRE VII. STRATEGIE D'ELABORATION DU PROJET STARTUP

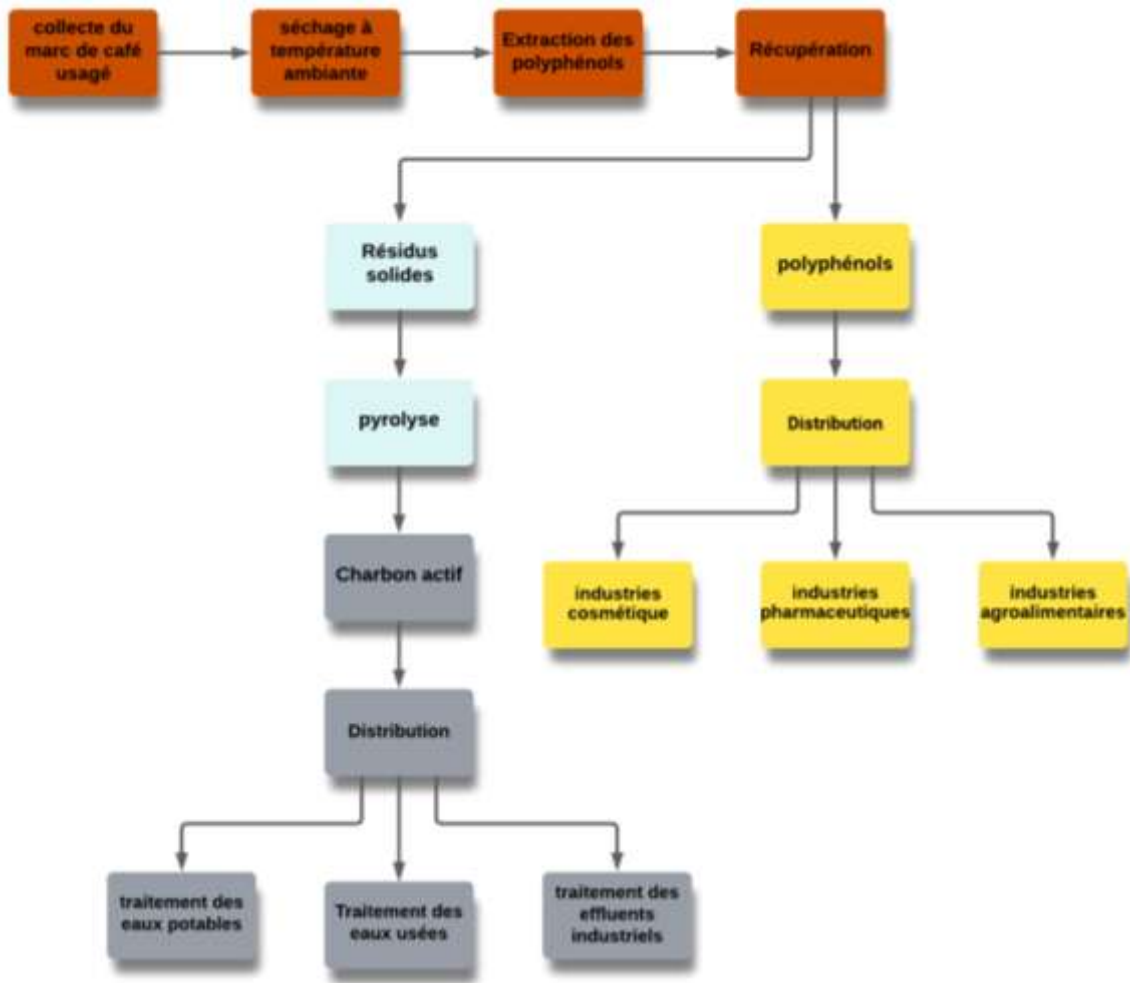


Schéma VII.1. Plan de production.

La stratégie d'approvisionnement est un facteur clé qui aidera à la mise en marche de notre projet de valorisation du marc de café. Cela implique plusieurs aspects essentiels qu'on peut classer en trois axes essentiels :

VI. DETERMINER LA POLITIQUE D'ACHAT

Il est important de définir notre politique d'achat des équipements et matériels dont on a besoin pour lancer le projet, par conséquent, il est primordial d'établir une stratégie pour la collecte du marc de café, tout en maintenant un équilibre entre la qualité et le coût.

VI.1. Déterminer les fournisseurs les plus importants

Identifiez les fournisseurs les plus importants qui nous garantissent un approvisionnement constant de marc de café telle que les cafeterias et les hôtels aussi les fournisseurs de produits utilisés dans les extractions et l'activation de marc de café clés sur le marché du marc de café.

VI.2. Déterminer la politique de paiement et les délais de réception

Une fois les fournisseurs sélectionnés, il est important d'avoir une politique de paiement claire et équitable. Cela implique de négocier des conditions de paiement qui soient à la fois bonnes pour notre activité et équitables pour nos fournisseurs. De plus, on doit définir des délais de réception appropriés pour garantir un flux de production continu qui n'est pas interrompu par des retards d'approvisionnement.

En résumé, une stratégie d'approvisionnement bien pensée est essentielle pour le succès de notre projet de valorisation du marc de café. En établissant une politique d'achat solide, en identifiant les bons fournisseurs et en mettant en place des modalités de paiement et de réception efficaces, nous serons en mesure de garantir le succès de notre initiative.

VII. LES PRINCIPAUX PARTENAIRES

Le projet que nous envisageons de créer s'appuie sur une multitude de partenariats :

- Les fournisseurs d'équipements et les producteurs de solvants chimiques nous assurent une bonne qualité d'équipements, une assistance technique ainsi que des formations pour leur utilisation.
- Les cités et les campus universitaires, les bases de vie, les hébergements collectifs et les hôtels nous garantissent un approvisionnement constant et en grande quantité de marc de café.
- Les laboratoires de recherche universitaire nous offrent une approche scientifique à notre projet en proposant des solutions techniques et de nouvelles méthodes de mise en œuvre de nos processus. Ils peuvent également réaliser des tests de qualité sur nos produits. Cette collaboration peut également impliquer la formation de jeunes chercheurs, ajoutant ainsi une dimension éducative à notre projet.
- Les organisations de développement durable : notre projet s'inscrit dans le cadre du développement durable, donc ces organisations peuvent nous ouvrir des opportunités avec des investisseurs intéressés par cette dimension et nous aider à obtenir des financements spécifiques. Cette collaboration donnera plus de crédibilité à notre projet.
- Les incubateurs universitaires jouent un rôle crucial dans notre projet en nous fournissant un accès aux ressources universitaires, en assurant des formations de qualité, en offrant une assistance administrative et en nous ouvrant des opportunités pour les ressources financières.

VIII. PLAN FINANCIER

Le plan financier est vital pour la stratégie de croissance et de durabilité de notre projet, la bonne gestion financière assurera notre succès. Notre plan est partagé comme cité ci-dessous.

VIII.1. Coûts et frais

Le premier coût de notre projet est essentiellement sa mise en œuvre, y compris l'achat du matériel et les frais administratifs.

En deuxième position se trouvent les coûts liés au fonctionnement de notre projet, y compris les frais de collecte du marc de café, les coûts des produits chimiques nécessaires pour les procédés industriels, les salaires des fonctionnaires, l'électricité et autres frais généraux. Pour couvrir ces coûts, nous avons identifié diverses sources financières, notamment des prêts bancaires, des subventions de l'État et des investisseurs.

Notre plan de remboursement sera élaboré en fonction des revenus mensuels et annuels générés par nos activités. Ces remboursements seront assurés mensuellement à nos partenaires. Nous reverrons cette politique de remboursement en cas de variations imprévues de nos revenus ou dépenses, ainsi que pour maintenir notre engagement envers nos partenaires et assurer la prospérité continue de notre entreprise.

VIII.2. Le chiffre d'affaires

L'approche de chiffre d'affaires est faite en concédant un scénario optimiste basé sur un succès de nos produits sur le marché et l'apport de gains importants, cela favorisera la croissance de notre entreprise. Dans le cas contraire nous ajusterons notre politique de vente et de marketing pour mieux faire face aux défis du marché.

VIII.3. Les Comptes de résultats escomptés

Pour équilibrer nos besoins financiers et optimiser notre rendement tout au long du cycle d'exploitation, on doit d'abord calculer notre besoin en fonds de roulement (BFR), prenant en compte les stocks de marc de café, les créances clients et les dettes fournisseurs. Cette analyse nous permet de maintenir une gestion financière efficace tout en garantissant la continuité de nos opérations.

VIII.4. Le Plan de trésorerie

Notre plan de trésorerie détaille toutes nos recettes et dépenses prévues au cours de la première année d'activité. Il prend en compte les encaissements issus de nos ventes ainsi que la contribution de nos collaborateurs financiers. En parallèle, d'autre part ont identifié nos dépenses mensuelles, notamment les paiements aux fournisseurs, les salaires ainsi que les frais généraux. Ce suivi régulier de notre trésorerie nous permettra de prendre des décisions éclairées et de modifier notre stratégie en fonction des variations financières mensuelles.

En résumé, le plan financier complet est le pilier de notre projet de valorisation du marc de café. Il nous offre une feuille de route solide pour gérer efficacement nos ressources financières, assurer notre croissance durable et atteindre nos objectifs tout en garantissant la viabilité financière de notre entreprise.

CONCLUSION GENERALE

Résumé

Le marc de café est un produit résidus du café moulu après infusion. La production de ce marc est de plus en plus accrue qui pose un problème environnemental au niveau mondial. Etant considéré comme un déchet, le marc de café regorge de potentiel. Ce travail s'intéresse à la valorisation de ce dernier en effectuant une extraction des polyphénols contenus dans ce marc ainsi que la préparation de charbon actif à partir de ce dernier. L'extraction des polyphénols a été réalisée par trois méthodes (la décoction, la macération et par soxlhet), tout en variant les solvants d'extraction. Les résultats obtenus de l'analyse UV et HPLC montrent que ce marc regorge de composés polyphénoliques tels que l'acide caféique, quercétine...etc. Cette composition variée en polyphénols ouvre la voie à l'utilisation de ces composés dans l'industrie alimentaire, pharmaceutique et cosmétique. D'autre part, du charbon actif a été préparé en utilisant deux types d'activateur chimiques (H_3PO_4 et KOH). Après caractérisation, le charbon actif préparé par activation au H_3PO_4 a abouti à une surface spécifique importante, menant, ainsi, à une étude d'adsorption d'un colorant de textile (Maxilon Blue) sur ce charbon actif. Les résultats d'adsorption obtenus ont démontré l'efficacité de celui-ci. En effet, la grande surface spécifique de ce charbon actif permet une adsorption efficace de polluants tels que les colorants textiles, démontrant, de ce fait, son potentiel dans le traitement des effluents industriels. Par conséquent et d'après cette étude, l'exploitation du potentiel que renferme le marc de café ouvre la voie à de multiples utilisations ainsi contribue à la croissance de l'économie circulaire et du développement durable dans notre société.

Mots clés : marc de café, valorisation de déchets, polyphénol, charbon actif, dépollution.

Abstract

Coffee grounds are the residue of ground coffee after brewing. More and more coffee grounds are being produced, posing a global environmental problem. Considered as a waste product, coffee grounds are full of potential. This study looks at how coffee grounds can be recycled by extracting the polyphenols they contain and preparing activated carbon from them. The polyphenols were extracted using three methods (decoction, maceration and soxlhet), while varying the extraction solvents. The results show that this pomace is overflowing with polyphenols such as caffeic acid, quercetin, etc. This varied composition in polyphenols opens the way to the use of these compounds in the food, pharmaceutical and cosmetic industries. Activated carbons were also prepared using two types of chemical activator (H_3PO_4 and KOH). After characterization, the activated carbon prepared by activation with H_3PO_4 resulted in a large specific surface area, which led to a study of the adsorption of a textile dye (Maxilon Blue). The adsorption results obtained demonstrated the effectiveness of this dye. The large specific surface area of the activated carbon obtained enables effective adsorption of pollutants such as textile dyes, demonstrating its potential in the treatment of industrial effluents. According to this study, exploiting the potential of coffee grounds opens the way to multiple uses and contributes to the growth of the circular economy and sustainable development in our society.

Key words: coffee grounds, waste recovery, polyphenol, activated carbon, pollution control.

ملخص:

إن مارك دي كافيه هو منتج متبقى من القهوة بعد التسريب. يعد إنتاج هذه العلامة التجارية أكثر من اللازم ويتراكم مما يشكل مشكلة بيئية على المستوى العالمي. يُنظر إليه على أنه مبيض، وعلامة القهوة مليئة بالإمكانات. يتم الاهتمام بهذا العمل من خلال تنمين هذا الأخير عن طريق استخراج مادة البوليفينول المحتوية على هذا المارك بالإضافة إلى أن تحضير الفحم يعمل من خلال الحرق. تم إجراء استخلاص البوليفينول من خلال ثلاث طرق (الاستخلاص والنقع والسوسليت)، بالإضافة إلى مذيبيات الاستخلاص المختلفة. أظهرت النتائج المتحصل عليها أن هذا المنتج المستعمل يحتوي على العديد من المركبات البوليفينولية مثل حمض القهوة، الكويرستين... الخ. تفتح هذه الإمكانيات في مجال البوليفينولات الباب أمام استخدام هذه المركبات في صناعات الأغذية والدوائية وصناعة التجميل. من ناحية أخرى تف إعداد فحم منشط باستخدام نوعين من المفاعلات الكيميائية (حمض الفسفوريك وهيدروكسيد البوتاسيوم)، بعد التوصيف أدى الفحم النشط الذي تم تحضيره بواسطة حمض الفسفوريك إلى الحصول على سطح محدد كبير مما أدى إلى إجراء دراسة لامتزاز صبغة نسيجية (ماكسيلون بلو). أظهرت النتائج المتحصل عليها فعالية هذا الفحم النشط. في الواقع، السطح المحدد الكبير لهذا الفحم النشط يسمح بامتزاز فعال للملوثات مثل الصبغات النسيجية، مما يظهر إمكانياته في معالجة الفواقد الصناعية. وبالتالي ووفقاً لهذا البحث، يفتح استغلال الإمكانيات التي يحملها البن المستعمل الباب أمام استخدامات متعددة، وبالتالي يساهم في نمو الاقتصاد الدائري والتنمية المستدامة في مجتمعنا.

الكلمات الرئيسية: البن المستعمل، استغلال النفايات، بوليفينول، فحم نشط، تنقية البيئة.