REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA



Faculté de **T**echnologie

Mémoire de fin d'études de Master

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie des matériaux

Thème

CARACTERISATION DES DECHETS ISSUS DE L'EXTRACTION D'HUILE VEGETALE DE NIGELLA SATIVA L

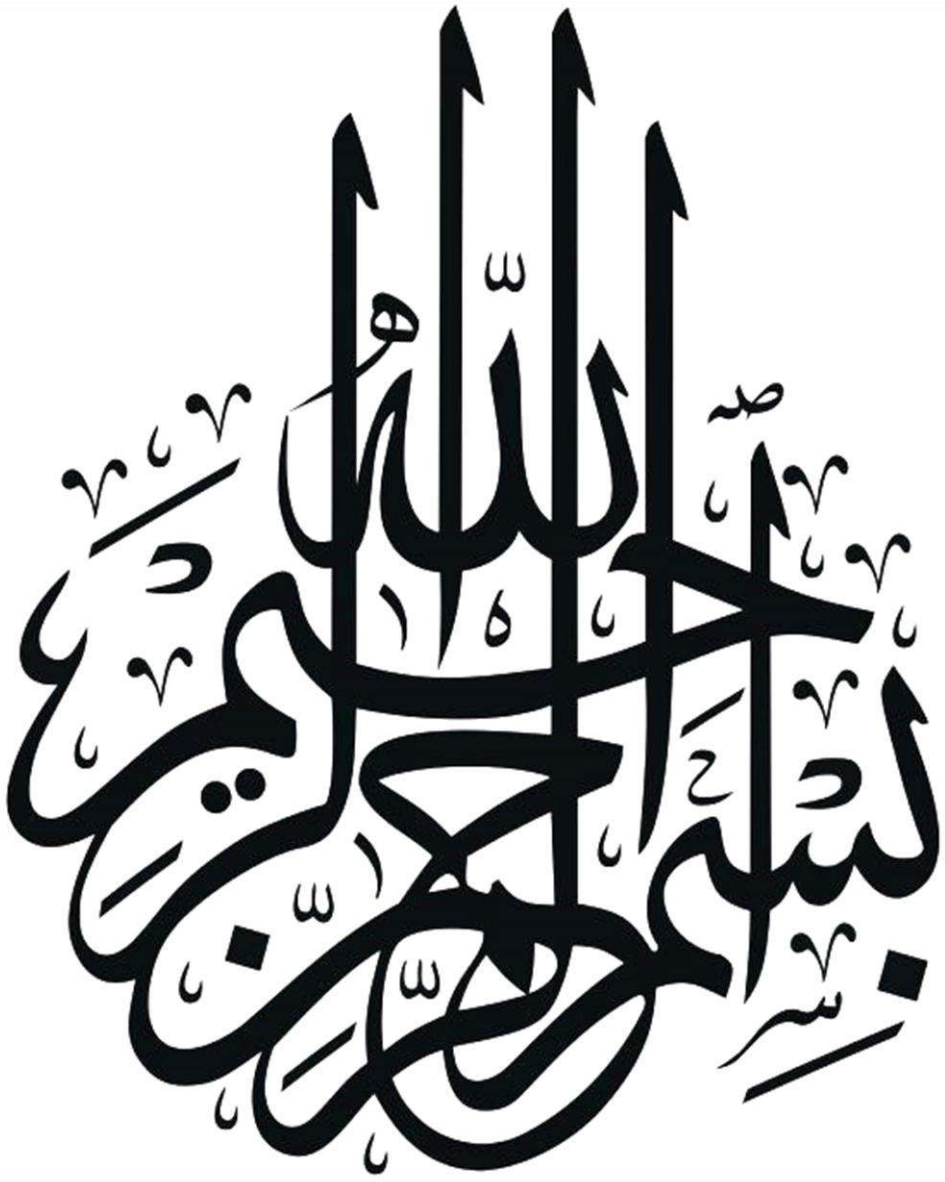
Présenté par :

- DJELLAL Imene
- BOUZOUIDJA Noussaiba

Proposé et Dirigé par :

- Dr. TURKMAN Meriem
- Pr. MOULAI-MOSTEFA Nadji

Promotion juillet 2021


بسم الله الرحمن الرحيم

Remerciements

Tout d’abord nous remercions Dieu tout puissant de nous avoir aidé et donné la santé, la patiente et le courage pour mener à bien ce travail.

Il nous est particulièrement agréable de pouvoir exprimer nos remercîments à nos encadreurs **Dr Turkman Meriem**, et **Pr Moulai-Moustefa Nadji**, pour leur disponibilité et pour les conseils et les encouragements qu'ils nous ont prodigués durant ce travail.

Nos plus vifs remerciements s’adressent à **Mr Othmanine et Mm. Turkman naila** pour leur aide.

Nous tenons à remercier tous les ingénieurs de laboratoire Hall de technologie qui nous ont guidés tout le long de ce travail par leurs disponibilités leur savoir et leurs expériences.

Notre respect aux membres du jury qui ont bien voulu accepter de juger ce travail

Mr. KREA.M ET **Mme. BENAISSA.F**

Nous témoignons notre reconnaissance à nos familles qui nous ont soutenues tout au long de ces années d’étude.

Finalement, nous aimerions exprimer notre gratitude à tous les employeurs et administratifs de notre université **Dr. YAHIA FARES.** A toutes les personnes qui nous ont encouragé et soutenu du pré ou du loin durant la Réalisation de ce travail.

Dédicaces

A l'aide de dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu réaliser ce travail que je dédie :

A mes parents qui m'ont soutenue tout au long de mes études. Un simple merci me parait petit à coté de leurs sacrifices et leurs tendresses. Je ne peux que leur témoigner mon respect, mon amour et ma reconnaissance.

A mes sœurs et mes frères et à toute ma famille qui m'ont toujours soutenue.

A ma chère binôme « IMENE djellal » et à toute sa famille

A mes amis

A mes professeurs

A vous …

Noussaiba

Dédicace

Cher père

Veillez trouver, dans ce modeste travail, le fruit de vos sacrifices ainsi que l'expression de ma profonde Affection et ma vive reconnaissance ; Que Dieu vous protège et vous garde

Ma chère maman.

Si Dieu a mis le paradis sous les pieds des mères, ce n'est pas pour rien. Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner. Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études. Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur

Mon frère et mes sœurs

Amir. Asmaa. Selma. Affaf et sabrine*.*

Pour votre assistance, vos conseils et vos encouragements

Mes copines

Kaouther, Nawal, Hiba*, et les autres, avec lesquels j'ai pu partager des moments de bonheur uniques. Que ces amitiés perdurent*

Mon binôme ***Noussaiba*** *et toute sa famille****,*** *qu'Allah te réalise tes rêves.*

A personne qui loin des yeux mais près du cœur.

A tous que j'aime et ceux qui m'aiment
Je dédie ce modeste travail.

Imene.

ملخص:

الهدف من عملنا هو دراسة خصائص المخلفات المتحصل عليها بعد استخراج زيت بذور الحبة السوداء بالضغط الميكانيكي. القيم التي تم الحصول عليها لمختلف الخصائص الفيزيائية والكيميائية (المادة العضوية،المعدنية، مؤشر الحموضة و التصبن) على التوالي بالترتيب 76%، 15%، 7.092مغ/غ, 14.025 مغ/غ من مخلفات زيت الحبة السوداء ، تم الحصول ايضا على النتائج التالية: الكثافة الحقيقية 1.59، الكثافة الظاهرية ,0.46 المسامية 0.19، كمية فيتامين C المقاسة 11.45 مغ وحصلنا على نتائج مقاربة لبذورالحبة السوداء.

اظهرت صور المسح المجهري الإلكتروني للمخلفات التشكل بتوزيع غير متجانس على أسطح العينة؛ يتراوح حجم المسام الملحوظ بين 50-200 ميكرومتر.

الكلمات المفتاحية : الحبة السوداء،الوصف , مخلفات الزيت .

Resumé :

Le but de notre travail est d'étudier les caractérisations des déchets obtenus aprés l'extraction d'huile végétale de *Nigella Sativa L* par pressage mécanique. Les valeurs obtenues pour les différents caractéristiques physico-chimiques (matière organique, minérale, indice d'acide et de saponification) sont respectivement de l'ordre de 76%, 15%, 7.092 mg/g, 14.025 mg/g de déchet d'huile de graines de nigelle. Les résultats suivants ont été obtenus aussi : densité réelle 1.59, densité apparente 0.46, porosité 0.19, la quantité de vitamine C mesurés 11.45 mg et on aobtenu des résultats presque similaires pour les graines de *Nigella Sativa L.*

Les images du MEB des déchets montrent la morphologie avec une distribution hétérogène sur les surfaces de l'échantillon, la taille des pores observée varie entre 50-200 µm.

Mots clés*: Nigella Sativa L*; caractérisation ; dechet d'huile .

Abstract :

The aim of our work is to study the characterizations of the waste obtained after the extraction of vegetable oil from *Nigella Sativa L* by mechanical pressing. The values obtained for the different physico-chemical characteristics (organic matter, mineral matter, acid index and saponification) are respectively of the order of 76%, 15%, 7,092 mg/g, 14,025 mg/g of nigella sativa oil cake . The following results were also obtained: actual density 1.59, apparent density 0.46, porosity 0.19, the amount of vitamin C measured 11.45 mg and almost similar results were obtained for the seeds of *Nigella Sativa L*.

The waste SEM images show the morphology with a heterogeneous distribution on the surfaces of the sample, the observed pore size varies between 50-200 µm.

Keywords: *Nigella Sativa L*; characterization; oil cake.

Sommaire :

Remerciements

Dédicaces

Résumé.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Liste des abréviations.

Introduction générale..... 01

Chapitre I : synthèse bibliographique

I.1. Introduction…….. 03

I.2. Les déchets industriels……. 03

I.2.1. Définition du terme « déchet »……. 03

I.2.1.1. Définition générale……... 03

I.2.1.2. Définition juridique……..……... 04

I.2.1.3. Définition économique……. 04

I.2.1.4. Définition sociologique…… 04

I.2.2. Classification des déchets industriels…….. 04

a. Selon le danger……. 05

b. Selon la nature physique……..……... 05

I.2.3. But de la classification des déchets…….. 06

I.2.4. Gestion des déchets……... 06

I.2.4.1. Qu'est-ce que la gestion des déchets ?..... 07

I.2.4.2. Les modes de gestion des déchets……... 07

I.2.4.3. Gestion des déchets dans les pays développés……... 09

I.2.4.4. Gestion des déchets dans l'Algérie……. 09

- **La collecte des déchets…… 10**
- **Le tri des déchets……. 10**
- **La valorisation des déchets…… 10**
- **L'élimination des déchets……... 10**
- **Immersion des déchets…… 10**

- **Enfouissement des déchets……. 10**
- **L'enfouissement technique……. 10**

I.2.4.5. Impact des déchets sur l'environnement…….. 11

- **La pollution de l'eau……... 11**
- **La pollution de l'air…… 11**
- **La pollution du sol…….. 11**

I.2.4.6. Risques sanitaires pour les professionnels de la gestion des déchets..... 12

I.2.4.7. Les enjeux de la gestion des déchets……. 13

I.3.Recyclage des déchets……... 14

- **Les avantages du recyclage……. 14**

I.4. Les déchets organiques…… 14

I.5. *Nigella Sativa L*…… 15

I.5.1. Classification :……...…… 15

I.5.2. Description……. 17

I.5.3. Répartition géographique…… 17

I.5.4. Caractérisation Physico-chimique……... 18

1.5.5. Utilisation médicinales de *Nigella sativa L*……. 19

1.5.6. La toxicité, eteffets secondaires de *Nigella sativa L*…….. 20

I.6. Le déchet d'huile végétale de *Nigella sativa L*……... 21

I.6.1. Méthodes d'extraction d'huile végétale de *Nigella sativa L*……... 21

- **L'extraction par pressage mécanique assisté……... 21**
- **Extraction assistée par ultrasons……. 23**
- **Extraction assistée par micro-ondes…… 24**
- **Extraction par CO_2 supercritique……. 25**

1.6.2. Le déchet d'huile végétale de *Nigella Sativa L(*DHN*)* Composition et utilisation du déchet d'huile de *Nigella Sativa L* (DHN)……... 26

I. 7. Les recherches les plus récents sur Les graines de *Nigella Sativa L* (GN) et le déchet d'huile végétale de *Nigella Sativa L (DHN)*……. 27

I.7.1 .La teneur en humidité et activité d'eau……..…… 27

I.7.2. Granulométrie…… 28

I.7.3.Contenu phytobiotique et thymoquinone……. 29

I.7.4. Teneur en éléments nutritifs……. 30

I.7.5. Les travaux de 2017-2021…….……. 31

Chapitre II : matériels et méthodes

II.1. Introduction……...……. 33

II.2. Matériel……... 33

II.2.1. Matériel biologique……. 33

A. Graines de *Nigella Sativa L*(GN)…… ……. 33

B. Déchet d'huile végétale de *Nigella Sativa L* (DHN)…… ……... 33

II.2.2. Matériel non biologique…….. 35

II.3. Caractérisation physico-chimique des matériaux……... 36

***II.3.1.Analyse granulométrique*…….. 36**

***II.3.2.Taux d'humidité*…… 37**

***II.3.3. Densité réelle*…… 38**

***II.3.4. Densité apparente*……. 38**

***II.3.5. Porosité totale*……... 39**

***II.3.6. Volume poreux total*……. 39**

***II.3.7. pH du matériau*……. 39**

***II.3.8. pH de point de charge nulle (pH_{PZC})*……...…… 39**

***II.3.9. Détermination de la matière organique et de la matière minérale*…….. 40**

***II.3.10. Indice d'iode*……... 40**

***II .3.11. Indice d'acide (I_A)…… ……. 41**

***II.3.12. Indice de Saponification (I_s)…… ……. 42**

***II.3.13. Indice d'Ester (I_E)*……..…… 43**

II.4. Caractéristiques structurales et morphologiques…… 43

***II.4.1. Spectroscopie infrarouge*……. 43**

***II.4.2. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)…… ……... 43**

II.5. Dosage des minéraux…….. 44

***II.5.1. Préparation d'extrait aqueux*……... 45**

***II.5.2.Dosage decuivre total*…… 45**

II.5.3.*Dosage de manganèse*……... 45

II.6. Dosage des vitamines…….. 46

***II.6.1. Vitamine C*…… 46**

***II.6.2. Vitamine A*…… 47**

II.7. Utilisation de DHN dans le domaine environnemental « Biosorption des ions de cuivre »……... 47

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Introduction……... 48

III.2. Caractérisation physicochimique du DHN et GN …….…… 48

III.2.1. Analyse granulométrique …… 48

III.2.2. Les caractéristiques particulaires ……... 50

III.2.3. Evaluation du pH ……..……

III.2.4. Détermination du point de charge nulle pH_{pzc}…… 53

III.2.5. Détermination de la matière organique et la matière minérale…… 54

III.2.6. L'indice d'iode ……..… 55

- **L'indice d'iode mesuré pour DHN …….. 55**
- **L'indice d'iode mesuré pour GN ……..... 55**

III.2.7. Les indices d'acide, ester et saponification…….. 56

III .3 Caractérisation structurale et morphologiques……. 57

III.3.1. Caractères macroscopiques et organoleptiques……. 57

III.3.2. Spectroscopie infrarouge …….. 58

III.3.3. MEB ……..... 60

III.4. Dosage des minéraux ……... 61

III.5. Dosage des vitamines…… 62

III.5.1. Vitamine C …… 62

III.5.2. Vitamine A …… 63

III.6. Biosorption des ions de cuivre par DHN…… 65

Conclusion générale…… 66

Références bibliographique

Annexes

Liste des figures :

Figure I.1 : Représentation des étapes constituant la prévention et la gestion des déchets ***07***

Figure I.2 : Principe d'organisation des filières de traitement…… ***08***

Figure I.3 : Classification botanique de la plante *Nigella Sativa L*……..... ***15***

Figure I.4. Dessin représentant la plante entière et ses annexes……. ***17***

Figure I.5 : Les structures chimiques du quelques composés du *Nigella Sativa L*……..… ***19***

Figure I.6 : Système d'extraction par pressage mécanique assisté……. ***22***

Figure I.7 : Système d'extraction par ultrasons…….…. ***24***

Figure I.8 : Système d'extraction par CO_2……..…… ***25***

Figure II.1 : Equipement de la presse à vis pour l'obtention de déchet d'huile végétale de *Nigella Sativa L*……..…… ***34***

Figure II.2 : Schéma représentant (A) Fleur de *Nigella Sativa L,* (B) Graines de *Nigella Sativa L,* (C)Huile de graines de nigelle (D) Déchet d'huile de nigelle (E) Déchet d'huile de nigelle après le séchage et le broyage (DHN). ……..…. ***34***

Figure II.3 : Les différentes gammes de granulométrie……..…. ***37***

Figure II.4 Détermination d'indice d'acide. L'apparition de la coloration rose ***41***

Figure II.5 : Montage utilisé pour la détermination d'indice de saponification…… ***42***

Figure II.6. La coupe d'un MEB et schéma de fonctionnement associé…… ***44***

Figure II.7. Pastille de manganèse……..……..... ***46***

Figure III.1 : La courbe granulométrique du DHN…… ***49***

Figure III.2 : La courbe granulométrique du GN……... ***50***

Figure III.3 : Evolution du pH du DHN et de GN dans l'eau distillée Conditions opératoires [matériau] = 10g/L, agitation=250tr/min, Tº= (20-25) ºC……. ***53***

Figure III.4 : Détermination de point nulle de charge…… ***54***

Figure III.5 : Proportion des différents constituants de DHN…… ***55***

Figure III.6 : Proportion des différents constituants de GN……... ***55***

Figure III.7 : Spectres FT-IR de GN et DHN……. ***59***

Figure III.8 : Images de MEB pour DHN granulométrie [0.315-0.250] mm……. ***61***

Figure III.9 : Dosage des minéraux…….. ***61***
Figure III.10: Résultat de spectre UV du DHN……. ***63***
Figure III.11 : Résultat des spectre UV de GN…….. ***63***
Figure III.12 : Effet de la concentration initiale de la solution métallique du cuivre sur la biosorption par DHN…… ***65***

Liste des tableaux :

Tableau I.1 : Les enjeux de la gestion des déchets …… ***13***

Tableau I.2 : Quelques propriétés physicochimiques des graines de *Nigella Sativa L*..... ***27***

Tableau I.3 : Humidité moyenne et activité hydrique des graines entières *Nigella Sativa.L*, des graines broyées et des déchets(DHN)…….……..... ***28***

Tableau I.4 : Teneur en phytobiotes des graines de *Nigella sativa.L*…….…... ***29***

Tableau I.5 : Analyse des graines (GN) et déchet (DHN)……..…...…. ***30***

Tableau II.1 : Matériel utilisés……...…...……. ***35***

Tableau II.2 : Produits utilisés. ……..……...….. ***36***

Tableau III.1 : Analyse granulométrique du déchet d'huile de nigelle(DHN)…… ***48***

Tableau III.2 : Analyse granulométrique du grain de nigelle (GN)……. ***49***

Tableau III.3 : Caractéristiques physico-chimiques du DHN…… ***51***

Tableau III.4 : Caractéristiques physico-chimiques du GN……... ***51***

Tableau III.5 : Résultats des indices de : saponification, ester et acide de GN…… ***56***

Tableau III.6 : Résultats des indices de : saponification, ester et acide de DHN…… ***56***

Tableau III.7 : Caractéristique organoleptique de DHN et GN…… ***58***

Tableau III.8 : Identification des spectres d'infrarouge de DHN et GN…… ***58***

Tableau III.9 : Résultat des minéraux dans les extraits……. ***61***

Tableau III.10 : Composition chimique « les minéraux » de Nigella Sativa L selon la littérature……. ***62***

Tableau III.11 : Composition chimique « les vitamines» de Nigella Sativa L selon la littérature…….. ***64***

Liste abréviations :

CET : centre d'enfouissement technique

d_{app} : densité apparente**.**

DH : déchets hospitaliers

DHN : déchet d'huile de nigelle

DI : déchets industriels.

DIB : Déchet Industriel Banal

d_r : densité réelle**.**

EAM :extraction assistée par micro-ondes.

EEP : effets du champ électrique pulsé.

FTIR : Fourier-transform infrared spectroscopy

GD : gestion des déchets

HCN: l'huile des graines de cumin noir.

MEB : microscope électronique a balayage

NS : Nigella sativa L**.**

OM : ordures ménagères.

PED : les Pays en Développement

PH : potentiel hydrogène

PI : pays industrialisés

UV : ultraviolet.

VA : vibration d'allongement**.**

VD : vibration de déformation.

Introduction générale

Introduction générale :

Depuis le début des années 1990, la protection de l'environnement est devenue une préoccupation collective. La question des déchets touche chaque individu tant sur le plan professionnel que familial. En tant que consommateur, jeteur, et trieur de déchets recyclables, citoyen ou contribuable, chacun peut et doit être acteur d'une meilleure gestion des déchets.

Parmi ces déchets, on trouve les déchets organiques qui sont les résidus d'origine végétale ou animale qui peuvent être dégradés par les micro-organismes pour lesquels ils représentent une source d'alimentation. Ils incluent : les végétaux, les papiers et cartons souillés sous certaines conditions et les déchets des huiles végétales (tourteaux). Les tourteaux sont les déchets solides de l'extraction de l'huile des graines par pressage mécanique .Ils représentent généralement de 50 à 75 % de la masse des graines. Ces graines riches en huilesubissent un traitement préalable, c'est-à-dire qu'elles sont broyées et pressées.

Cependant, *Nigella Sativa L* est considéré parmi les meilleures plantes oléagineuse utilisée pour l'extraction d'huile végétale. Cette plante est une plante médicinale précieuse couramment utilisée en médecine traditionnelle. Elle appartient à la famille des *Ranunculaceae* et possède de petites graines noires de type caraway. Les graines de nigelle servent à faire en Egypte notamment une huile utilisée dans les problèmes de peau. Cette huile possèderait des vertus calmantes, régénérant, vitalisant et anti-inflammatoires. Dans les références médicales anciennes du monde entier, les graines de *Nigella sativa L* et ses extraits ont été utilisés comme remèdes dans la prise en charge et la prévention contre une longue liste de pathologies, de symptômes et d'inconforts corporels.Les graines noires de *Nigella sativa L*(graines entières -en poudre -suspension...) et les huiles extraites de ces graines, ont été largement utilisée dans tout l'Orient, et depuis l'Antiquité (Égypte pharaonique ; Sumer ; l'Inde, Grèce, Rome, la Syrie, l'Arabie et la Turquie) pour ses propriétés calmantes, régénérant, vitalisant et anti-inflammatoires.

Ainsi, cette plante est appelée « le traitement pour tout sauf mort » ; puis habat al-baraka (la graine bénie-la semence de bénédiction). Cette recommandation participe à favoriser la consommation des graines de *Nigella sativa L*et ses extraits.

En outre,une fois l'huile extraite, elle est prise comme produit principal, mais les déchets issusde l'extraction de l'huile végétale de nigelle sont souvent stockés et relargués dans la nature, et ils n'ont pas encore d'application significative.

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre recherche. Ainsi, l'objectif essentiel de cette présente étude consiste à caractériser les grainesde*Nigella Sativa L* et les déchets issus de l'extraction d'huile végétale de ses graines.

Ce travail s'articule autour de trois chapitres :

La première concerne une étude bibliographique détaillée structurée en trois parties : (i) Les déchets industriels, (ii) Nigella Sativa L, (iii) Les déchet issus d'extraction de l'huile végétale de *Nigella sativa L*.

Dans le deuxième chapitre, on expose la description du matériel utilisé, les protocoles et les méthodes employées pour la réalisation des différentes caractérisations en utilisant différentes techniques d'analyse.

Dans le troisième chapitre, sont rassemblés tous les résultats expérimentaux obtenus dans cette investigation. Les résultats sont regroupés en trois parties :

- Caractérisation physicochimique
- Caractérisation structurale et morphologique
- Biosorption des ions de cuivre par les déchets issus de l'extraction d'huile végétale de *Nigella sativa L*.

On termine ce travail par une conclusion générale et les perspectives pour son développement futur.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I.1. Introduction

La plupart des produits industriels sont issus de processus de plus en plus complexes. À l'origine, il y a toujours prélèvement de matières premières, d'eau et d'air et, à l'issue de chaque étape de la transformation, émission de sous-produits, d'eau et d'air plus ou moins pollués.

De plus, chaque étape est consommatrice d'énergie. Au stade de sa consommation, le produit industriel, surtout lorsqu'il est complexe, est à son tour consommateur d'eau, d'air, d'énergie, de pièces de rechange, et tout cela contribue également à différentes formes de l'impact environnemental. Enfin, au stade ultime de son utilisation, le produit devient à son tour un déchet dont il faudra assurer la gestion. Une vision globale se doit donc d'aborder les problèmes posés à tous les stades de ce que l'on appelle le cycle de vie :

Création du produit ---> Utilisation du produit ---> Fin de vie du produit

Les déchets apparaissent à tous les stades du cycle de vie, avec des natures très variées(Navarro, 2016).

I.2. Les déchets industriels

Les déchets d'activités économiques (DAE), anciennement appelés déchets industriels sont des déchets produits par les activités (industrie, bâtiment et travaux publics (BTP), secteur tertiaire, agriculture, etc.). Dans le cadre de la responsabilité élargie du producteur, le producteur est responsable de la gestion de ses déchets jusqu'à leur élimination ou leur valorisation finale. (Code de l'environnement).

I.2.1. Définition du terme « déchet »

- **Définition générale**

Les déchets regroupent toute la variété des espèces chimiques minérales ou organiques, naturelles ou synthétiques, seules ou en mélange. On peut considérer que chaque famille, parfois chaque déchet au sein de la famille, constitue une entité spécifique. C'est probablement cette particularité qui complique une approche systémique des déchets. La tâche est encore accrue par le fait que les déchets relèvent pour l'essentiel du domaine des solides particulièrement propices à l'hétérogénéité. De surcroît, on est souvent dans « l'inutile, l'indésirable, la non-valeur » (Navarro, 2016).

- **Définition juridique**

La loi N°01-19 du 12/12/2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets arrête (officiellement) les définitions des différents types de déchets comme suit :

« **Déchets** : tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation et plus généralement toute substance, ou produit et tout bien meuble dont le propriétaire ou le détenteur se défait, projette de se défaire, ou dont il a l'obligation de se défaire ou de l'éliminer » (Brahim, 2014).

- **Définition économique**

Un déchet est défini comme étant un objet ou une matière dont la valeur économique est nulle ou négative, pour son détenteur, à un moment et dans un lieu donné. Pour s'en débarrasser, le détenteur devra payer quelqu'un ou faire lui-même le travail (contrairement à un bien qui a une valeur économique positive et donc un acquéreur pour lequel on doit payer un prix). Cette définition de la nullité de valeur reste cependant relative car les déchets des uns peuvent servir de matières premières secondaires pour la fabrication d'autres produits voire même des biens pour d'autres personnes ou communautés aussi bien dans les pays développés ou industrialisés (PI) que dans ceux en développement selon l'expression « les résidus des uns font le bonheur des autres » (Abdoune et Haddad, 2019).

- **Définition sociologique**

Les déchets sont le témoin de la culture et de ses valeurs. Il est le révélateur du niveau social des populations et de l'espace dans lequel elles évoluent (zones rurales ou urbaines, habitat collectif ou individuel). Il est aussi le reflet d'une dépréciation économique ou sociologique à un moment donné (A.D.E.M.E, 2003)

I.2.2. Classification des déchets industriels

La classification des déchets n'est pas chose facile et universelle. Ils peuvent être classés de différentes manières selon les objectifs recherchés et selon l'intérêt des informations qui peuvent en être tirées

On peut classer ces déchets d'une façon générale en cinq familles principales (Navarro, 2016) :

- A : déchets et sous-produits de la fabrication ;
- B : déchets de la dépollution de l'eau et de l'air ;
- C : déchets associés à la vie du produit ;
- D : produits en fin de vie ;
- E : déchets du traitement des déchets.

Il existe d'autre classification détaillée des déchets en deux groupes comme suit selon leurs dangers et leurs natures physiques :

A. Selon le danger

Les déchets dangereux

Certaines industries et particuliers génèrent des déchets dits dangereux, car hautement polluants et susceptibles de présenter un danger pour l'homme ou pour l'environnement, tels que les solvants, peintures, produits chimiques et pour lesquels il faut mettre en œuvre des traitements spécifiques (http://www.eauxdemarseille-environnement.fr/faq/faq4).

Les déchets non dangereux

Déchet Industriel Banal (DIB) est un déchet qui n'est pas généré par des ménages et qui n'est ni dangereux, ni inerte. Il peut se décomposer, brûler, fermenter ou encore rouiller. Exemple de Déchets industriels non dangereux :

- Emballages usagés : Palette, bidon, etc.
- Déchets de production : chutes, rebuts, purges (matières de cru, clinker, ciment…)
- Produits usagés : papiers, invendus, consommables usagés, etc.
- Matériaux : verre, métaux, plastique, cuir, papier, carton, bois, etc.

Toutes les entreprises, quelle que soit leur taille, leur activité et leur secteur sont concernées par les déchets banals (http://www.clikeco.com/P-63-88-F1-les-dechets-industriels-banals-dib-ou-dechets-industriels-nondangereux-dind.html).

B. Selon la nature physique

Les déchets liquides

Les huiles usagées, solvants, eaux polluées, émulsions eaux huileuses, mélanges eau hydrocarbures, …. (Bounif , 2020).

- **Les déchets Solides**

Emballages (carton, plastique, bois, papier), produits avariés ou périmés, pneus, dispositifs de filtration… (Bounif, 2020).

- **Les déchets Visqueux**

Terres contaminées aux hydrocarbures, boues de station d'épuration, boues de fonds de bacs d'hydrocarbures, graisses, culots de distillation…. (Bounif, 2019).

- **Les déchets gazeux**

Le gaz fumé est acheminée de la station de détente principale vers :

- Four de cuisson.
- Foyer auxiliaire (broyeur cru) par une conduite aérienne.

Broyeur de clinker (Rabie, 2006).

I.2.3. But de la classification des déchets

La classification des déchets peut être fait de défirent façon que l'on se base sur certaines caractéristiques : physiques, ou type de matériau concerné sur les différents secteurs d'activité ou de production (Murate, 1981) Selon Koller (2004), le but d'une classification des déchets est peut-être :

• D'ordre technique, afin de mieux maitriser les problèmes de transport, de stockage intermédiaire, de traitement et d'élimination finale ;

• D'ordre financier, selon l'application du principe pollueur payeur, tri entre les communes et les entreprises qui sont nombre ou non d'un organisme de gestion des déchets qui en ont assuré le financement ;

• D'ordres légaux, afin de cerner les responsabilités relatives à des questions de sécurité des populations ou de protection de l'environnement.

I.2.4. Gestion des déchets

La gestion des déchets regroupe la collecte, le transport, la valorisation et l'élimination des déchets généralement issus des activités humaines. L'accent a été mis, ces dernières décennies, sur la réduction de l'effet des déchets sur la nature et l'environnement et sur leur valorisation. La gestion des déchets concerne tous les types de déchets, qu'ils soient solides, liquides ou gazeux, chacun possédant sa filière spécifique. Les manières de gérer les déchets diffèrent selon qu'on se trouve dans un pays développé ou en voie de développement, dans

une ville ou dans une zone rurale, que l'on ait affaire à un particulier, un industriel ou à un commerçant (Souleymane, 2019)

I.2.4.1. Qu'est-ce que la gestion des déchets ?

Nous connaissons tous cet adage qui dit que « le meilleur déchet est celui qui n'existe pas ! ». Il est à partir de cette constatation nécessaire de préserver les matières premières tout en les réutilisant. C'est cette notion qui va conditionner toute la chaine de traitement rassemblée sous le terme « gestion des déchets ». Ici, c'est en fonction de leurs natures qu'ils vont être acheminés vers différents types de collectes et procédés de traitement, de valorisation et d'élimination.

Comme précisé, nous nous intéressons particulièrement à la gestion des déchets (GD). Mais à quoi correspond ce vocable. Il s'agit d'un terme générique qui décrit plusieurs étapes (Figure I.1) que l'on peut rassembler sous deux termes : la prévention et la gestion des déchets (Hatik, 2015).

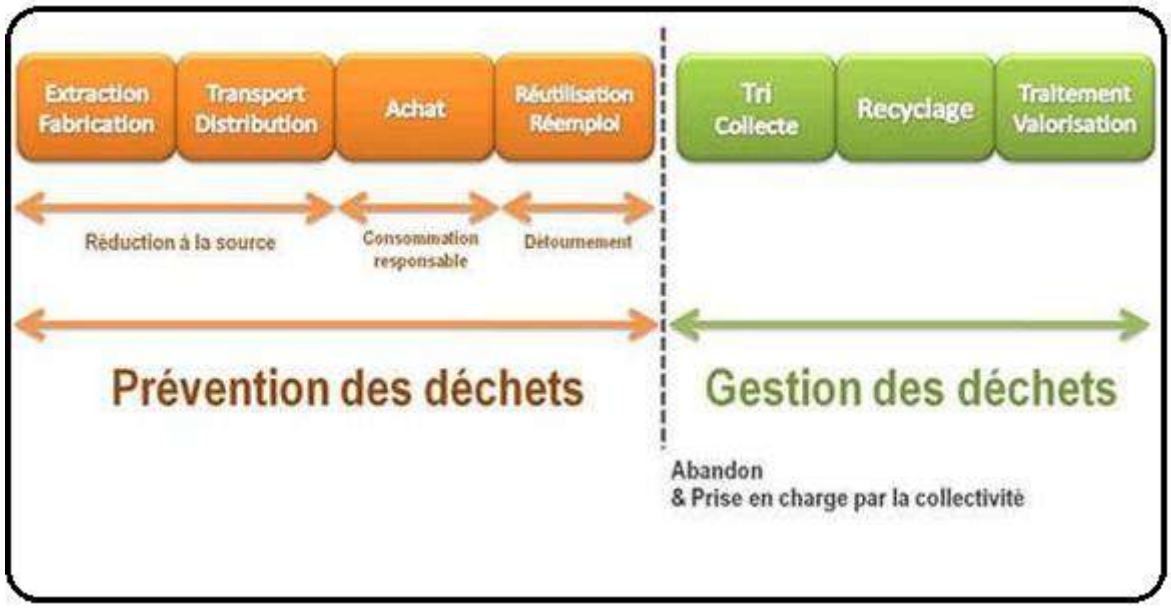


Figure I.1. Représentation des étapes constituant la prévention et la gestion des déchets (Hatik, 2015)

I.2.4.2. Les modes de gestion des déchets

Une fois triés et collectés, plusieurs flux de déchets sont discernables. Trois grandes catégories de flux sont généralement identifiées : les déchets recyclables, les déchets résiduels et les déchets organiques. C'est en fonction de ces catégories que vont être définies les voies de traitement. Une voie de traitement ou filière de traitement se définit comme :

« l'ensemble des opérations à mettre en œuvre pour aboutir au résultat souhaité ». Ces filières sont classées selon trois critères : la nature des déchets, le procédé principal de traitement et l'objectif du traitement comme montré sur la Figures I.2. Pour cela, nous avons besoin de ce que nous avons appelé jusque-là des modes de traitement ou des procédés qui correspondent simplement aux outils de traitement. Ces outils sont classés en deux catégories : les outils de valorisation (énergétique et/ou organique) et les outils d'élimination. L'étape d'élimination à l'inverse de la valorisation est présentée comme « toute opération qui n'est pas de la valorisation même lorsque ladite opération a comme conséquence secondaire la récupération de substances, matières ou produits ou d'énergie (Hatik, 2015).

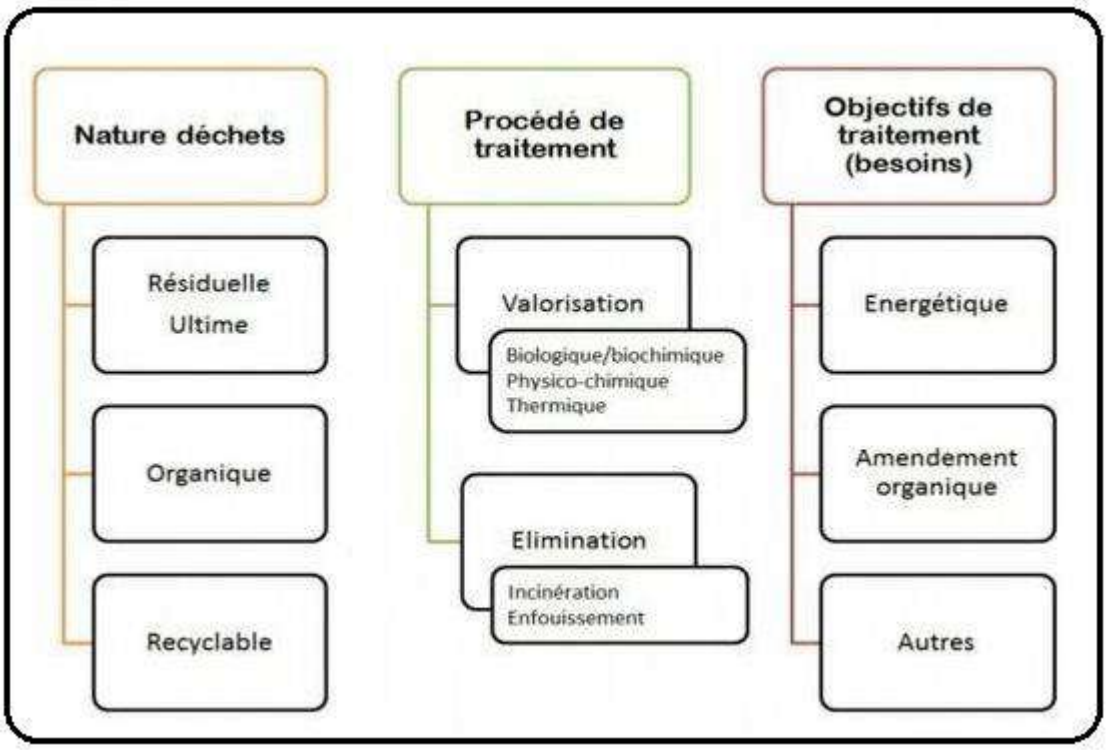


Figure I.2. Principe d'organisation des filières de traitement (Hatik, 2015)

Selon le type de collecte en mélange ou séparée à la source, les bio-déchets devront subir des prétraitements ou pré-tris afin d'être valorisés. Ces prétraitements ont pour but d'extraire les parties pouvant être recyclées de celles qui ne le sont pas (résiduelles) des bio-déchets. En résumé, si les bio-déchets ou les recyclables sont collectés en mélange, une étape intermédiaire de prétraitement est obligatoire afin de séparer les différents flux. Plus les flux sont purs et plus leur valorisation est de bonne qualité.

I.2.4.3. Gestion des déchets dans les pays développés

La gestion des déchets dans les Pays en Développement (PED), rencontre de très nombreuses difficultés, tant du point de vue technique et économique que méthodologique et organisationnel. Confrontés à des problèmes de planification, de gestion et de financement, les responsables locaux n'ont pas pu maîtriser l'implantation des populations les plus démunies dans les zones les plus exposées. Les principales difficultés rencontrées sont les suivantes :

- Des infrastructures urbaines inopérantes (hôpitaux, routes, eau potable.),
- un financement très irrégulier des dépenses,
- Des problèmes de fonctionnement et de maintenance des équipements de base,
- Des personnels sous-qualifiés
- Le manque chronique de données locales et de stratégies publiques adaptées aux situations locales.

Face à l'envergure des problèmes dans le domaine de la gestion des déchets au regard des moyens mobilisés, la décharge est devenue l'unique moyen disponible pour l'élimination des déchets, conduisant pour ces dépôts sauvages ou insuffisamment contrôlés à des risques sanitaires et environnementaux.

La mise en décharge (dans le cas de l'enfouissement technique) présente l'avantage, lorsqu'elle est conduite dans de bonnes conditions, d'éliminer d'importants volumes à des coûts raisonnables. Mais malheureusement, elle se limite souvent dans les PED à un dépôt sauvage ou au remblayage des carrières sans protection des nappes phréatiques **(**Edem Koledzi et al., 2014).

I.2.4.4. Gestion des déchets dans l'Algérie

Afin d'assurer le bon fonctionnement du service des déchets, plusieurs acteurs interviennent dans les différents segments du service, soit au niveau national, régional ou même local. Cependant, le mode de gestion variera d'un pays à un autre, d'une gestion directe au marché public en passant par la délégation et la concession. Nous développerons ces deux points sur le cas algérien juste ci-après. (Djemaci, 2013)

La gestion des déchets consiste en toute opération relative à la collecte, au tri, au transport, au stockage, à la valorisation et à l'élimination des déchets, y compris le contrôle de ces opérations. À partir de cette définition, plusieurs opérations se distinguent dans le mode de gestion des déchets existant en Algérie :

- **La collecte des déchets :** est l'opération de ramassage et/ou le regroupement des déchets en vue de les transférer vers un lieu de traitement.
- **Le tri des déchets :** est la séparation des déchets selon leur nature en vue de leur traitement, par exemple le papier, plastique...
- **La valorisation des déchets :** est la réutilisation, le recyclage ou le compostage des déchets. Le recyclage consiste à valoriser des produits usés ou des déchets. Le compostage est un processus biologique dans lequel les déchets organiques sont transformés par les microorganismes du sol en un produit stable et hygiénique appelé compost.
- **L'élimination des déchets :** comprend les opérations de traitement thermique, physico-chimique et biologique, de mise en décharge, d'enfouissement, d'immersion et de stockage des déchets, ainsi que toutes les autres opérations ne débouchant pas sur une possibilité de valorisation ou autre utilisation du déchet.
- **Immersion des déchets :** tout rejet de déchets dans le milieu aquatique.
- **Enfouissement des déchets :** tout stockage des déchets en sous-sol. L'incinération est un processus d'oxydation de la partie combustible du déchet dans une unité adaptée aux caractéristiques variables des déchets. Ce processus permet une forte réduction de volume des déchets à éliminer (déchets concernés : hydrocarbures, huiles, peintures, déchets d'usinage...). Les déchets issus de l'incinération (cendres, mâchefer) sont ensuite éliminés en centre d'enfouissement technique.
- **L'enfouissement technique** : Les déchets spéciaux ultimes sont ceux qui ne sont plus susceptibles d'être traités dans les conditions techniques et économiques du moment, notamment par l'extraction de la part valorisable ou par réduction de leur caractère dangereux et polluant. Les déchets admis en centre d'enfouissement technique (CET) sont des déchets essentiellement solides, minéraux avec un potentiel polluant constitué de métaux lourds peu mobilisables. Ils sont très peu réactifs, très peu évolutifs, et très peu solubles (Djemaci, 2013).

I.2.4.5. Impact des déchets sur l'environnement

- **La pollution de l'eau**

La pollution de l'eau peut être provoquée par la dispersion des déchets ou leurs éliminations d'une façon anarchique et elle peut être à l'origine de maladies a transmission hydrique (cholera, typhoïde, …etc.). Les rejets contaminent aussi les eaux souterraines, source d'approvisionnement en eau potable, par l'infiltration des lixiviats lors du lessivage des dépôts de déchets par les eaux des pluies (Dorbane, 2004).

La pollution des nappes phréatique et aggravée par la lente percolation dans celle-ci de nombreuses contaminations provenant de décharges industrielles (Ramade, 2005).

- **La pollution de l'air**

On considère que l'air est pollué quand il contient des substances qui n'entrent pas dans sa composition naturelle de base et qui peuvent entrainer des nuisances plus ou moins graves (Desachy, 2001)

La décomposition naturelle des déchets entraine des sous-produits et de nombreux types d'émissions tel que le méthane (CH_4), le dioxyde de carbone (CO_2), l'hydrogène (H_2), l'ammoniaque (NH_2), les chloro-fluro-carbone (CFC), la concentration de ces gaz dans l'atmosphère engendre des effets irréversibles et dangereux tel l'effet de serre, les pluies acides…etc(Dorbane, 2004).

De ce point de vue, la principale source de pollutions de l'air est la combustion provoquée, accidentelle ou spontanée de dépôts de déchets à l'air libre, qui donne naissance à de grandes quantités de fumées et d'odeurs et nauséabondes (OMS, 1971).

- **La pollution du sol**

Les sols, vu la position qu'ils occupent dans les échanges avec les autres éléments biotopes, constituent des ensembles vulnérables et sont souvent exposés à la pollution par différentes particules toxiques, ils sont des lieux de passage de nombreux flux de matières (Ngo et Regent, 2004).

A la périphérie des agglomérations, on relève de façon quasi systématique une contamination des sols au niveau des friches industrielles et de sites industriels en activité qui présentent souvent une très forte pollution due à un déversement (parfois volontaire par le passé) de divers résidus minéraux ou organiques de très forte toxicité et aux dépôts de déchets afférents, (Ramade, 2005).

Les retombées atmosphériques liées à l'incinération (métaux lourds, COV …etc.), la percolation des lixiviats de décharges et l'épandage de composants ou de boues contribuent à la contamination physico-chimique et /ou microbiologique des sols (Nollet, 1995).

I.2.4.6. Risques sanitaires pour les professionnels de la gestion des déchets

Le secteur de la gestion et notamment de la valorisation des déchets est en plein essor et en constante évolution. Il s'agit d'un secteur vaste et complexe aux contours difficiles à délimiter, où les enjeux de santé au travail sont nombreux. Dans ce cadre, l'Anses s'est autosaisie afin d'investiguer les risques sanitaires pour les professionnels de ce secteur. Dans une première expertise, l'Agence dresse un panorama général du secteur, puis propose une analyse suivie d'une catégorisation des filières de gestion des déchets en vue d'identifier des filières sur lesquelles conduire prioritairement une évaluation des risques sanitaires. De manière générale, l'Anses souligne le manque de données précises sur les risques sanitaires encourus par les travailleurs des déchets. La grande variété des déchets et des procédés mis en œuvre pour leur collecte, leur valorisation ou leur élimination, implique des expositions professionnelles à de multiples facteurs de risques notamment liés aux substances chimiques, bactéries et moisissures, aux bruits et vibrations mécaniques, ou encore aux contraintes organisationnelles. Des risques pour la santé psychique liés aux conditions de travail, à l'organisation et aux représentations des métiers des déchets sont également à considérer. Globalement, l'Anses formule des recommandations afin d'améliorer les connaissances sur les risques sanitaires pour les travailleurs ainsi que la prévention de ces risques.

Elle préconise également une prise en compte des enjeux pour la santé de ces professionnels dans les activités d'éco-conception et souligne l'importance de sensibiliser les populations à ces problématiques afin de contribuer à une meilleure reconnaissance des travailleurs et métiers des déchets. Concernant l'analyse par filières, un travail de catégorisation, fondé sur l'étude de plusieurs critères de différentes natures (niveau de documentation des risques sanitaires, estimation des potentiels de risques chimiques et biologiques, quantités de déchets, effectifs de travailleurs, évolutions économiques et techniques des filières dans les années à venir) a permis de regrouper des filières présentant des caractéristiques communes. Six catégories de filières ont ainsi été définies et, pour chacune de ces catégories, des recommandations spécifiques ont été formulées afin de prévenir, évaluer et caractériser les risques sanitaires pour les travailleurs. Une synthèse des conclusions et des recommandations

principales en matière de prévention issues de cette première expertise sera présentée lors du Congrès (Fourneau et al., 2020).

I.2. 4.7. Les enjeux de la gestion des déchets

Les enjeux de la gestion des déchets sont récapitulés dans le tableau I.1.

Tableau I.1. Les enjeux de la gestion des déchets (Takeawaste, 2019)

Les enjeux de la gestion des déchets	Explication
Enjeu environnemental	C'est le plus évident. La réduction, le tri et le recyclage des déchets se justifient d'abord d'un point de vue environnemental.
Enjeu réglementaire	Les obligations réglementaires se renforcent et se complètent, dans le sens : d'une collecte séparée de davantage de flux, permettant une meilleure valorisation des déchets.
Enjeu de réputation	L'enjeu de réputation ne concerne pas seulement les plus grandes entreprises, tenues à un reportions extra-financier et désireuses de publier un « indicateur déchets », ou bien les entreprises à forte résonnance médiatique, qui risquent les attaques d'ONG militantes et de journalistes d'investigation
Enjeu économique	Il est possible de maîtriser, voire de faire baisser le coût de la gestion des déchets .
Enjeu d'organisation	Il y a un besoin d'organiser au sein de l'entreprise un circuit efficace des déchets : placer les poubelles de tri au bon endroit, limiter voire supprimer les poubelles individuelles, aménager correctement les locales poubelles, etc. Ainsi les personnes concernées pourront gagner du temps et améliorer leurs conditions de travail.

I.3.Recyclage des déchets

Recyclage : Le recyclage est un procédé par lequel les matériaux qui composent un produit en fin de vie (généralement des déchets industriels ou ménagers) sont réutilisés en tout ou en partie. Ceux-ci sont collectés et triés en différentes catégories pour que les matières premières qui les composent soient réutilisées (recyclées) (Ait Maamar et Kechout, 2016).

Les avantages du recyclage

Selon W.M.P (2009), les avantages du recyclage sont :

- Reprise de matière première : lorsque le produit est principalement composé d'une ou plusieurs matières premières facilement séparables et réutilisables, on peut le collecter à cette fin ;
- Le recyclage permet de réduire l'extraction de matières premières ;
- La conversion en d'autres produits : sans certains cas (matières fermentescibles), les produits ne peuvent être recyclé ni sous la forme initiale ni sous forme de matières premières, on peut tout de même les réutiliser après compostage ou fermentation pour en faire des engrais et/ou du carburant (gaz naturel, biogaz principalement). On parle alors de revalorisation.
- Récupération d'énergie : on peut faire bruler le déchet pour récupérer de l'énergie : c'est l'incinération d'ordures. Cependant, ceci ne consiste pas à proprement parler une opération de recyclage. On parle alors de « valorisation énergétique » par opposition à la « valorisation de matière » qui consiste le recyclage.

I.4. Les déchets organiques

Les déchets organiques solides (DOS) désignent les déchets solides ou les matières contenant des composants organiques produits dans les activités humaines, y compris les déchets agricoles (p. ex., paille de culture, fumier de bétail), les déchets industriels (p. ex., boues industrielles) et les déchets organiques solides municipaux (déchets verts, déchets de cuisine, plastiques).

La croissance démographique rapide, le développement économique et l'urbanisation ont causé une crise mondiale de la génération DOS (Hao-nanGuoa et al., 2021) .

Le teneur en carbone pour les déchets organiques est de l'ordre de 40 à 50 % de la masse sèche) d'origine végétale ou animale. Les déchets d'origine animale sont, en général, plus riches en azote (quelques pour-cent de la masse sèche) que ceux d'origine végétale (généralement moins de 1 % de la masse sèche), et souvent plus humides (souvent plus de 70 % de la masse fraîche) (Bayard et Goudron, 2010)

Parmi les déchets organiques, on trouve les déchets des huiles végétaux. Ces derniers sont extraits à partir des graines et fruits des plantes oléagineuses.

Nigella sativa L est considéré parmi les meilleures plantes oléagineuse utilisée pour l'extraction d'huile végétale.

I.5. *Nigella sativa L*

I.5.1. Classification

Nigella sativa L est une plante herbacée annuelle de la famille des renonculaceae .Aussi appelé cumin noir, graine noire, ou Habbatul-Baraka est originaire du sud et du sud-ouest de l'Asie (Attas et al.,2016).



Figure I.3. Classification botanique de la plante *Nigella Sativa L* (Attas et al., 2016*)*

La nigelle et ses graines noires portent des noms différents en fonction des pays et les régions ; parmi les appellations relevées (Ghedira ,2006) :

En Latin : *Nigellasativa*; *Nigellacretica ; Nigellatruncata.*

- En France : L'ancien nom est "Melanthion" ou "Fleur noire" ; il s'agissait du nom du genre (actuellement = *Nigella).*

Les noms actuels : nigelle cultivée ; nigelle des jardins ; nigelle de Crète ; nielle ; nielle du Levant ; nielle romaine ; cumin noir ; faux cumin ; quatre-épice ; tout-épice ; poivrette ; sésame noir.

➢ En Français (Grand Robert) : la nielle = la nigelle, mais "nielle" signifie aussi :

✓ La nielle : maladie de l'épi des céréales produite par une anguillule (Tylenchus = ver nématode vivant dans les matières fermentescibles, les sols humides, en parasite des plantes).

✓ Le nielle : incrustation d'émail noir dont on décore une plaque de métal (argent, etc..) ; émail noir (sulfure d'argent) dont on se sert pour une telle incrustation (émail de niellure). En Architecture : ornements noirs sur fond clair (végétaux…) imitant les nielles sur métal.

✓ Niellage : opération par laquelle on nielle un ouvrage d'orfèvrerie.

- EnAnglais : black seed, black cumin, back caraway, fennel flower, nutmeg flower, Roman coriander.
- Italie :melanzio.
- EnAllemand :Schwarzkümmel ; Saat-Schwarzkümmel.
- Dans les pays arabes :

➢ Au Moyen-Orient : al-habba al-saouda " الحبة السوداء " (la graine noire) ; habat al-baraka " حبة البركة " (la grainebénie- la semences de bénédiction) ; le cumin noir " الكمون الأسود " ; al-karaway al-saouda`, al-kamoun al-akhal " الكراوية السوداء " ; " الكمون الأكحل " ; al-shounîz " الشونيز " al-samira " السميرا ".

➢ Yemen : al-qahta " القحطة " ; al-bashma " البشمة "

➢ EnLibye : al-kamoun " الكمون "

➢ EnAlgérie : al-sânoudj " السانوج "

➢ EnTunisie : sinouj " السِنوج "

➢ En Iran : "al-shounîz" ; " سیاهدانه - siyâhdâne "

➢ Turquie :çrekotu.

➢ Malaisie :jintanhitam.

- En Inde et au Pakistan : kalonji ,kalanji ; kalazeera (cumin noir) ; kalonji ; krishnajiraka.
- Russie : chernushka ; charnushka (Ghedira ,2006)

I.5.2. Description

La nigelle cultivée (*Nigella sativa L*) est une herbacée annuelle de la famille des renonculacées, originaire de l'Eurasie. La plante est reconnaissable à sa tige dressée, pouvant atteindre 60 cm de hauteur, ses feuilles divisées en petites lanières courtes et ses fleurs avec 5 ou 6 pétales. Ces deniers peuvent être de couleurs variées, allant du bleu au Blanc, en passant par le rose. La nigelle fleurit au cours des mois de juin et juillet. Elle est principalement cultivée dans les régions méditerranéennes, en Asie occidentale, en Arabie saoudite, au Soudan et en Éthiopie (Aftab et al., 2013).



Figure I.4. Dessin représentant la plante entière et ses annexes (Toparslan .,2012)

I.5.3. Répartition géographique

La plante est très peu exigeante et pousse sur des terrains argileux ou sablonneux, dans des endroits chauds et peu humides. Les graines sont semées en général au printemps, elles commencent leur germination dans les trois à quatre semaines. Après environ six mois de croissance végétative, la floraison apparaît et les graines continuent leur maturation pendant

un bon mois encore. Dès le jaunissement des feuilles, le brunissement des follicules, la récolte peut être faite à l'automne pour séchage à l'ombre (Anton et al.,2005).

Son lieu d'origine : l'Asie mineur présente le lieu naturel de ce genre des plantes apparentes à cette espèce en raison de leur existence sue de large superficie soit en Syrie, soit en Irak et certaines régions de bassin méditerranéen. Ensuite, leur culture s'est répondue partout dans les zones tempérées de l'Afrique(Anton, 2005).

I.5.4. Composition chimique des graines de *Nigella Sativa L*

De nombreux composés actifs ont été isolés, identifiés et signalés jusqu'à présent dans différentes variétés de *Nigella*. Les principaux composés actifs sont la thymoquinone (30 %-48 %), la thymohydroquinone, la dithymoquinone, la p-cyméne (7 %-15 %), le carvacrol (6 %-12 %), le 4-terpinéol (2 %-7 %), le t-anéthol (1 %-4 %), le sesquiterpène longifolène (1 %-8 %). α-pinène et thymol, etc. (Aftab et al., 2013)..

Les graines noires contiennent également d'autres composés à l'état de traces. Les graines contiennent deux types différents d'alcaloïdes, c'est à dire. des alcaloïdes isoquinoléiques, comme nigellicimine et nigellicimine-N-oxyde, et des alcaloïdes pyrazoles ou des alcaloïdes à anneaux indazoles, y compris la nigellidine et la nigellicine. De plus, les graines de N. sativa contiennent également de l'al*pH*a-hédrine, un triterpènepentacyclique soluble dans l'eau et de la saponine, un agent anticancéreux potentiel (Aftab et al., 2013).

D'autres composés, comme la carvone, le limonène et le citronellol, ont également été trouvés à l'état de traces. La plupart des propriétés pharmacologiques de N. sativa sont principalement attribuées aux constituants de la quinine.

Les graines de *N. Sativa* contiennent des protéines (26.7%), des matières grasses (28.5%), des glucides (24.9%), des fibres brutes (8.4%) et des cendres totales (4.8%) (Aftab et al., 2013).

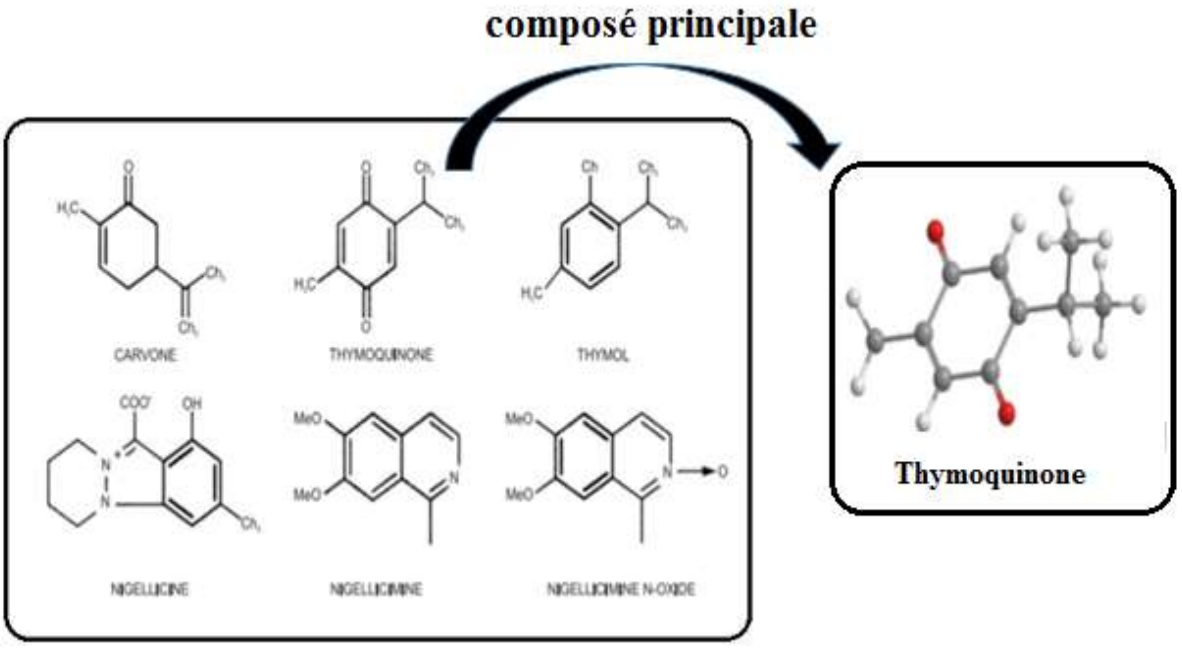


Figure I.5. Les structures chimiques du quelques composés chimiques du *Nigella Sativa L*(Boukelkal et Amari, 2020), (Ketenoglu et al., 2020).

Les graines contiennent également une bonne quantité de vitamines et de minéraux comme Cu, P, Zn et Fe, etc. Les graines contiennent du carotène qui est converti par le foie en vitamine A. Les racines et les pousses contiennent de l'acide vanillique .

Les exemples de divers autres composants chimiques déclarés comprennent le nigellone avenasterol-5-ene, avenasterol-7-ene, campesterol, citrostadienol, cycloeucalenol, gramisterol, lo*pH*enol, obtusifoliol, stigmastanol, stigmasterol-7-ene, β-amyrin, butyro-spermol , cycloartenol, 24-methylene-cycloartanol, taraxerol , tirucallol, 3-O-[β-D-xylopyranosyl(1→ 3)-α-L- rhamnopyranosyl(1 2)-α-L-arabino-pyranosyl]-28-O-[α- L-rhamnopyranosyl(1→ 4)-β-D-glucopyranosyl (1→ 6)-β-D - gluco-pyranosyl] hégégenine, huile volatile (0,5-1,6 %), huile grasse (35,6-41,6 %), acide oléique, esters d'acides gras insaturés avec C15 et terpénoïdes supérieurs, protéines et sucre réducteur (Aftabet al.,2013).

1.5.5. Utilisation médicinale de *Nigella sativa L*

Les graines de *Nigella sativa L.*, communément appelées graines noires, ont été utilisées en médecine traditionnelle par de nombreux pays d'Asie, du Moyen-Orient et d'Extrême-Orient pour traiter les maux de tête, la toux, les douleurs abdominales, la diarrhée, l'asthme, les rhumatismes et d'autres maladies. Les graines de cette plante sont les plus étudiées,

phytochimiquement et pharmacologiquement. Les extraits aqueux et huileux des graines ont été démontrés à posséder surtout de nos jours dans les antioxydants pharmaceutiques, anti-inflammatoires, anticancéreux, analgésiques, activités antimicrobiennes et les applications médicinales et cosmétiques, sanitaires, cosmétiques, agricoles et alimentaires (Al-Haj, 2010), (Safia et al.,2016).

1.5.6. La toxicité, et effets secondaires de *Nigella sativa L*

Les Médecins depuis l'Antiquité connaissaient la toxicité des fortes doses des graines de *Nigella sativa* et ses extraits :

- Dioscoride (I^{er} siècle ap. J.-C.) écrivit : « On dit que ces potions prises à trop forte dose peuvent amener la mort... ».
- Avicenne (Ibn Sina) écrivit : « Certaines personnes disent que son utilisation de façon exagérée provoque la mort ; il peut être utilisé pour traiter la piqûre de la mygale (grande araignée) par voie orale ».
- Le Médecin arabe Daood Al-Antaki (1543 - 1599) : dans son ouvrage médical (Tadhkirat al-albab), et après avoir cité une trentaine d'indications thérapeutiques pour les graines et les extraits de la nigelle,il écrivit à propos de son huile fixe :
- Elle provoque l'expulsion des fœtus et le placenta... Elle étouffe et abîme les reins.
- En général, les médecins arabes connaissaient la toxicité de *N. sativa*à forte dose. De ce fait, ils recommandaient de ne pas dépasser une dose unitaire d'un demi-Dirham (1,62 g) et une dose journalière de deux Dirhams (6,48 g) (abbara.2021)
- Dans la Médecine moderne on trouve les données suivantes à propos de la toxicité de la *Nigelle sativa* et les précautions à prendre :
- Des cas de dermatite de contact ont été signalés suite à usage topique car certaines personnes peuvent être allergiques aux graines de la nigelle ou à leur extrais huileux.
- Les auteurs recommandent le recours à un test préalable cutané et très localisé avant toute utilisation : l'apparition d'une irritation cutanée au niveau de la zone de contact dans les 24 heures suivant l'application continue d'un extrait des graines de la nigelle, doit faire abandonner l'utilisation de cette plante ou un de ses composantes.

- Des interactions avec d'autres médicaments sont possibles ; dans ce cas, la nigellepeut avoir des influences sur le métabolisme de ces médicaments (en particulier l'aspirine et les anti-coagulantscomme la warfarine) (bahareh.2016)

- Des sources historiques non vérifiées rapportent des cas de femmes enceintes victimes d'avortements de leur grossesse suite à la consommation des graines de*Nigellasativa.*
- Les alcaloïdes contenus dans les graines de la nigelle (nigellicine, nigellidine, nigellimine et nigellimie-N-Oxide) ont, pour la plupart, des actions *pH*ysiologiques et thérapeutiques à faibles doses. Ils deviennent cependant très toxiques à fortes doses.

- La plupart des études sur les rats montrent clairement que la nigelle possède un index thérapeutique élevé et une excellente innocuité à des doses inférieures à 4 g/kg/jour de *N. Sativa.*
- Dans les études évaluant la toxicité aiguë des graines de nigelle et de ses composants chez les souris, les DL50 (dose létale pour 50 % des souris traitées) pour l'huile fixes et l'huile volatile (essentielle) ; ces études ont déterminé à la LD50 à (11,9 ml/kg) pour l'huile fixe, et à (0,54 ml/kg) pour l'huile essentielle.
- La DL50 de l'huile fixe chez des rats s'est avéré égale à (12 ml/kg). Concernant les graines entières en poudre, les souris tolèrent la dose de (2 g/kg) oralement par jour pendant 5 jours. Les humains tolèrent également des doses de (2 g) de graines broyées par jour pendant 28 jours.
- La toxicité aiguë de la thymoquinone est très faible (DL50 : 2,4 g/kg avec IC 95 % à (1.52–3.77) chez les souris. La dose maximale non fatale est à (500 mg/kg), ce qui est d'environ 12 fois la dose anticonvulsive (40 mg/kg).
- Hypoglycémie a été le seul effet associé à l'administration sub-chronique de thymoquinone (bahareh.2016)

I.6. Le déchet d'huile végétale de *Nigella sativa L*

I.6.1. Méthodes d'extraction d'huile végétale de *Nigella sativa L*

- **L'extraction par pressage mécanique assisté**

De nombreux systèmes et méthodes d'extraction ont été utilisés pour obtenir de l'huile à partir de graines oléagineuses comme *Nigella Sativa*. Parmi ces techniques, l'application la plus courante est la méthode de pressage, également connue sous le nom de pressage mécanique.

Cette méthode est bien connue pour sa capacité à produire un produit de haute qualité, en plus des avantages tels que des besoins en énergie plus faible, une approche plus écologique (non

toxique), moins de coûts d'investissement et être plus simple que l'extraction au solvant traditionnelle (Soxhlet) ou de nouvelles méthodes d'extraction.

Dans un système de presse à froid, une presse à vis est actionnée sous pression mécanique, ce qui permet la séparation de phase solide-liquide.

Selon la nature de l'étape d'extraction, la température peut être appliquée pendant le pressage pour rendre l'huile moins visqueuse (Ketenoglu et al.,2020).

L'équipement de presse à froid produit deux flux principaux de l'alimentation : le flux d'huile et le tourteau (déchet) (Figure.I.6).

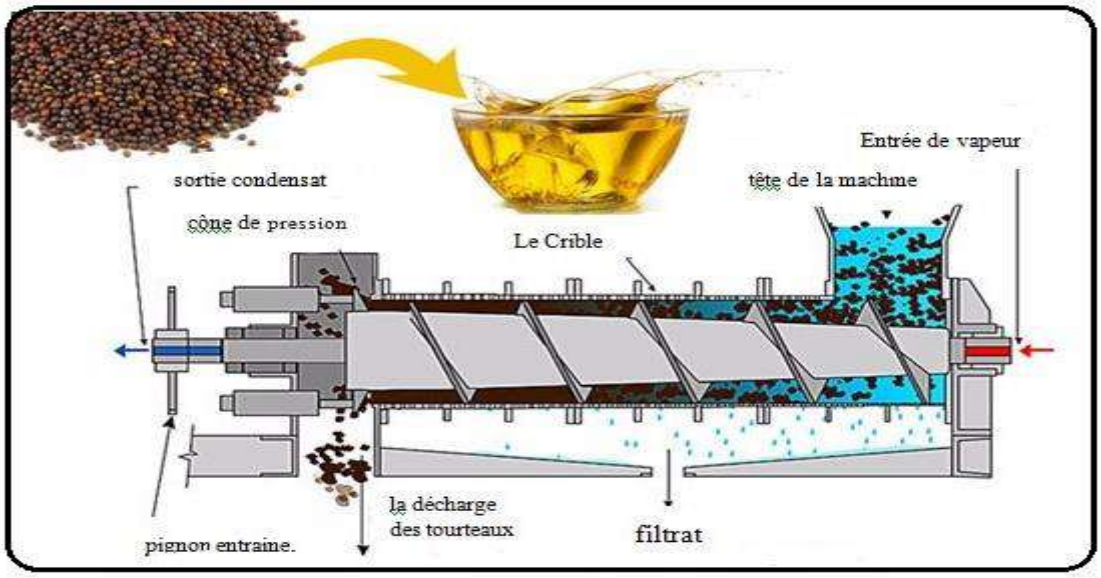


Figure I.6. Système d'extraction par pressage mécanique assisté

(Dieffenbach et Gupta, 2019)

Les principaux paramètres de traitement tels que la température, la vitesse de rotation des vis et la composition immédiate initiale de l'alimentation déterminent la qualité et le rendement de l'extrait. Le prétraitement des graines oléagineuses est également efficace dans le processus.

Bien que les huiles pressées à froid sont prêtes à consommer sans aucune procédure de raffinage et ont une saveur et odeur de graine caractéristique avec une composition de haute qualité, la méthode a quelques inconvénients. Le rendement d'extraction par pressage mécanique assisté est sensiblement inférieur à celui de l'extraction par solvant.

En outre, la majorité des graines brutes utilisées dans la production traditionnelle d'huiles de cuisson avec la méthode soxhlet ne sont pas appropriées pour le pressage à froid. De ces aspects, l'utilisation de nouvelles technologies d'extraction a suscité de l'intérêt pour l'extraction de l'huile de nigelle. Dans la littérature, un grand nombre d'études concernant de nouvelles techniques d'extraction traitent principalement de l'extraction assistée par micro-ondes, de l'extraction assistée par ultrasons, extraction de fluide supercritique et d'autres méthodes d'extraction spécialisées. Les applications de ces nouvelles techniques dans l'extraction de l'huile de nigelle ont été étudiées par de nombreux chercheurs (Ketenoglu et al.,2020).

❖ **Extraction assistée par ultrasons**

Dans une étude récente de (Moghimi et al., 2018), le prétraitement par ultrasons a été étudié en termes de différentes propriétés *pH*ysicochimiques de l'huile de nigelle. Le rendement en huile, l'acidité, l'indice de couleur, l'indice de réfraction, la valeur du peroxyde et les composés phénoliques totaux ont été examinés dans des conditions de traitement variables, comme la puissance ultrasonique et le temps d'extraction. Leurs résultats ont révélé que tous les paramètres testés, à l'exception de l'indice de réfraction de l'huile de cumin noir extraite, ont été augmentés soit par l'augmentation de la puissance ultrasonore, soit par le temps ultrasonore, individuellement. Leur plus grande efficacité d'extraction d'huile était d'environ 40 %, lorsque les niveaux les plus élevés des facteurs ont été appliqués.

Abdullah et Koc (2013) ont étudié la cinétique d'extraction d'huile de nigelle à l'aide de la technologie d'ultrasons. Les chercheurs ont testé des paramètres tels que la température, le rapport solvant-solide, et le temps sur le rendement d'huile en utilisant la méthodologie de surface de réponse. Ils ont conclu que la différence de température et le gradient de la concentration de solvant ont eu un effet positif sur l'extraction de l'huile (Figure I.7).

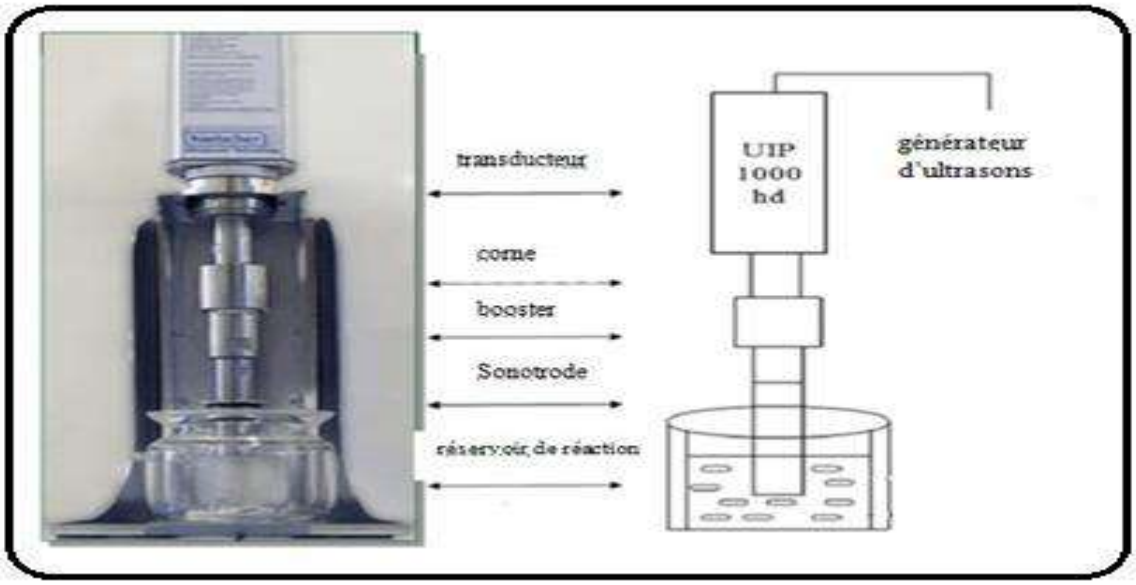


Figure I.7. Système d'extraction par ultrasons(https://www.hielscher.com/fr/ultrasonic-extraction-of-cellular-matter.htm)

❖ **Extraction assistée par micro-ondes**

L'utilisation de la technologie des micro-ondes est une autre nouvelle technologie pour l'extraction de l'huile de nigelle.

Bakhshabadi et al. 2017 ont récemment étudié le prétraitement par micro-ondes pour l'extraction de l'huile des graines de cumin noir dans différentes conditions de processus telles que le temps et la puissance micro-ondes, Leurs résultats ont révélé que la plupart des propriétés de l'huile extraite ont été augmentées avec les paramètres hyperfréquences améliorés. Cependant les chercheurs ont également observé une diminution de la stabilité oxydative de l'huile. De plus, il a été déclaré que l'utilisation des micro-ondes n'avait pas d'incidence importante sur les valeurs de l'indice de réfraction.

Dans une autre étude, les chercheurs ont étudié les effets du champ électrique pulsé (EEP) et de l'utilisation des micro-ondes dans l'extraction d'huile de nigelle (Bakhshabadi et al., 2018). Leurs résultats ont conclu que les applications EEP et à micro-ondes avaient un impact positif sur le rendement d'extraction et la stabilité oxydative. Les auteurs ont également conclu que les indices de réfraction des huiles extraites ne changeaient pas de manière significative avec les prétraitements.

Kiralan et al.,2014 ont comparé différents systèmes d'extraction comme le pressage mécanique assisté , Soxhlet et l'extraction assistée par micro-ondes(EAM)pour déterminer leurs effets sur l'huile de nigelle . Selon leurs résultats, la composition globale en acides gras n'a pas changé de façon significative selon la technique d'extraction. Les auteurs ont déclaré que l'huile de nigelle extraite avec du EAM était une bonne source de thymoquinone. Dans une autre étude concernant le prétraitement par micro-ondes des graines de nigelle (Kiralan et al., 2015), les auteurs ont déclaré que des pertes remarquables se sont produites lorsque le chauffage par micro-ondes a été utilisé en plus de la formation de produits oxydés de composés volatils.

❖ **Extraction par CO_2 supercritique**

L'extraction par fluide supercritique est une méthode relativement nouvelle et la plus utilisée ces derniers temps pour obtenir les huiles végétales à partir de matériel agricole (Alonge et al., 2019). Cette technique est similaire à l'extraction par solvant classique, mais le solvant n'est pas un liquide mais plutôt un gaz au-dessus de son point critique (Mariana et al, 2015). Le fluide supercritique idéal le plus utilisé est le dioxyde de carbone (CO_2), étant non explosif, non toxique, facilement disponible et facilement éliminé de produits extraits (Yousefi, et al., 2019). De plus, du fait de ses conditions critiques modérées (Tc = 31 °C, Pc = 73,8 bar), le CO_2 supercritique est très rapidement apparu comme un candidat particulièrement approprié à l'extraction végétale (Figure I.8).

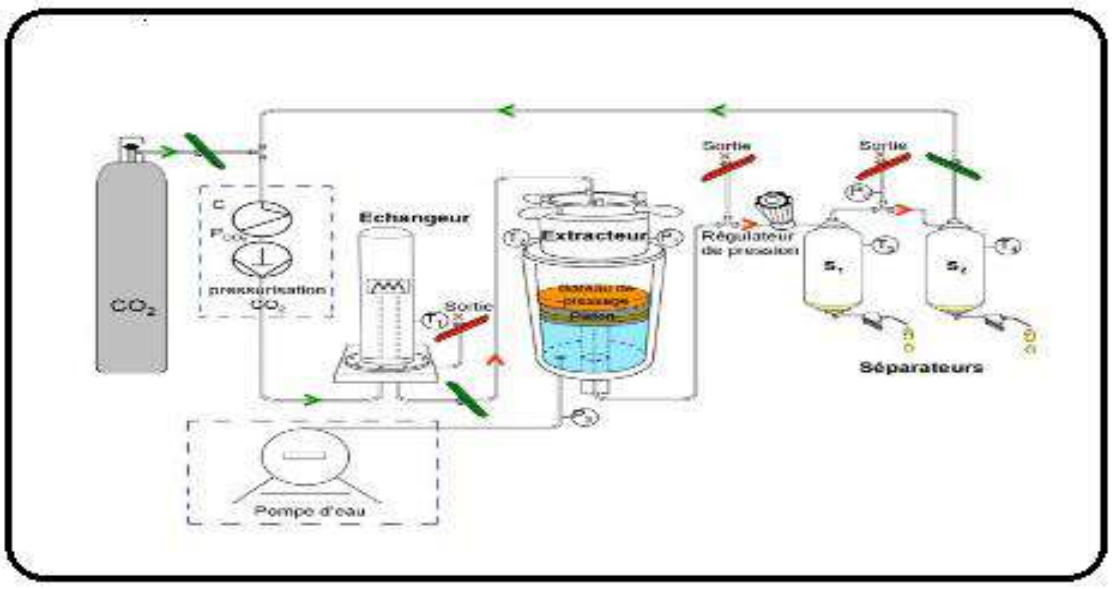


Figure I.8. Système d'extraction par CO_2(http://tai-team.fr/fr/equipement/co2-supercritique)

1.6.2. Le déchet d'huile végétale de *Nigella sativa L* (DHN)

Les tourteaux (les déchets) se présentent comme des sous-produits à la fin du processus de pressage et ils sont riches en certains composants majeurs et mineurs tels que les glucides, les protéines, les minéraux, les fibres et certains lipides, ils sont largement utilisés comme fourrage dans la nutrition animale ainsi que dans la production de biodiesel (Ketenoglu et al.,2020).

- **Composition et utilisation du déchet d'huile de *Nigella sativa L* (DHN)**

Les acides phénoliques prédominants dans les déchets d'huile de nigelle sont les acides p-hydroxybenzoïque, syringique et p-coumarique (Krimer et al., 2014). Les déchets d'huile de nigelle sont riches en protéines, et en particulier certains acides aminés essentiels. Elles sont donc considérées comme des sources importantes d'alimentation animale. Augmentation de la production d'œufs de poulets nourris de tourteaux oléagineux (10 %) (Attia et al., 2008).
Kachel-Jakubowska et al.,2016, ont étudié les possibilités d'utilisation des déchets d'huile de nigelle pour obtenir de l'énergie.
Ils ont testé de nombreux déchets à l'aide d'un calorimètre afin de déterminer leurs valeurs calorifiques. Selon leurs résultats, la nigelle a une valeur calorifique d'environ 20 J/kg.
Dursun (2018) a étudié la production de bio-hydrogène à partir de déchets de graines noires. L'auteur a déclaré que cette graine noire résiduelle pourrait être utilisée avec succès comme source potentielle de bio-hydrogène.

Il a également été souligné que la capacité de production de cette réaction pourrait être augmentée par une meilleure décomposition de la graine à l'aide de quelques préinscriptions chimiques ou biologiques. En raison de sa valeur de chauffage élevée (38,48), qui était presque égale au fuel diesel **.** En plus de l'utilisation générale de tourteaux d'huile, les extraits obtenus à partir de tourteaux d'oléagineux présentaient des valeurs plus élevées de la teneur totale en phénols (39,5 mg de GAE/g d'extrait) ainsi qu'une activité anti-radiale en termes de 2,2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DP*PH* *) (Ketenoglu et al.,2020).

Tableau I.2. Quelques propriétés physicochimiques des graines de *Nigella Sativa L* (Acar et al., 2016)

Paramètre	Concentration
Humidité (%)	4.37-6.97
Cendre (%)	4.98-9.45
Protéine brute(%)	18.4-23.9
Huile (%)	16.1-20.1
Fibre (%)	6.03-13.8
Carbohydrates (%)	23.1-28.1
Composés phénoliques (mg GAE/100g)	1458
C16:0	12.2
C18:0	3.3
C18:1	24.7
C18:2	58.6

I. 7. Les recherches les plus récents sur Les graines de *Nigella sativa L* (GN) et le déchet d'huile végétale de *Nigella sativa L* *(DHN)*

I.7.1. La teneur en humidité et activité d'eau

La teneur en humidité et l'activité de l'eau sont les deux principales variables utilisées pour évaluer la durée de conservation.

SelonBarkah et al.,2021, la teneur élevée en humidité des déchets d'huile végétale de nigelle(DHN) est liée à la taille des particules.

De plus, une teneur en humidité plus élevée augmente la plasticité et réduit ainsi les taux de compression et contribue à une faible récupération d'huile. La teneur en humidité fonctionne également comme lubrifiant pour le moteur, de sorte que la teneur en humidité plus élevée entraîne une friction insuffisante pendant le pressage, ce qui réduit finalement le rendement d'extraction de l'huile.

Les résultats de la mesure de l'activité de l'eau ont montré que l'activité de l'eau était significativement différente entre les graines entières, les graines fines et le déchet(DHN). Les graines fines ont la plus faible activité hydrique comparativement aux autres ingrédients. Toutefois, la valeur de l'activité hydrique des matériaux utilisés dans cette étude était supérieure à 0,7. Cela peut rendre la matière microbiologiquement instable. Le séchage et le stockage du matériau dans une chambre qui n'est pas humide peuvent réduire les dommages au matériau. La valeur de l'activité hydrique dans cette étude était supérieure à la valeur de l'activité hydrique des produits de boisson de la Nouvelle-Écosse avec ajout de gomme arabique, qui se situait entre 0,138 et 0,336. Cette différence dans l'activité de l'eau peut être causée par l'ajout de gomme arabique comme matériau d'encapsulation qui peut protéger le matériau de base. De plus, les différences entre les méthodes d'analyse utilisées peuvent influer sur l'exactitude des données obtenues (Barkah et al.,2021).

Tableau I.3. Humidité moyenne et activité hydrique des graines entières *Nigella Sativa.L* , des graines broyées et des déchets(DHN).

	Les graines de nigelle(GN)	Les graines de nigelle broyées	Le déchet(DHN)
Teneur en humidité (%)	(6.04 ± 0.09) a	(6.92 ± 0.04) b	(9.24 ± 0.11) c
Activité de l'eau	(0.847 ± 0.001)b	(0.783 ± 0.007) a	(0.851 ± 0.006) b

I.7.2. Granulométrie

Le procédé de broyage NS a réduit considérablement la taille des particules de 67 % par rapport à la taille initiale des particules. Plus la taille des particules du matériau est petite, plus la voie que le solvant doit emprunter est courte, ce qui réduit le temps d'extraction des composés phytobiotiques. De plus, le processus de broyage peut endommager la structure de la cellule céréalière et réduire la résistance à l'extraction d'huile (Li et al., 2016). Les graines NS d'une granulométrie de 60 mesh (équivalent à 250 μm) sont recommandées comme granulométrie idéale pour produire des taux d'extraction élevés à l'aide de solvant n-hexane (Ma C et al., 2019) Toutefois, l'extraction de l'huile à l'aide de la méthode de pressage mécanique à froid ne nécessite pas de réduction de la taille des particules du matériau avant

son extraction. Dans une étude menée par Teh (Teh,2016), les meilleurs résultats d'extraction sont obtenus par l'utilisation des graines entières. L'extraction d'huile par pressage est un système mécanique de séparation en phase solide-liquide qui est largement utilisé pour extraire l'huile des graines dont le rendement en extraction de l'huile est inférieur à 20 % (Zuorro A, Lavecchia R., 2014). La pression est utilisée dans la séparation de ces *pH*ases, de sorte que la grande taille des particules aide à faciliter le processus de pressage du grain et l'huile peut être produite. (Barkah et al., 2021)

I.7.3. Contenu phytobiotique et thymoquinone

Selon Barkah et al., 2021, les graines de nigelle d'origine Indonésie contiennent des saponines, des tanins, des flavonoïdes, des triterpénoïdes et des glycosides. Les saponines agissent comme protecteurs contre les attaques microbiennes contre les plantes et traitent les infections fongiques et à levures (Sheikh N, Kumar Y, Misra A), Les tanins ont des activités antivirales, antibactériennes et anticancéreuses. Flavonoïdes sont largement utilisés comme antioxydants (Kim S Y, Kim J H.) En général, les composés chimiques contenus dans cette plante peuvent être utiles comme antibiotiques naturels qui peuvent lutter contre l'invasion microbienne et l'infection (Sodipo O A, Akiniyi J A). En outre, une grande partie des propriétés thérapeutiques des graines de la NS sont dues à la présence de thymoquinone (TQ) le principal composant chimique actif des huiles essentielles (Barkah et al., 2021).

Tableau I.4. Teneur en phytobiotes des graines de *Nigella sativa .L* (Barkah et al., 2021)

Échantillon	Variables	Résultats	Méthode
Nigella sativa seeds	Alcaloïde	-	Qualitative
	Saponine	+	
	Tannins	+	
	Phénolique	-	
	Flavonoïde	+	
	Triterpenoid	+	
	Stéroïde	-	
	Glycosides	+	

I.7.4. Teneur en éléments nutritifs

Barkah et al., 2021 ont fait aussi l'analyse qualitative des graines (GN) et de déchet(DHN) (Tableau **I.5).** Une différence significative entre les éléments nutritifs des graines et des déchets de NS se trouve dans la teneur en protéines brutes, en graisses brutes, en fibres brutes et en glucides. Le processus d'extraction de l'huile des graines de nigelle entraîne une diminution de la teneur en matières grasses brutes et une augmentation de la proportion de protéines brutes dans les déchets de nigelle. Le déchet d'huile nigelle (DHN) analysé dans le cadre de cette étude est un sous-produit du traitement de l'huile de nigelle au moyen de la méthode par pressage à froid. La teneur élevée en protéines brutes de DHN représente une source largement utilisée de protéines fourragères. Les DHN ont considérablement amélioré la croissance des agneaux (Retnani Y, K G Wiryawan, Khotijah L, 2019). La teneur en matière sèche, en cendre, en protéines brutes et en glucides des graines de la SN obtenues dans le cadre de cette étude était presque la même que celle indiquée par Iqbal et al. (Iqbal M S, Ghafoor A, 2013). Matière grasse brute contenu de cette étude était inférieur aux résultats présentés par Iqbal et al. (Iqbal M S, Ghafoor A, 2013) qui ont atteint 31 % en raison des différences dans l'origine des graines de la SN utilisées qui pourraient avoir une incidence sur leur teneur nutritionnelle. (Barkah et al., 2021)

Tableau I.5. Analyse des graines (GN) et déchet (DHN)

(Barkah et al., 2021)

Échantillon	Matière sèche%	Cendres%	Protéines brutes%	Matières grasses brutes%	Fibres brutes%	Glucides%
Grains de *Nigella sativa* (GN)	93.79	5.09	20.62	25.57	19.62	29.10
Déchet (DHN)	92.10	7.20	30.16	18.38	4.71	39.55

I.7.5. Les travaux de 2017-2021

Les travaux de Abdel-Ghani et al., 2017 montrent la préparation d'un nouvel adsorbant à partir de déchets *Nigella sativa L*. et utilisé pour l'élimination du colorant bleu de Coomassie des eaux usées. La préparation du carbone résiduaire de *Nigella sativa* (NSWC) a été réalisée en ajoutant de l'acide sulfurique concentré au matériau précurseur à un taux d'imprégnation (1 : 1) et le mélange a été laissé pendant la nuit. Le matériau obtenu a été lavé avec des bicarbonates de sodium et finalement séché au four. La cinétique de l'adsorption de bleue decoomassie sur le NSWC a été étudiée selon trois modèles cinétiques. Le modèle du pseudo-second ordre (R^2 = 0,99) était le meilleur modèle adapté aux données expérimentales. Les résultats d'équilibre ont révélé que le modèle de Freundlich était le meilleur isotherme adapté (R^2 = 0,994). Aussi la valeur de facteur de Freundlich (n) a été de l'ordre de 1.174 suggérant l'adsorption favorable de colorant sur NSWC. Les résultats de la thermodynamique ont indiqué des valeurs négatives de ΔG prouvant la nature spontanée de l'adsorption de colorant sur NSWC. La nature exothermique de l'adsorption a également été confirmée par la valeur négative du changement de l'enthalpie ΔH°. De plus, la valeur négative de l'entropie d'activation ΔS° démontre la diminution du caractère aléatoire à l'interface solide-solution pendant l'adsorption. Ces résultats suggèrent l'utilisation possible d'un déchet tel que *Nigellasativa L*. comme précurseur pour le développement d'un nouvel adsorbant bon marché et efficace qui pourrait être utilisé dans l'élimination des colorants des eaux usées (Abdel-Ghani et al., 2017).

Le développement de différentes approches de l'utilisation des résidus agricoles comme source de produits à haute valeur ajoutée, devient une obligation, surtout après que les problèmes sont apparus en raison de leur accumulation. Cette contribution démontre le potentiel des résidus agricoles, Les déchets de *Linuimusitatissium* (graine de lin) et *Nigella sativa* (graine noire), comme matières premières pour la production de produits bioactifs, insecticides botaniques, contre Cx. pipiens, avec analyse en profondeur de leurs constituants chimiques par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse, les efficacités larvicides des trois extraits bruts (chlorure de méthylène, éther de pétrole et méthanol 70%) Les deux types de déchets végétaux ont été évaluées pour la première fois par rapport aux larves du troisième stade tardif de Cx. pipiens. Les résultats ont indiqué différentes doses létales chez les larves selon l'efficacité du solvant organique utilisé. Pour les deux composés, les extraits de méthanol à 70 % ont produit le rendement sec le plus élevé. Le solvant le plus

efficace est l'éther de pétrole dans le cas des déchets de lin et de graines noires. L'extrait d'éther de pétrole a présenté la toxicité la plus élevée contre Cx. pipiens avec une CL50 de 69,6383 ppm. Les mêmes résultats pour les graines noires ont indiqué que l'éther de pétrole était le plus efficace contre Cx. pipiens avec une CL50 de 40,7748 ppm. L'étude a révélé pour la première fois le type de constituants *pH*ytochimiques présents dans les pelures de lin et de graines noires à l'aide d'une analyse GC-MS qui a révélé vingt-huit constituants parmi les extraits de lin et les pelures de graines noires allant de 58,8711 % à 99,99 % du total des extraits. Le profilage GC-MS a montré que cinq constituants, le 9-2-méthyl-Z, le Z-3, le 13-octadécadiénol (terpénoïde), le 9,17-octadécadiénol (Z)-, l'acide nonanoïque, le 9-oxo-, l'ester méthylique, l'acide 9,12-octadécadiénoïque Z,Z et l'octasiloxane, le 1,1,3,3,5,5,7,7,9,9,11,13,15,15-hexadécaméthyl- ont une activité insecticide à côté de nombreuses autres activités biologiques enregistrées à partir d'une variété d'extraits botaniques.(Farag et al., 2021).

Chapitre II

Matériels et méthodes

II.1. Introduction

Le présent chapitre est consacré à la description de l'ensemble des expériences effectuées. Il comprend le traitement des matériaux utilisés, notamment les graines de nigelle (GN) et le déchet d'huile végétale de nigelle (DHN). Les différentes méthodes de caractérisation physico-chimique et structurale sont décrites.

La partie expérimentale a été réalisée niveau du laboratoire de Chimie 1 du Hall de technologie de l'université de Médéa et au niveau du laboratoire de microbiologie de l'université de Blida 1 ainsi qu'au laboratoire de génie des procédés d'université de Chlef.

II.2. Matériel

II.2.1. Matériel biologique

A. Graines de *Nigella sativa L*(GN)

La matière végétale utilisée dans notre étude est constituée d'une plante : *Nigella sativa L,* elle est récoltée dans la région de Syrie. Seules les graines commercialisées sont utilisées pour l'obtention d'huile végétale.

Les graines de nigelle sont séchées dans l'étuve à 50^{o} C pendant 24h.

Après le séchage, succède le broyage mécanique et le tamisage. Le produit obtenu est noté GN et il est conservé dans des flacons en verres jusqu'à utilisation.

B. Déchet d'huile végétale de *Nigella sativa L* (DHN)

L'huile végétale de *Nigella sativa L* est obtenue par pressage mécanique assisté fait par l'herboriste Mr TURKMAN.N. Le processus implique la séparation d'huile végétale de nigelle sous l'action des forces de compression produites par des machines spéciales appelées presses.

L'équipement de presse produit deux flux principaux de l'alimentation : le flux d'huile et le déchet (DHN) (Figure II.1).

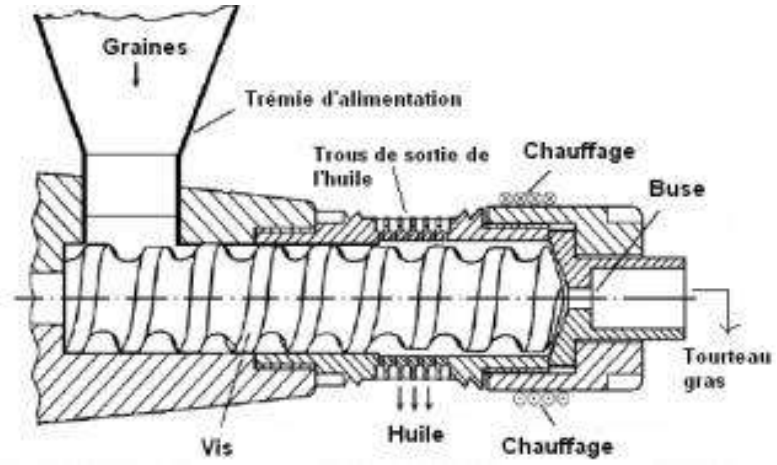


Figure II.1. Equipement de la presse à vis pour l'obtention de déchet d'huile végétale de *Nigella sativa L*

Le déchet d'huile végétale de nigelle est séché dans l'étuve à 50° C pendant 24h.

Après le séchage, succède le broyage mécanique et le tamisage. Le produit obtenu est noté DHN et il est conservé dans des flacons en verres jusqu'à utilisation (Figure II.2).

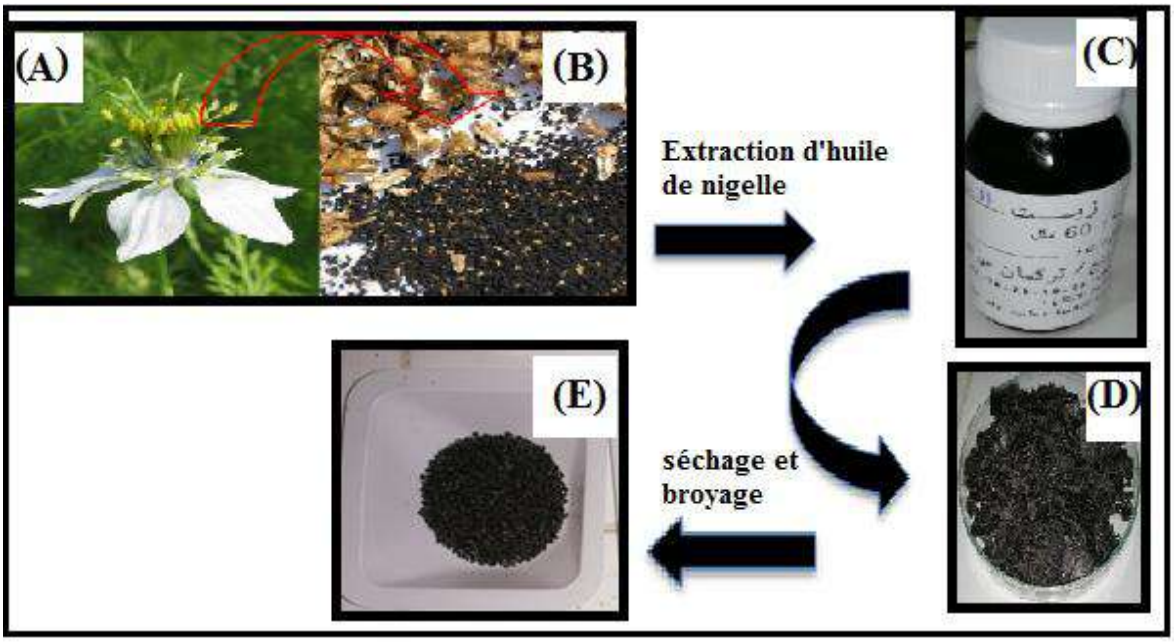


Figure II.2. Schéma représentant (A) Fleur de *Nigella sativa L*, (B) Graines de *Nigella sativa L*, (C) Huile de graines de nigelle (D) Déchet d'huile de nigelle,
(E) Déchet d'huile de nigelle après le séchage et le broyage (DHN).

II.2.2. Matériel non biologique

Le matériel non biologique et les produits utilisés lors de cette étude expérimentale sont rassemblés dans le tableau II.1 et II.2 respectivement.

Tableau II.1 : Matériel utilisés (Annexe A1)

Matériels	Marques
Agitateur / plaque chauffante	Heidolph
Balance	Sartorus
Etuve	Memmert UNB
Tamiseur	Retsch
Spectrophotomètre IR transformé de fourier	Bruker tensor
Spectrophotomètre UV-visible	SHIMADZU
Microscopie électronique a balayage	FEI QUANTA
pH mètre	ohaus
Broyeur	Seifona
Four a moufle	Nabertherme
Centrifugeuse	/
Balance	Ohaus
Pycnomètre	Gay-lussac
Photomètre Loviband	PC multdirect

Tableau II.2 : Produits utilisés

Nom	**Formule générale**	**M (g/mol)**	**Pureté (%)**	**Fournisseurs**
Ethanol	C_2H_6O	46.07	96	Sigma-Aldrich
Hydroxyde de potassium	KOH	56.11	97	BDH chemicals Ltd
Acide chlorhydrique	HCl	36.58	37	Chem-Lab NV
Phénophtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	318.32	/	Sigma- Aldrich
hydroxyde de sodium	NaOH	40	98	
Ammoniac	NH_3	17.03	33	Riedel-deHaen
Thiosulfate de Sodium pentahydraté	$NA_2O_3S_25H_2O$	248.18	99	FluKaanalytical
Acide sulfurique	H_2SO_4	98.079	95	/
Amidon	$C_6H_{10}O_5$	106	/	/
solution d'iode à 0.01N.	I_2	253.81	/	/

II.3. Caractérisation physico-chimique des matériaux

II.3.1. Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique permet de déterminer la grosseur et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes familles de grains constituant le matériau. Elle s'applique à tous les granulats de dimension nominale inférieure ou égale à 63 mm.

Le tamisage a été faite par un tamiseur électrique, de marque Retsch AS200pendent 10min.

On appelle :

- **Refus sur un tamis :** la quantité de matériau qui est retenue sur le tamis.
- **Tamisat (ou passant) :** la quantité de matériau qui passe à travers le tamis.

L'essai consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes.

• Les dimensions de mailles et le nombre de tamis sont choisis en fonction de la nature de l'échantillon et de la précision attendue.

• La norme actuelle (EN 933-2) de la pharmacopée européenne, préconise pour l'analyse granulométrique, la série de tamis suivante en (mm) :0.125, 0.160, 0.25, 0.315, 0.5, et 1 mm.

•Les gammes de La granulométrie des matériaux (GN, DHN) sont les suivantes : [0.125-0.160] mm, [0.25-0.315] mm et [0.500-1] mm. Ces différentes gammes sont représentées sur la figure (II.3) .

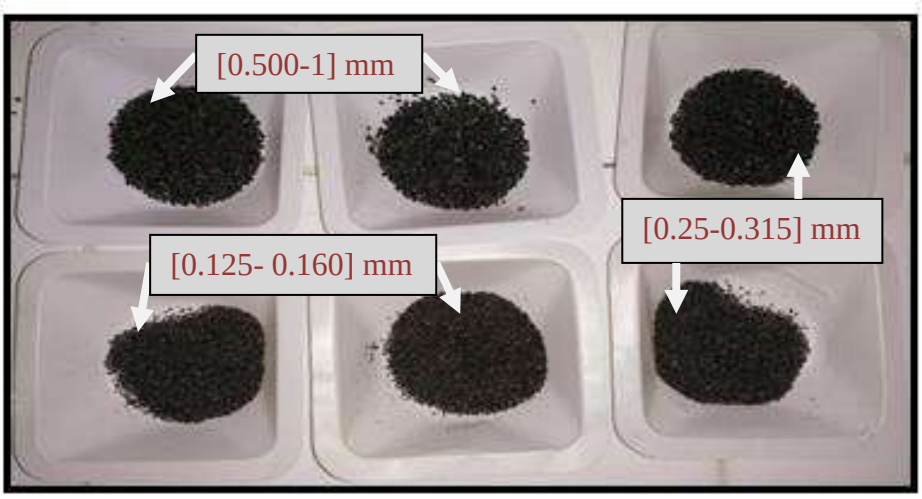


Figure II.3. Les différentes gammes de granulométrie

II.3.2. Taux d'humidité

C'est le rapport exprimé en pourcentage, du poids de l'eau contenu dans un matériau, au poids du solide humide. Le matériau de masse (m_0) est séché dans l'étuve à une température de 110°C jusqu'à une masse constante (m_1). La relation suivante permet d'obtenir le taux d'humidité.

$$H(\%) = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} * 100 \qquad (II.1)$$

Où m_o est la masse du matériau avant séchage(g), m_1 est la masse du matériau après séchage(g)(Pharmacopée européenne, 2002).

II.3.3. Densité réelle

La densité réelle est déterminée en mettant le matériau dans une étuve à 110° pour le déshydrater. Une quantité de ce matériau sec est pesée dans un pycnomètre taré. Ce dernier est rempli de méthanol puis pesé une seconde fois. Le volume réel du matériau correspond au volume du méthanol déplacé par le matériau. Ce dernier constitue le rapport de la masse du méthanol déplacé (déterminée expérimentalement) et la masse volumique du méthanol, selon la relation suivante (Tassist, 2003):

$$d_r = \frac{m_{matériau}\,\rho_m}{\left[m_{met} - \left(m_{(met+matériau)} - m_{matériau}\right)\right]\rho_{eau}} \qquad (II.2)$$

Où d_r est la densité réelle, $m_{matériau}$ est la masse du matériau additionné de méthanol jusqu'à remplissage du pycnomètre (g), ($m_{(met+\ matériau)}$ -$m_{(matériau)}$) est la masse du méthanol nécessaire pour remplir le pycnomètre en présence du matériau (g), $m_{(met)}$ est la masse du méthanol seul remplissant un pycnomètre de 10mL, [$m_{(met)}$-($m_{(met+matériau)}$ – $m_{(matériau)}$] est la masse du méthanol déplacé par le matériau (g), ρ_m est la masse volumique du méthanol =0,792 g/cm^3, ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau = 1 g/cm^3 (Tassist, 2003).

II.3.4. Densité apparente

La densité apparente correspond à la masse volumique apparente du solide sur la masse volumique de l'eau.

$$d_{app} = \frac{\rho_{app}}{\rho_{eau}} \qquad (II.3)$$

La masse volumique apparente est le rapport de la masse du matériau sur son volume apparent (volume réel + volume inter-particulaire). La méthode consiste à mettre une quantité de matériau correspondant à un volume V(V_{app}) dans une éprouvette préalablement lavée et séchée. Il est nécessaire de bien secouer l'ensemble pour avoir un bon tassement des grains et éviter l'adhésion des particules sur les parois de l'éprouvette. A partir de la relation (II.4), nous avons :

$$d_{app} = \frac{m_{bio}}{v * \rho_{eau}} \qquad (II.4)$$

Où d_{app} est la densité apparente, m est la masse de l'échantillon (g), ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau (1 g/cm^3) (Tassist, 2003).

II.3.5. Porosité totale

La porosité totale est définie comme étant le rapport du volume du vide (V_v) sur le volume apparent du matériau (V_{app}). Pour la mesure de la porosité (ε), nous utilisons une éprouvette de 10 ml que nous remplissons jusqu'à un volume de 2 ml (V_1) soit alors une masse totale m_1, nous ajoutons du méthanol jusqu'à un volume V_t de 4 ml soit alors la masse m_2. La porosité se calcule par la relation suivante (Tassist, 2003):

$$\varepsilon = \frac{V_V}{V_{app}} = \frac{\left[\frac{m_2 - m_1}{\rho_{met}}\right] - V_2}{V_1} \qquad (II.5)$$

II.3.6. Volume poreux total

Le volume poreux total $V_{P.T}$ est déterminé à partir de la densité apparente d_{app} du matériau et de la densité réelle d_r par la relation :

$$V_{P.T} = \left[\frac{1}{d_{app}} - \frac{1}{d_r}\right]\frac{1}{\rho_{eau}} \qquad (II.6)$$

Où d_{app} est la densité apparente, d_r est la densité réelle, ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau (Tassist, 2003).

II.3.7. pH du matériau

Pour mesurer le pH du matériau (GN et DHN), une quantité fixée du matériau est introduite dans 1 litre d'eau déminéralisée. On laisse agiter au minimum une demi-heure, la mesure du PH surnageant nous donne le pH du matériau. En fait nous avons suivi le pH dès l'instant zéro soit à l'introduction du matériau dans l'eau. L'obtention d'un palier indique la valeur du pH du matériau.

II.3.8. pH de point de charge nulle (pH_{PZC})

La détermination de pH_{PZC} des échantillons a été effectuée en utilisant une procédure similaire à celle utilisée par Khormaei et Nasernejad (2007). Des volumes de 50 ml de la solution de NaCl 0.01 M ont été placés dans des flacons fermés. Le pH de chaque solution dans chaque flacon a été ajusté à des valeurs allant de 2 à 12 en ajoutant des solutions HCl 0.1 M ou NaOH 0.1 M. Ensuite, 0.15 g du matériau a été ajouté et le pH final a été mesuré après 48 h sous agitation à température ambiante. Le pH_{pzc} est le point où la courbe pH_{final}en fonction de pH initial intercepte la ligne pH_{final} égale à $pH_{initial}$ **(**Larous et Meniai, 2016).

II.3.9. Détermination de la matière organique et de la matière minérale

Pour déterminer les proportions que représentent la matière organique et la matière minérale, on a appliqué la méthode suivante (Tassist, 2003)

On pèse une quantité M_0 de matériau et on la laisse sécher dans une capsule en porcelaine dans l'étuve à 110°C jusqu'à obtention d'une masse M_1 constante. Par la suite, la masse M_1 subit une calcination pendant 2 h dans un four à 600°C, la masse obtenue représente la matière minérale (MM). A partir de M_1 et MM, on déduit la matière organique (MO) :

$MO=M_1-MM$ *(II.7)*

II.3.10. Indice d'iode

0.2 de matériau préalablement séché à l'étuve à 100^0C- et mise en contact avec20 ml d'iode de normalité 0.2, Agiter pendant 4 min puis filtrer sur papier Whatman $N^0$6. 10 ml du filtrat sont titré avec une solution de thiosulfate de sodium à 0.1 N, jusqu'à décoloration, selon les réactions suivantes :

$$2S_2O_3^{2-} \rightleftharpoons S_4O_6^{2-} + 2e^-$$

$$I_2 + 2e^- \rightleftharpoons 2I^-$$

$$2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightleftharpoons S_4O_6^{2-} + 2I^-$$

Nous avons :

- 2 moles de S_2O_3 réduisent 1 mole de I_2 .
- 1 ml de thiosulfate 0.1 N (10^{-4} moles) réduit 0.5. 10^{-4} moles deI_2
- 1 ml de thiosulfate réduit $0.5.10^{-4}$ (127 .2) 10^3 mg d'iode
- 2 V est le volume nécessaire pour doser 20 ml d'inde testant.
- 2V (ml) de thiosulfate réduit 2V 0.5 10^{-4} (137 .2) 10^3 mg = V 25.4 mg
- La quantité initiale d'iode est de 20. 25,4 mg

L'indice d'iode est donné par la relation suivante :

❖ I(mg/g) = [(20 .25,4) - (V .25.4)] /0.2 = (20- V). 25,4

V : Volume de thiosulfate de sodium 0.1N en ml nécessaire pour titrer la quantité d'iode restante (non adsorbée) contenue dans 10ml du filtrat. (Tassist, 2003).

II .3.11. Indice d'acide (I_A)

L'indice d'acide I_A est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'Hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres présents dans 1g de substance (AFNOR, 2000).

Protocole

- Dissolvez 1g de matériaux, dans 50 ml d'un mélange à volumes égaux d'éthanol et éther. Le solvant doit être neutralisé au préalable par KOH (0.1 M) en présence de phénophtaléine.
- Après dissolution, titrez par KOH (0.1 M). Le titrage est terminé lorsque la couleur rose persiste. Nous tenant ensuite le volume de la solution de KOH utilisée.

L'indice d'acide est calculé par la formule **(**II.8)

$$\mathbf{I_A}=\frac{\mathbf{5.91}*\boldsymbol{n}}{\boldsymbol{M}} \qquad \textit{(II.8)}$$

Avec :

5.91 : Equivalent de KOH

n : volume de KOH (ml)

M : masse de matériau (g).



Figure II.4 Détermination d'indice d'acide. L'apparition de la coloration rose

II.3.12. Indice de Saponification (I_s)

C'est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité KOH nécessaire à la neutralisation des acides libres et à la saponification des esters présents dans 1g de substance (AFNOR, 2000).

Protocole

Dans une fiole de 250 ml de verre munie d'un réfrigérant à reflux, introduisez la prise d'essai (1g) de matériau. Ajoutez 25 ml d'Hydroxyde de potassium alcoolique (0.5 M) et quelque bille de verre. Adaptez-le réfrigérant et chauffez à reflux pendant 30 min. Ajoutez 1ml de solution de phénophtaléine et titrez immédiatement (alors que la solution est encore chaude) par l'acide Chlorhydrique 0.5M ($n_1$ml d'acide Chlorhydrique 0.5 M). Effectuez un essai à blanc dans les mêmes conditions ($n_2$ml d'acide Chlorhydrique ml 0.5M).

L'indice de saponification est calculé par l'équation (II.9).

$$\mathbf{I_s} = \frac{28.05*(n2-n1)}{M} \qquad (II.9)$$

Avec :

$\boldsymbol{n_1}$**:** Volume de HCl nécessaire pour la neutralisation de l'échantillon (ml).

$\boldsymbol{n_2}$**:** Volume de HCl nécessaire pour la neutralisation de l'essai à blanc (ml).

M : Masse d'échantillon (g).



Figure II.5 Montage utilisé pour la détermination d'indice de saponification

II.3.13. Indice d'Ester (I_E)

C'est nombré qui exprime en milligrammes la quantité de KOH nécessaire à la

Saponification des ester présents dans 1g de substance. Il est calculé à partir de l'indice de Saponification et l'indice d'Acidité.

$I_E = I_S - I_A$ *(II.10)*

II.4. Caractéristiques structurales et morphologiques

II.4.1. Spectroscopie infrarouge

L'analyse par spectroscopie infra-rouge du matériau est effectuée en déposant ce dernier sur une plaque de base d'un spectrophotomètre IR (Bruker Tensor II) doté d'un dispositif ATR Platinum (diamant mono-réflexion). Le spectre IR est enregistré dans la gamme de nombres d'onde comprise entre 400 et 4000cm^{-1}, avec une résolution de 4cm^{-1} et un nombre de scanne égal à 10.

II.4.2. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La Microscopie Electronique à Balayage est fondée sur les interactions électrons-matière. Elle permet l'obtention d'images de hautes résolutions de la surface de l'échantillon avec des profondeurs de champs supérieures à la microscopie optique.

Principe de fonctionnement

Les principaux éléments composant un microscope électronique à balayage sont : une source d'électrons (canon) et un dispositif de haute tension, une colonne maintenue sous un vide secondaire, un ensemble de lentilles électroniques permettant l'obtention d'un fin faisceau, une platine permettant d'installer les échantillons, un détecteur d'électrons couplé à un amplificateur de signal et enfin un système de visualisation des images (Figure II.5) .

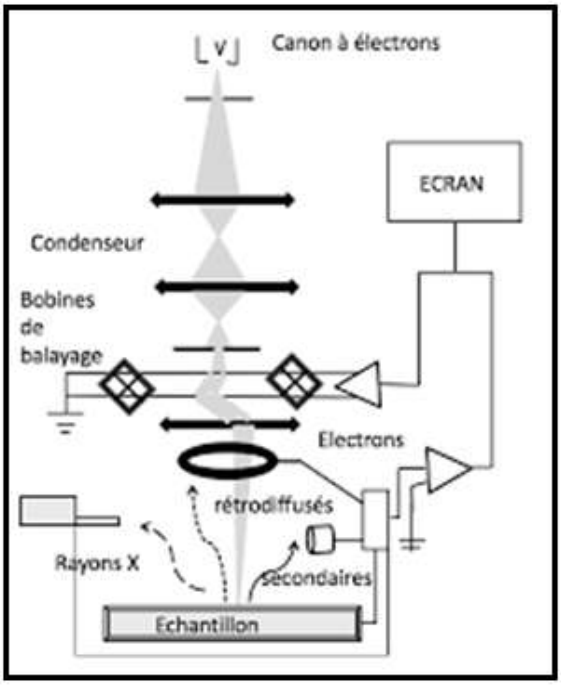


Figure II.6. La coupe d'un MEB et schéma de fonctionnement associé, (Groupe G-M, 2008)

Le principe est utilisé pour extraire les électrons : l'émission thermoïonique et l'émission par effet de champ. Il Correspond à la technologie utilisée dans les microscopes à balayage traditionnels : la source des électrons est un filament de tungstène ou d'hexa borure de Lanthane (LaB6), chauffé par effet Joule. L'émission par effet de champ correspond à la technologie utilisée dans un MEB-FEG (Field Emission Gun).

II.5. Dosage des minéraux

Photomètre à double faisceau Multi-Direct (Annexe A1)

Le Multi-Direct est un photomètre à filtres utilisant des filtres interférentiels de 6 longueurs d'onde différentes. La conception unique des optiques permet la sélection automatique de la longueur d'onde désirée sans aucune pièce mobile. Ceci et la technologie à double faisceau utilisant un canal de référence interne garantissent la meilleure précision. En utilisation portable, cet appareil fonctionne avec sept batteries rechargeables standards (livrées). Le Multi-Direct fonctionne également sans chargeur avec des piles alcalines au manganèse. L'appareil entier, y compris la chambre de mesure (le composant le plus important de tout photomètre) et le compartiment des piles, est étanche, empêchant tout contact de l'eau avec les composants électroniques

II.5.1. Préparation d'extrait aqueux

Selon la méthode de Bougandoura et Bendimerad (2012) modifiée, Cette préparation consiste à laisser séjourner dans un flacon fermé 50g du matériau avec 500ml d'eau distillée, pendant 24H à température ambiante (environ 20°C), l'ensemble est filtré sur une compresse stérile et centrifugé à 4000 tr/min pendant 3 minutes. La solution obtenue a été conservé dans des tube en verre jusqu'à l'utilisation.

II.5.2. Dosage de cuivre total

Protocole

Cuivre, total avec pastilles 0,05-5 mg/l Cu

1. Verser 10 ml d'échantillon dans une cuvette propre de 24 mm et fermer le couvercle de la cuvette. Q.0 ! 24 mm
2. Mettre la cuvette dans la chambre de mesure. Positionnement X Preparer zéro Presser ZERO
3. Appuyer sur la touche ZERO
4. Retirer la cuvette de la chambre de mesure.
5. Ajouter dans l'échantillon de 10 ml une pastille de CUIVRE No. 1 et une pastille de CUIVRE No. 2 directement de leur emballage protecteur et écraser à l'aide d'un agitateur propre.
6. Refermer la cuvette avec le couvercle et mélanger le contenu en agitant jusqu'à dissolution complète des pastilles
7. Placer la cuvette dans la chambre de mesure. Positionnement X Zéro accepte Préparer le test 1 Presseur **TEST**
8. Appuyer sur la touche TEST. Le résultat de la mesure s'affiche et indique le cuivre total en mg/l.

II.5.3.Dosage de manganèse

Protocole

Manganèse avec pastilles (0,2 - 4 mg/1 Mn)

1. Remplir une cuvette propre (24 mm Ø) de 10 ml **d'échantillon d'eau**, fermer soigneusement le couvercle de la cuvette.

2. Placer la cuvette dans la chambre de mesure. Positionnement X.

3. Appuyer sur la touche ZÉRO.

4. Retirer la cuvette de la chambre de mesure.

5. Ajouter une pastille de **MANGANESELR 1** directe- ment de l'emballage dans l'échantillon d'eau, écraser la pastille à l'aide d'un agitateur propre.

6. Ajouter une pastille de **MANGANESE LR 2** directe- ment de l'emballage dans le même échantillon d'eau et écraser la pastille à l'aide d'un agitateur propre.

7. Fermer soigneusement le couvercle de la cuvette et ag- ter plusieurs fois la cuvette jusqu'à dissolution complète de la pastille.

8.Placer la cuvette dans la chambre de mesure. Positionnement X.

9. Appuyer sur la touche **TEST**.

Respecter un **temps de réaction de 5 minutes**.

La mesure démarre automatiquement lorsque le temps de réaction est écoulé.

Le résultat s'affiche en mg/l manganèse.

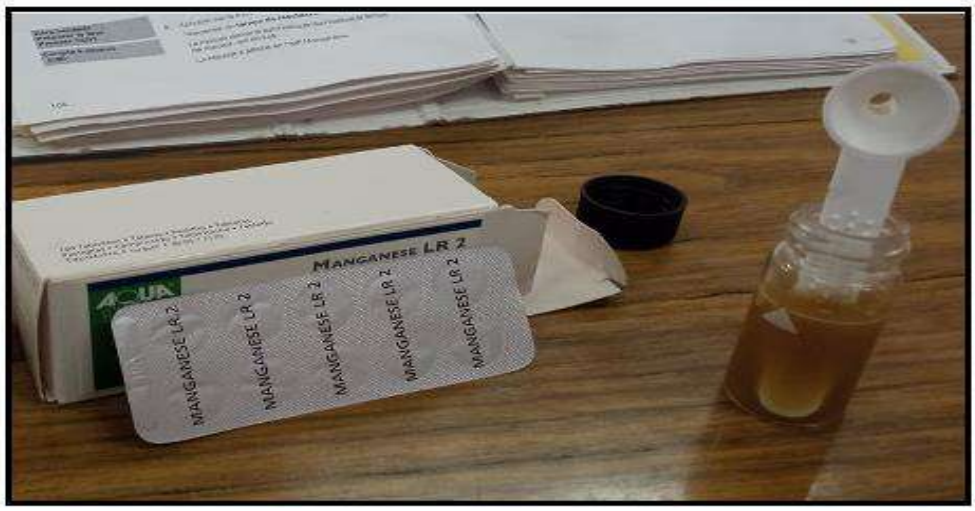


Figure II.7. Pastille de manganèse

II.6. Dosage des vitamines

II.6.1. Vitamine C

On dissout 0.2g du matériau choisi dans un mélange(80ml d'eau distillée + 10ml H_2SO_4 1N + 1 ml d'amidon) dans un erlenmeyer. On titre le mélange par une solution d'iode 0.01N, jusqu'à coloration bleue foncée (British pharmacopée, 1980).

$$Titre = (V_{I2} * F_{(I2)} * Eq_{(vitamine\ C)} / m\ (mg)) * 100 \qquad (II.11)$$

$Eq_{(vitamine\ C)}$ =0,881mg

1ml de $\mathbf{I_2}$ correspond à 0,881mg de vitamine C

II.6.2. Vitamine A

On Dissout 0.2 g de matériau choisi dans 20 ml de mélange ,

(100ml d'éthanol98.6% + 1 ml d'HCl concentré). Suite à cela,
on effectue une analyse par spectrophotométrie d'absorption UV de la solution préparée.
Le spectre obtenu doit posséder un seul maximum à 326 nm (British pharmacopée, 1980).

II.7. Utilisation de DHN dans le domaine environnemental « Biosorption des ions de cuivre »

Dans le but d'étudier l'efficacité de DHN à l'échelle environnementale, une dernière partie a été consacrée à l'étude de la sorption des ions de cuivre en mode discontinu mais seulement pour deux concentrations de cuivre Cu (II) (Annexe A2).

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1. Introduction

Dans le chapitre précédent, on a décrit toutes les méthodes appliquées lors de l'étude expérimentale. A présent, ce chapitre est consacré aux résultats obtenus ainsi que toutes les interprétations concernant les trois parties de cette étude.

- La caractérisation physico-chimique des graines de nigelle (GN) et du déchet d'huile végétale de nigelle (DHN).
- La caractérisation structurale et morphologique
- Une application simple pour montrer l'utilité du déchet d'huile végétale de nigelle (DHN) dans le domaine environnementale « biosorption des ions métalliques du cuivre ».

III.2. Caractérisation physicochimique du DHN et GN

III.2.1. Analyse granulométrique :

Afin de tracer les courbes granulométriques des matériaux : déchet d'huile végétale de nigelle (DHN) et grain de nigelle (GN), les matériaux utilisés sont soumis au tamisage après le broyage et les résultats trouvés sont récapitulés dans les tableaux III.1 et III.2.

Tableau III.1. Analyse granulométrique du déchet d'huile de nigelle(DHN)

Diamètre (mm)	Refus (g)	Refus cumulé (g)	Refus cumulé(%)	Tamisat (%)
1	98,5	98,5	16,35	83,65
0,5	253,9	352,4	58,49	41,51
0,315	87,1	439,5	72,95	27,05
0,25	104,8	544,3	90,35	9,65
0,16	56,7	601	99,76	0,24
0,125	1,4	602,4	100	0

Tableau III.2. Analyse granulométrique du grain de nigelle (GN)

Diamètre (mm)	Refus (g)	Refus cumulé (g)	Refus cumulé(%)	Tamisat (%)
1	143.59	143.59	30.68	69.32
0,5	269.39	412.98	88.26	11.74
0,315	45.63	458.61	98.01	1.99
0,25	7.88	466.49	99.77	0.23
0,16	1.06	467.55	99.92	0.08
0,125	0.35	667.9	100	0

A travers ces résultats trouvés, les courbes granulométriques du DHN et GN utilisés sont illustrées dans les figures III.1 et III.2.

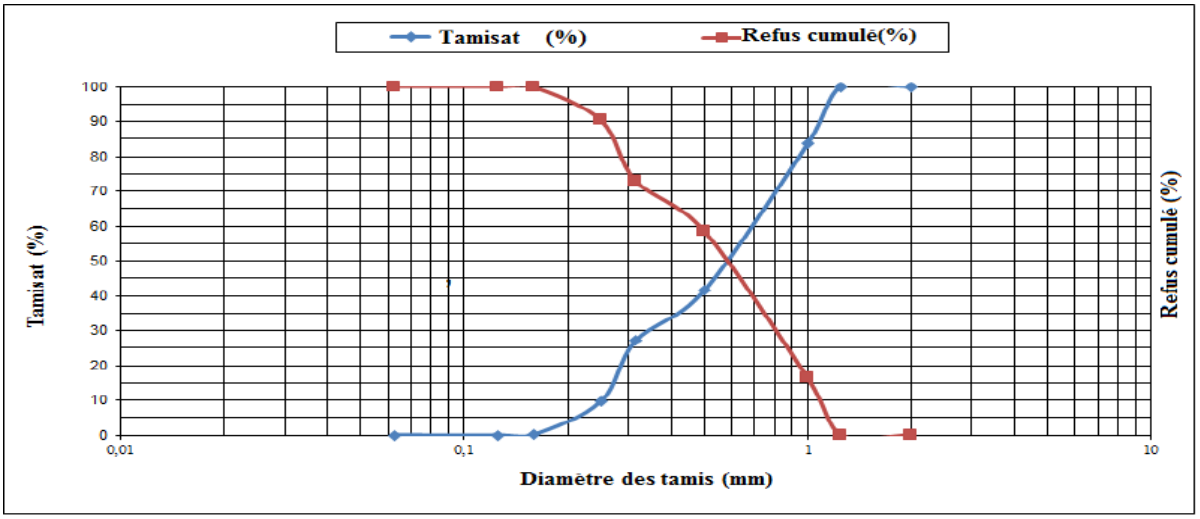


Figure III.1 : La courbe granulométrique du DHN

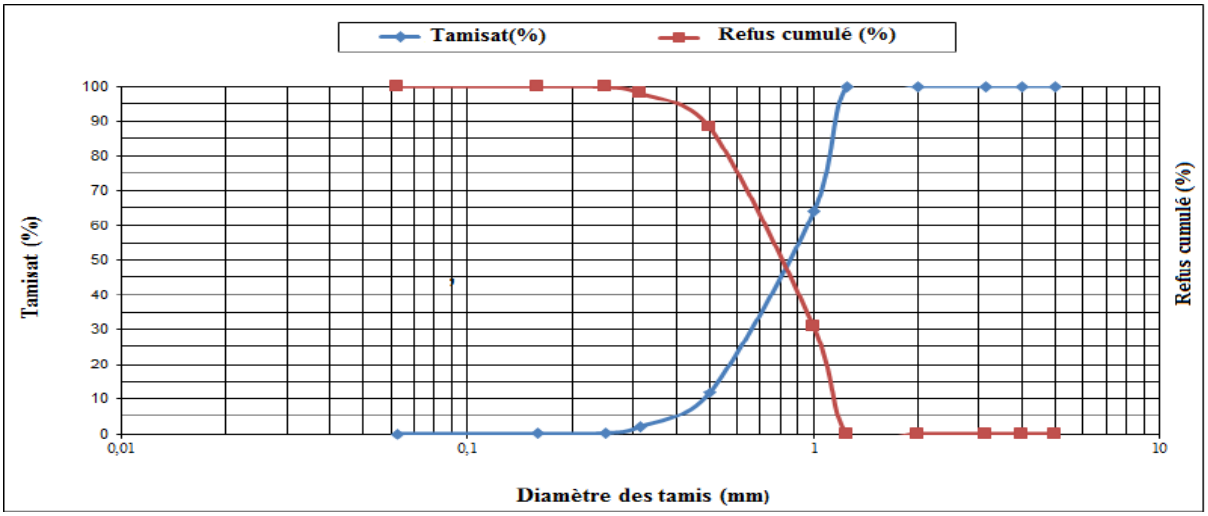


Figure III.2 : La courbe granulométrique du GN

Par comparaison avec le sable, le caractère plus ou moins fin d'un sable peut être quantifié par le calcul du ***module de finesse*** MF. Celui-ci correspond à la somme des pourcentages des refus cumulés, ramenés à l'unité, pour les tamis d'ouverture (exprimée en mm) 0.16 - 0.315-0.63 -1.25 - 2.5- 5.

- Selon l'AFNOR :
- 1.8 < MF< 2.2 : est utilisé si l'on recherche particulièrement la facilité de mise en œuvre.
- 2.2 < MF < 2,8 : convient bien pour obtenir une ouvrabilité satisfaisante et une bonne résistance avec des risques de ségrégation limités.
- 2.8 < MF< 3.2 : correspond à des sables à utilisés pour la recherche de résistances élevées, mais on aura, en général, une moins bonne ouvrabilité et des risques de ségrégation.

Les valeurs du module de finesse du DHN et du grain de nigelle GN sont de l'ordre de 2.27, et 2.67, respectivement.

Donc on peut utiliser le DHN comme un adjuvant ou additif pour augmenter la résistance des matériaux composites utilisés dans le domaine de génie civil.

III.2.2. Les caractéristiques particulaires

Les caractéristiques particulaires du déchet d'huile végétale de *Nigella Sativa L* (DHN) et des graines de *Nigella Sativa L.* (GN) sont déterminées pour les trois classes granulométriques et regroupées dans les tableaux III.3 et III.4.

Tableau III.3. Caractéristiques physico-chimiques du DHN

Granulométrie (mm)	[1-0.5]	[0.315-0.250]	[0.160-0.125]
Humidité (%)	10	8.1	6.5
d_r	1.17	1.59	1.64
d_{app}	0.42	0.46	0.48
porosité	0.55	0.19	0.18
V.P.T	1.52	1.54	1.47

Tableau III.4. Caractéristiques physico-chimiques du GN

Granulométrie (mm)	[1-0.5]	[0.315-0.250]	[0.160-0.125]
Humidité (%)	6	5	3
d_r	1.19	1.38	1.45
d_{app}	0.41	0.37	0.36
Porosité	0.98	0.49	0.52
V.P.T	1.6	1.94	2.0

Les résultats obtenus montrent que :

- Le volume poreaux total augmente avec la diminution de la granulométrie, ceci s'explique par le fait que la surface de contact diminue avec l'augmentation de granulométrie.
- Pour la même granulométrie, DHN est plus dense que GN, le pressage rend la matière organique plus compact et hydrophile, ce qui rend le méthanol inaccessible pour les micropores, le volume poreux apparent devient donc plus faible.

L'humidité est un facteur important utilisée pour évaluer la durée de conservation. L'analyse des résultats d'humidité a montré qu'il y avait une différence entre la teneur en humidité des graines de nigelle (GN) et le déchet (DHN). L'humidité augmente avec l'augmentation de la granulométrie

Les mêmes résultats sont obtenus par Barkah et al., 2021 qui ont constaté que les graines entières de nigelle (GN) ont la plus faible teneur en eau par rapport aux autres matériaux (GNB (graines de nigelle broyées) et DHN). Cette teneur en eau a été incluse dans la gamme des teneurs en eau des graines de la NS des études précédentes, qui se situait entre 4,99 et 7,00 %.

L'exposition d'un échantillon à forte humidité à une atmosphère sèche peut entraîner une perte d'humidité, entraînant une baisse de la teneur en eau. Inversement, échantillons secs exposés à une atmosphère humide peut amener l'échantillon à absorber de l'eau, afin que la teneur en eau augmente. Les graines fines de nigelle ont le potentiel d'absorber l'eau de l'atmosphère, sa teneur en eau est donc supérieure à celle des graines entières (Barkah et al., 2021).

Ces résultats indiquent que la capacité à lier d'eau augmente rapidement avec l'augmentation de la surface des matériaux.

Alors, la gamme de la granulométrie [0.315, 0.4] sera retenue lors des essais de caractérisation.

III.2.3. Evaluation du pH

On appelle le pH du matériau, le pH du surnageant (eau distillée) dans lequel elle se trouve après stabilisation. Ce pH dépend de la quantité du matériau et du volume d'eau distillée utilisés (Tassist, 2003).

Selon la figure III.3 les valeurs du pH du DHN et GN pour une concentration de 10g/L sont de l'ordre de 5.83 et 6.37, respectivement. Ces résultats confirment le caractère acide de DHN et GN.

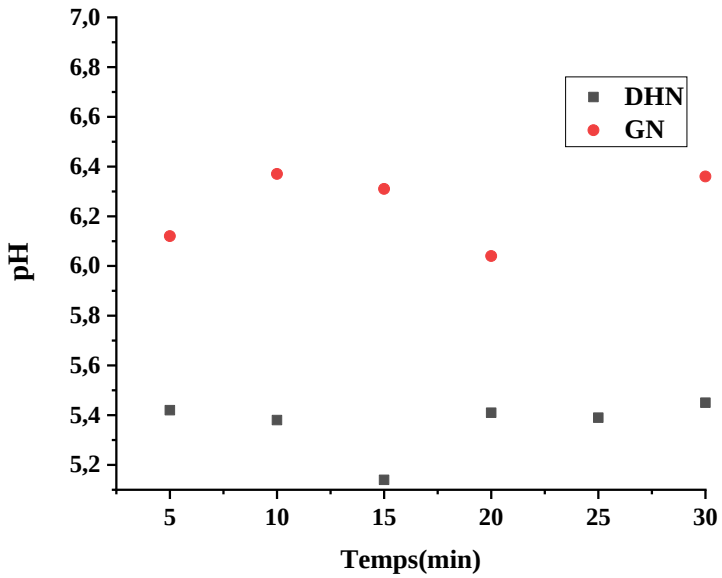


Figure III.3. Evolution du pH du DHN et de GN dans l'eau distillée

Conditions opératoires : [matériau] = 10g/L, agitation=250tr/min, Tº= (20-25) ºC

III.2.4. Détermination du point de charge nulle pH_{pzc}

Le pH_{pzc} de DHN est égal à 7 cela signifie que pour des valeurs de pH > 7 la surface de DHN est chargée négativement et pour des valeurs de pH < 7 la surface est chargée positivement (Figure III.4).

Le pH_{pzc} de GN est égal à 8.7 cela signifie que pour des valeurs de pH > 8.7 la surface de GN est chargée négativement et pour des valeurs de pH < 8.7 la surface est chargée positivement (Figure III.4) (Belaid et Kasmi, 2017).

Par ailleurs, on constate que l'extraction d'huile végétale de nigelle entraine une diminution de la valeur de la charge nulle.

Les valeurs de pH $_{pzc}$ dépendent de plusieurs facteurs (Duc, 2002) :

- La structure cristalline et la morphologie des particules,
- Les traitements physico-chimiques et thermiques du matériau,
- Les paramètres thermodynamiques comme la température,
- Des conditions de préparation des échantillons, de leur pureté et des caractéristiques, cristallographiques du matériau,
- La composition du matériau.

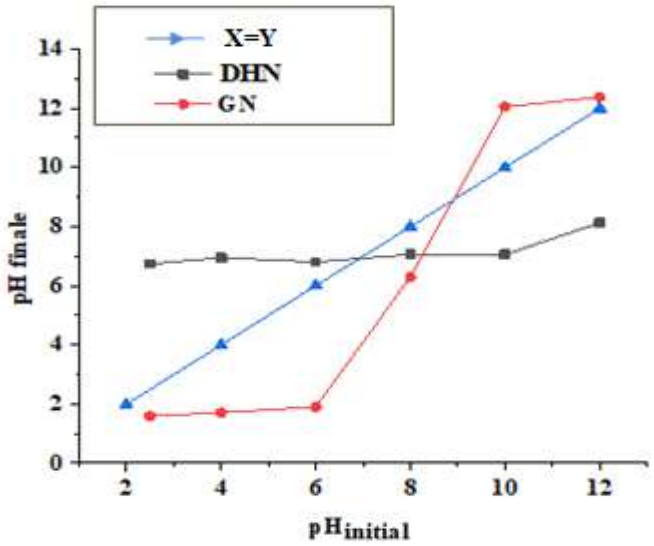


Figure III.4. Détermination de point nulle de charge

III.2.5. Détermination de la matière organique et la matière minérale

Les résultats obtenus sont représentés sur les figure III .5 et III.6. L'analyse effectuée sur DHN et GN afin de déterminer leur composition organique et minérale montre que la matière organique représente la proportion la plus importante pour les deux matériaux (Addala et al., 2018).

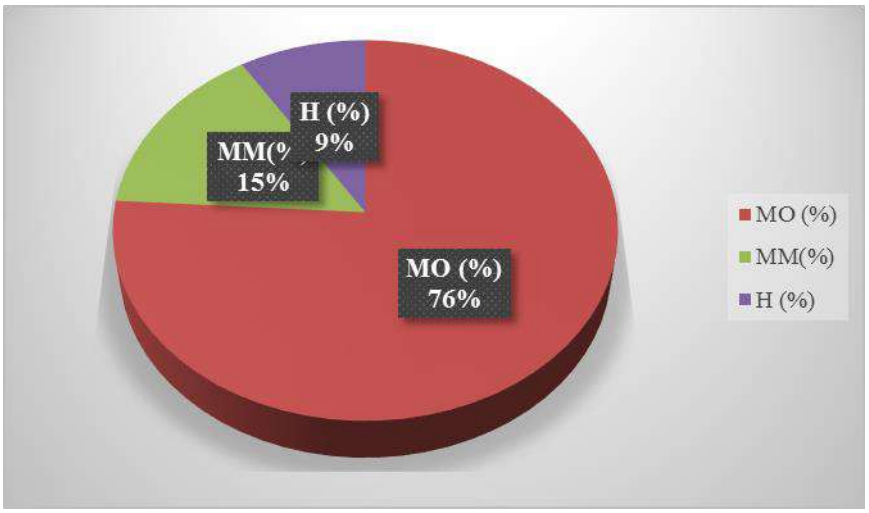


Figure III.5. Proportion des différents constituants de DHN

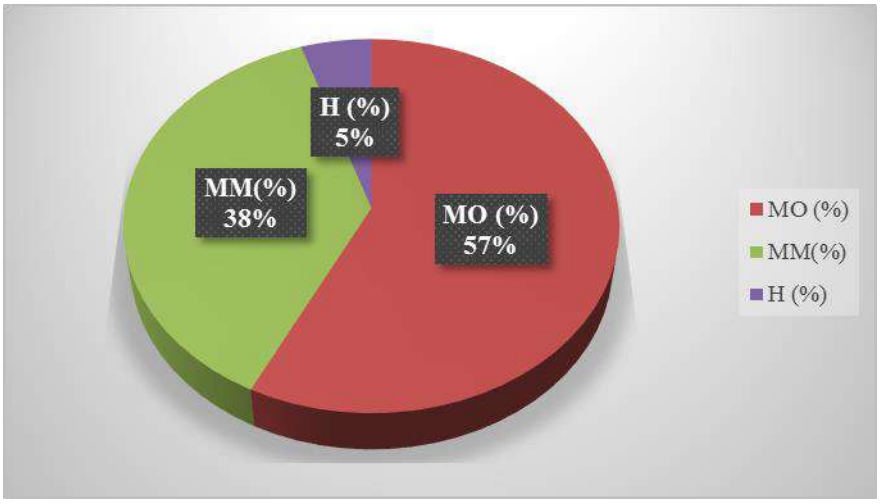


Figure III.6. Proportion des différents constituants de GN

III.2.6. L'indice d'iode

L'indice d'iode mesuré pour DHN est de

(20-1.30) * 25.5 *5 =2320.5 mg/g de DHN

L'indice d'iode mesuré pour GN est de

(20-0.8) * 25.5 *5 =2448 mg/g de GN

L'indice d'iode mesuré pour GN est légèrement plus grand que celui du DHN. On conclue que le degré de porosité des deux matériaux est donc proche. L'indice d'iode nous donne seulement une idée sur la structure de la surface granulaire.

III.2.7. Les indices d'acide, ester et saponification

Les indices d'acide, ester et saponification constituent un moyen de vérification et de contrôle de la qualité des matériaux étudiés.

Les résultats de mesure des indices pour DHN et GN sont regroupés dans les tableaux III.5 et III.6.

Les indices d'acide et de saponification obtenue pour GN sont nettement inférieurs à celles trouvées par Boukelkal et Ammari, 2020 pour l'huile végétale de nigelle (HVN) extraite par pressage mécanique cela revient peut-être à l'origine des graines, ainsi aux conditions de culture et de stockage de ces graines.

Cependant, Les résultats montrent que les valeurs d'indice d'acide, de la saponification et d'ester pour GN sont plus élevées que les valeurs trouvées pour DHN. On peut constater que le processus d'extraction d'huile végétale des graines de nigelle entraîne une diminution de la proportion des acides (Tableau III.5 et III.6).

Tableau III.5. Résultats des indices de : saponification, ester et acide de GN

Indice	Résultat	HVN (Boukelkal et Ammari , 2020)
Indice d'acide	8.86mg KOH/g GN	19.074
Indice de saponification	210.375mg KOH/g GN	214.86
Indice d'ester	203.283mg KOH/g GN	195.78

Tableau III.6. Résultats des indices de : saponification, ester et acide de DHN

Indice	Résultat	HVN (Boukelkal et Ammari , 2020)
Indice d'acide	7.092 mg KOH/g DHN	19.074
Indice de saponification	14.025mg KOH/g DHN	214.86
Indice d'ester	5.165 mg KOH/g DHN	195.78

En outre, selon Orsi-Llinares, 2005, les acides gras (AG) se répartissent en deux groupes : les AG saturés et les AG insaturés (mono ou polyinsaturés selon que la chaîne carbonée comporte une ou plusieurs doubles liaisons).

La composition en acides gras libres a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse sur des graines de Nigelle d'Arabie en 1992.

Dix acides gras libres ont été mis en évidence, avec 83,7% d'acides gras insaturés (AGI) et 16,3% d'acides gras saturés (AGS). Parmi les AGI, le prédominant est l'acide linoléique, il représente plus de 54% des AG totaux. Puis vient l'acide oléique (23,58%). Les deux AGS majeurs sont l'acide palmitique (11,90%) et l'acide stéarique (2,28%) (Orsi-Llinares, 2005).

III .3 Caractérisation structurale et morphologiques

III.3.1. Caractères macroscopiques et organoleptiques

Les graines sont ovoïdes, de 2 mm de longueur, de couleur noire, de forme pyramidale avec 3 ou 4 angles et une face supérieure finement granuleuse et réticulée. Elles sont disposées sur deux rangs.

Au broyage, les graines (GN) et le DHN dégagent une odeur fortement aromatique. Leur saveur est en premier lieu légèrement amère, puis épicée et un peu âcre. L'identification microscopique paraît inutile car les graines ont une forme caractéristique (Orsi-Llinares,2005)

Le tégument de la graine est formé de trois tuniques : Externe : formée de cellules coniques papilliformes, à parois brunes et épaisses. Moyenne : formée de cellules aplaties, allongées tangentiellement. Interne : formée d'une rangée de petites cellules cubiques (Cherif, 2018).

Les caractéristiques organoleptiques de GN et DHN sont résumées dans le tableau III.7.

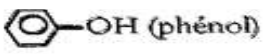
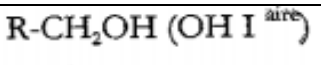
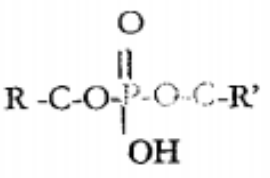
Tableau III.7. Caractéristique organoleptique de DHN et GN

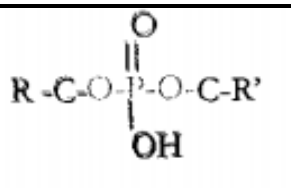
Aspect	Solide
Couleur	Noire
Odeur	A une odeur forte caractéristique de *Nigella Sativa L* pour GN et moins forte pour DHN

III.3.2. Spectroscopie infrarouge

Les résultats de l'analyse par spectroscopie infrarouge sont représentés sur le tableau III.8**.** Ces résultats montrent que l'analyse spectroscopie infrarouge a permis d'identifier des groupements fonctionnels principalement organique constituant la matière organique et qui sont en parfaite confirme avec la composition chimique donnée par la littérature (Shoto et al., 2019) et confirmant ainsi les résultats obtenus lors de la détermination des proportions de la matière organique et la matière minérale.

Tableau III.8. Identification des spectres d'infrarouge de DHN et GN

Nombre d'ondes en cm^{-1}	**Liaisons**	**Domaine spectral en cm^{-1}**	**Groupements**
1640.92 (DHN)		[1650-1580]^{VD}	-NH_2 Amine (Iaire)
3279.41(NG) /3297.68(DHN)		[3540-3140]^{VA}	-Amide (I^{aire} et II^{aire})
1543.96 et 1647.19(NG)	N-H		
1545.58 et 1579.39(DV)		[1650-1515]^{VD}	
2845.14 et 2922.67(GN)		[3000-2840]^{VA}	Chaine aliphatiques
2853.60 et 2922.25(DHN)			
1457.32(NG)			
	C-H		
1418.39(DHN)		[1450, 1375]^{VD}	-CH_3
3008.99(NG)			
3009.37(DV)		[3100-3000]^{VA}	Chaines aromatiques
3008.70(DP)			
1709.32 et 1740.60(GN)	C=O	[1725-1700]^{VA}	-COOH
1157.62 et 1239.50(GN)	C-OH	[1230-1140]^{VA}	
1143.26(DHN)			
1038.32(GN)	C-OH	[1075-1010] ^{VA}	
1027.03(DHN)			
1086.12(GN)	P-O-C	[1090-1030]^{VA}	

523.79(DHN)	O-P-O	[590-440]^{VA}	
473.57 (GN)	S-S	[550-450]^{VA}	
716.34(GN)	C-S	[705-570]^{VA}	-C-SH_2 (Thiols)
810.01(DHN)			-C-S-S-C-

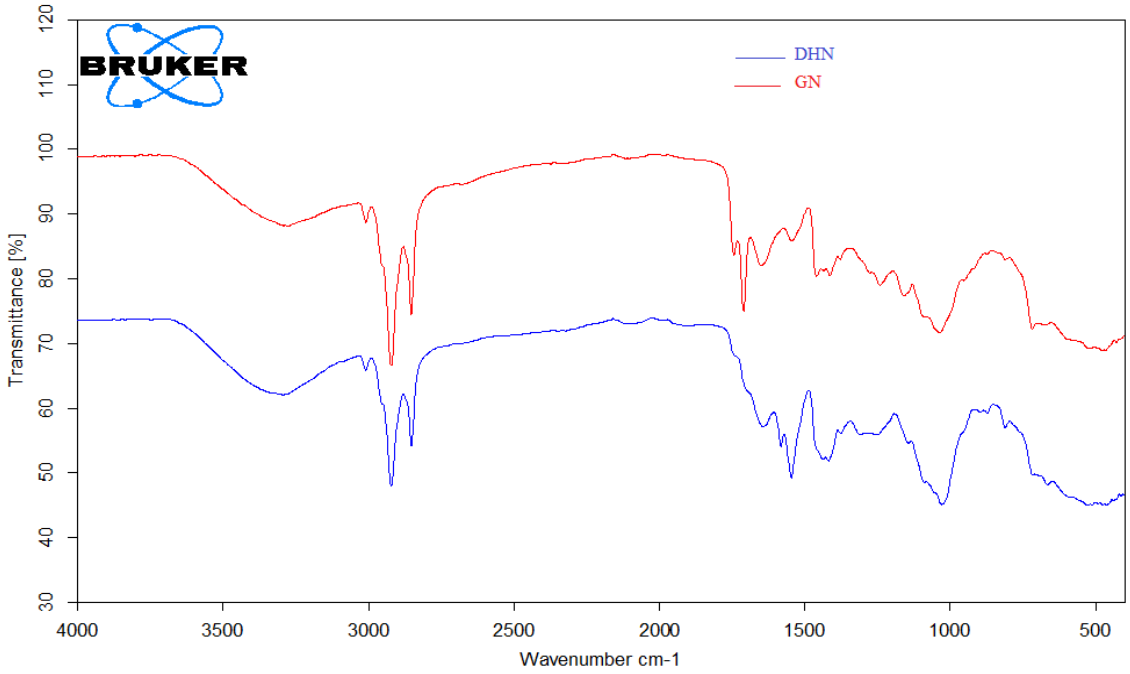


Figure III.7. Spectres FT-IR de GN et DHN

Les principaux groupements pour DHN et GN : les groupements hydroxyles, méthyles, carboxyles, amides, thiols et les groupements phosphates (Addala et al., 2018).

En comparant les spectres de DHN et GN (Figure III.8), nous remarquons au niveau des spectres :

- L'apparition nette de la vibration d'allongement représentative du groupement carbonyle spécifique de la fonction carboxyle.
- L'apparition nette du pic correspondant à la vibration d'allongement de la liaison C-H des noyaux aromatiques. Ceci est accompagné par l'apparition du pic correspondant a la vibration d'allongement de la liaison C-OH du groupement phénol

- Des groupements COOH au niveau du tétra-peptide.
- Des groupements OH au niveau des cycles tyrosine.
- Les changements de pics observés entre 3000 et 2840 cm^{-1} reflètent les vibrations des liaisons des chaines aliphatiques. Le processus d'extraction de l'huile des graines de nigelle entraîne une diminution de la teneur en matière minérale et une augmentation de la proportion de la matière organique. Ceci est conforme aux résultats obtenus pour la détermination de la matière organique et minérale de GN et DHN.

III.3.3. MEB

L'observation topographique de DHN par microscope électronique à balayage (MEB) permet d'avoir des informations sur l'homogénéité et la forme des agrégats de la substance analysée. Les images du MEB sont représentées sur la figure III.9.

Ces images montrent la formation des microparticules avec une distribution hétérogène sur les surfaces de l'échantillon. La morphologie de la matière est poreuse, et de la surface est rugueuse. En effet, la taille des pores observée varie entre 50-200 µm. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus par (Is¸lekCos¸kun,2019) pour le déchet d'huile végétale de nigelle mais avec petite différence à cause de la différence d'origine des graines de nigelle.

Des résultats semblables ont été signalés par Shooto et al, 2019 pour les graines de nigelle d'origine sud-africaine.

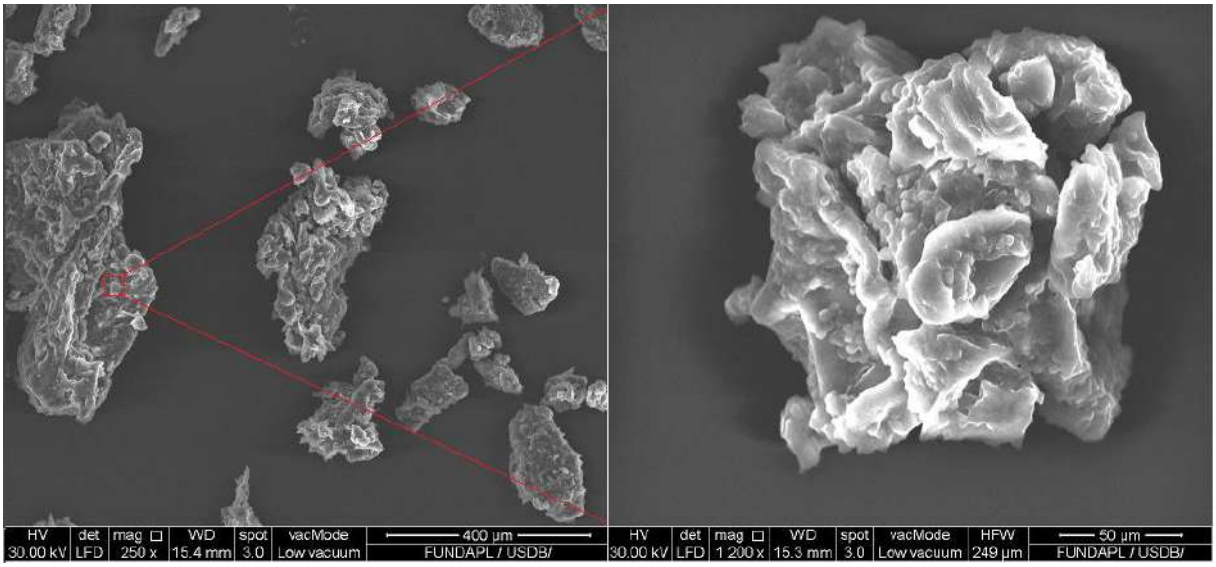


Figure III.8. Images de MEB pour DHN granulométrie [0.315-0.250] mm

III.4. Dosage des minéraux

Les résultats de dosage des minéraux pour les extraits aqueux du DHN et GN sont regroupés dans le tableau III.9.

Tableau III.9. Résultat des minéraux dans les extraits

	Cuivre totale	Manganèse
Extrait aqueux de GN	Trop bas	Trop bas
Extrait aqueux de DHN	Trop bas	Trop bas

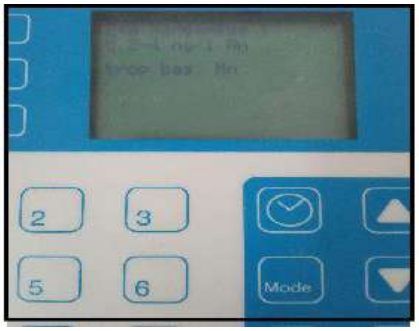


Figure III.9. Dosage des minéraux

On remarque d'après le tableau. III.9 et figure III.10 que les extraits aqueux de GN et DHN sont pauvres en minéraux, ces résultats n'indiquent pas que le DHN et GN ne contiennent pas des minéraux (Aftab et al.,2013) mais il faut utiliser d'autres méthodes d'extraction, d'autres solvants organiques pour la macération et d'autres méthodes de dection des minéraux (Tableau .III.10).Sachant que l'origine, les conditions de culture et de stockage des graines de nigelle, influent sur l'analyse qualitative « des minéraux » de DHN et GN.

Tableau III.10. Composition chimique « les minéraux » de *Nigella Sativa L* selon la littérature

Minéraux (mg/100g)	**Tukruri et al (1998)**	**Nergiz et Otles (1993)**	**Al-Jassir (1992)**	**Cheikh-Rouhou et al. (2007) (variété Tunisienne)**	**Cheikh-Rouhou et al.(2007) (variété Iranienne)**
Magnésium	265±4.87	/	200±30,0	235±4,87	260±48,70
fer	10.50±1.56	57,5±0,5	15±0,4	8,65±0,65	9,42±0,88
Phosphore	526.50±30.16	/	180±23,0	48,9±0,04	51,9±0,01
Potassium	527.70±47.70	1180±10,0	760±42,0	783±6,61	708±7,98
Sodium	49.60±6.13	85,3±16,07	75±10,0	20,8±2,21	18,5±3,17
Calcium	185.90±18.27	188±1,5	400±80,0	572±21,5	564±33,4
zinc	6.04±0.38	/	60±1,5	8,04±0,21	7,03±0,49
Cuivre	1.84±0.34	/	2±0,2	1,65±0,03	1,48±0,21

III.5. Dosage des vitamines

III.5.1. Vitamine C

Les quantités de vitamine C mesurés pour DHN et GN sont de l'ordre de 11.45 mg et 12.77 mg respectivement. Ces résultats sont en accord avec la composition chimique donnée par la littérature qui confirme la présence de la vitamine C dans les graines de *Nigella Sativa L* (Aliouat et Boulkelia, 2014).

Selon ces résultats, on remarque que la quantité de vitamine C mesuré pour GN est légèrement plus grande que celui du DHN. On conclue que l'extraction d'huile végétale entraine un petit épuisement des graines de nigelle en vitamine C.

III.5.2. Vitamine A

Les résultats du dosage de vitamine A pour DHN et GN sont montrés sur les figures III.11et III.12, respectivement.



Figure III.10. Résultat du spectre UV du DHN

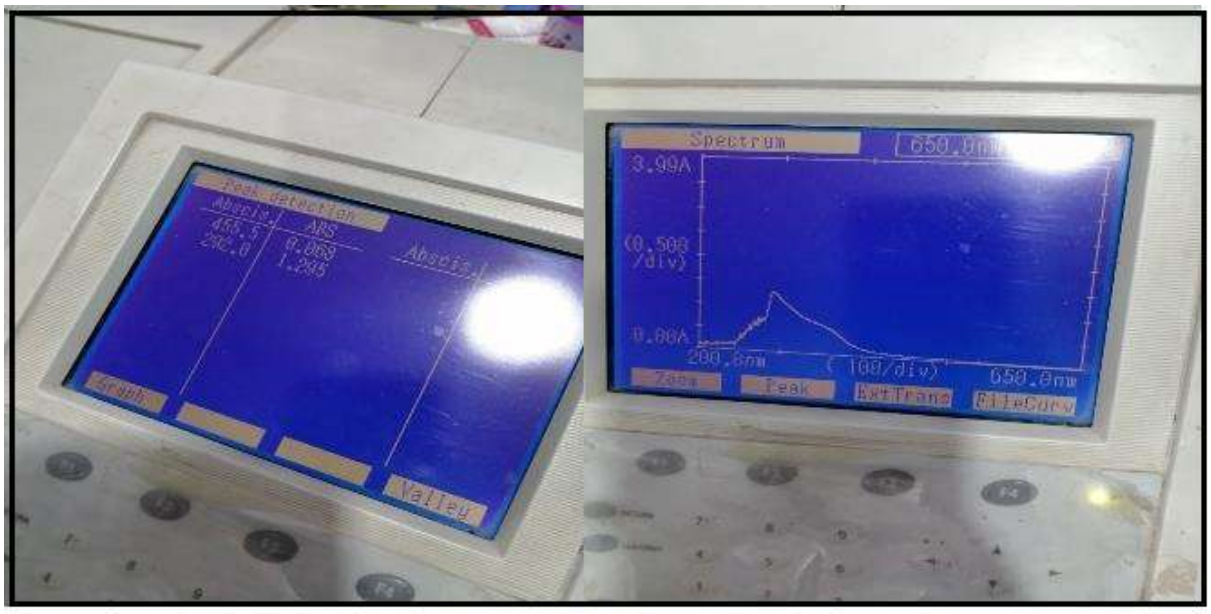


Figure III.11. Résultat du spectre UV de GN

Nous n'avons pas obtenu les résultats souhaités à (326 nm), Cela indique qu'il n'y a pas de vitamine A dans les extraits aqueux de GN et DHN. Donc il faut changer la méthode d'extraction de la vitamine A et la méthode de dosage pour confirmer la présence ou l'absence de la vitamine A.

Cependant selon Topaparslan, 2012, la composition en vitamines de GN a été déterminée et révèle la présence des vitamines A, B1, B2, B6, PP.

En outre, la graine de Nigelle est riche en d'autres types de vitamines comme Niacine (B3) et en Thiamine (B1), acide folique (B9) … etc. qui sont indispensables pour la production d'énergie (Tableau III.11) (Cherif et al., 2018).

Tableau III.11. Composition chimique « les vitamines » de *Nigella Sativa L* selon la littérature

Vitamines	**mg/100g Tukruri et al (1998)**	**mg/100g Nergiz et Otles (1993)**
B1	1.500	0.831
B2	0.100	0.063
B3	5.700	6.311
B6	0.500	0.789
B9	0.061	0.042
A	0.0005	/
K	0.001	/

III.6. Biosorption des ions de cuivre par DHN

Les résultats d'effet de la concentration initiale de la solution métallique du cuivre sur la biosorption sont représentés sur la figure III.13.

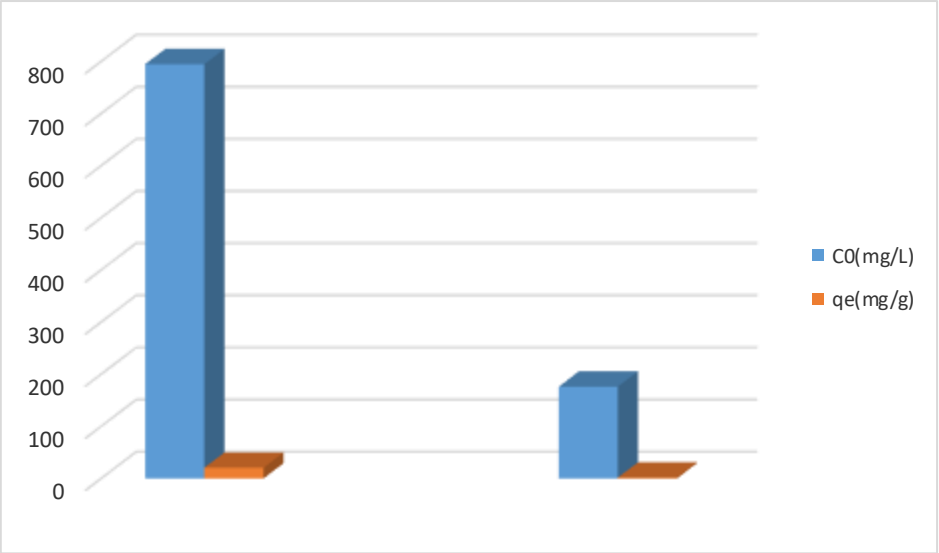


Figure III.12. Effet de la concentration initiale de la solution métallique du cuivre sur la biosorption par DHN

D'après les résultats obtenus, on conclut que la capacité d'adsorption augmente avec l'augmentation de la concentration initiale des ions métalliques, donc la capacité de la biosorption est directement proportionnelle à la concentration initiale du cuivre. Ces résultats sont en accord avec les résultats trouvés par Shooto et al., 2019 pour la biosorption des ions de cuivre par les graines de nigelle avec et sans modification chimique.

Donc, on peut utiliser DHN comme un nouveau matériau pour le traitement des eaux usées (Is¸lekCos¸kun,2019).

CONCLUSION GENERALE

Conclusion

Les caractéristiques chimiques, physiques et structurales des matériaux ont une influence déterminante sur ses performances finales, utilisations et ils sont très importants afin de connaître la qualité finale du matériau ou bien le produit élaboré à partir de ces matériaux.

Le but de ce projet était de bien comprendre la notion de déchet d'huile végétale de nigelle et d'avoir une idée sur sa composition et caractérisation par comparaison avec les graines de nigelle. L'évaluation de la qualité de notre déchet (DHN) et graines de nigelle(GN) repose sur :

- la caractérisation physicochimique du DHN et GN, qui consiste :

- L'analyse granulométriquedu DHN et GN. Ainsiles caractéristiques particulaires.
- Evaluation du pH, et détermination du point de charge nulle $pH_{pzc.}$
- Détermination de la matière organique et la matière minérale.
- Mesurer les indices d'iode, d'acide, d'ester et de saponification.

- la Caractérisation structurale et morphologique, qui consiste :

- Caractères macroscopiques et organoleptiques.
- Spectroscopie infrarouge.
- La microscopie électronique à balayage (MEB)

Les résultats obtenus ont montré que :

- ❖ Les valeurs du module de finesse du DHN et du grain de nigelle GN sont de l'ordre de 2.27, et 2.67, respectivement. Donc on peut utiliser le DHN comme un adjuvant.
- ❖ Les graines entières de nigelle (GN) ont la plus faible teneur en eau par rapport au (DHN), les résultats obtenus sont comparables avec ceux trouvés par Barkah et al ., 2021.
- ❖ l'analyse spectroscopie infrarouge de DHN et GN a permis d'identifier des groupement fonctionnels principalement organique constituant la matière organique et qui sont en parfaite confirme avec la composition chimique donnée

par la littérature (Shoto et al., 2019) et confirmant ainsi les résultats obtenus lors de la détermination des proportions de la matière organique et la matière minérale .

- ❖ La structure du DHN est poreuse, et la morphologie de la surface est rugueuse. Des résultats semblables ont été signalés par Islek Coskun, ,2019.
- ❖ La richesse de GN et DHN en vitamine C (Aliouat et Boulkelia , 2014).

Dans le but d'étudier l'efficacité de DHN à l'échelle industrielle, une dernière partie a été consacrée à l'étude de la sorption des ions de cuivre en mode discontinu(initiation à la recherche des nouveaux biosorbants) . Les résultats montrent qu'on peut utiliser le DHN comme un nouveau biosorbant pour le traitement des eaux usées(Is lekCoskun, ,2019).

Ainsi, plusieurs perspectives peuvent dégagées et proposées pour la poursuite de ce travail de recherche :

- ✓ Réaliser d'autres caractérisations physicochimiques sur les matériaux,
- ✓ Réaliser le dosage des principaux actifs comme : les sucres, les flavonoides , les polyphénols,
- ✓ Utiliser d'autres méthodes de détection des minéraux et d'autres méthodes d'extraction avec d'autres solvants organiques pour confirmer la présence ou l'absence des minéraux dans les matériaux étudiées.
- ✓ Etudier la qualité microbienne de DHN par la méthode de dénombrement et faire la détection d'autres types de vitamines a fin de réutiliser comme un complément alimentaire
- ✓ Etudier la biosorption des polluants par DHN en mode continu et discontinu
- ✓ Etudier le pouvoir du DHN comme un adjuvant pour augmenter la résistance des matériaux dans le domaine de génie civil

Références bibliographique:

A.D.E.M.E., Guide des déchets en Auvergne, Ed. Délégation régionale, Clermont-Ferrand,(2003) 95.

A.F.N.O.R., NF EN 933-2,(Juillet2020).

Abdel-Ghani, NT., El-Chaghaby, G.A., Rawash, E.S.A., Lima, E.C., Adsorption of coomassie brilliant blue r-250 dye onto novel activated carbon prepared from nigella sativa L. waste: equilibrium, kinetics and thermodynamics running title: adsorption of brilliant blue dye onto nigella sativa l. waste activated carbon, Journal of the Chilean Chemical Society, 62/2 (2017) 3505–3511.

Abdullah,M.,koc,A.kinetics of ultrasound-assisted oil extraction from black seed(nigella sativa),Journal of Food Processing and Preservation, 37/5(2013) 814-823.

Acar,R.,Geçgel,Ü.,Dursun,N.,Hamurcu,M.,Nizamlioğlu,A.,Özcan,M.M., Fatty acids minerals content,total phenol,antioxidant activity and proximate analyses of nigella sativa seed cake and seed cake oil, Journal of Agroalimentary Processes and Technologies, 22/1(2016) 35-38.

Addala,A., Belattar,N., Elektorowicz,M., Nigella sativa L.seeds biomass as a potential sorbent in sorption of lead from aqueous solutions and wastewaters, Oriental Journal of Chemistry, 30 (2018) 638-647.

Aftab,A., Asif, H., Mohd, M., Shah, A.K.,Najmi,A.k., Siddique,N.A., Damanhouri,Z.A, Anwar,F., A review on therapeutic potential of Nigella sativa: A miracle herb, Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine,3/5(2013)337-352.

Ait Maamar,C., kechout, A., Contribution à l'étude d'état de la gestion des déchets ménagers et assimilés dans la commune de tizi ouzou, memoire master , univerite mouloud maamri de Tizi Ouzou, algerie ,2016.

Aliouaat, A., Boulkelia, N., Activité antioxydant des extraits, Mémoire de master, Université de Constantine , Algérie, (2014).

AL-jassir, S.M., Chemical composition and microflora of black cumin (*Nigella sativa L.*) seeds growing in Saudi Arabia., Journal of Food Chemistry , 45(1992) 239-42.

Amari,I., Boukelkal,N., Caractérisation physico-chimique et evaluation biologique de l'huile de Nigella sativa L, Mémoire du master , Université de Medea, Algérie , (2020).

Anton, R., Teuscher, E., Lobstein, A., teuscher ,E., Plantes aromatiques : épices, aromates, condiments et huiles essentielles Médicales internationales , médicales internationales Cachan ,Paris (2005) 2-7430-0720-6.

Atta, MB., Some characteristics of nigella (Nigella sativa L.) seed cultivated in Egypt and its lipid profile", Journal of Food Chemistry, 83 (2003) 63–68.

Attia,Y.a.,El-din,A.E.R.E.T.,Zeweil,H.S.,Hussein,A.S.,Qota,E.S.M.,& Arfat, M.A.The effect of supplementationof enzyme on laying and reproductive performance in Japanese quail hens fad Nigella seed meal , Journal of Poultry Science,45/2 (2008)110-115.

Bahareh,A., hosseinzadeh,H., Black cumin (Nigella sativa) and its active constituent, thymoquinone: An overview on the analgesic and Anti-inflammatory effects, national liberary of medicine journal of planta medica , 82(2016) 8-16 .

Bakhshabadi,H., Mirzaei,H., Ghodsvali,A., Jafari,S.M., Farzaneh,V.The effect of microwave pretreament on some physico-chemical properties and bioactivity of black cumin seed's oil, Journal of Industrial Crops and Products, 97(2017)1-9.

Bakhshabadi,H., Mirzaei,H., Ghodsvali,A., Jafari,S.M.,Farzaneh,V.The effect of microwave pretreament on some physico-chemical properties and bioactivity of black cumin seed, Journal of Food Science and Nutrition, 6/1(2018) 111-118.

Barkah,N.N., Wiryawan, K.G., Retnani, Y., Wibawan, W.T., Wina, E., Physiochemical properties of products and waste of black seed products by cold press method, IOP conference series: earth and environmental science, 756/1 (2021)12025.

Belaid, D., Kasmi ,S ., Preparation des materiaux biosorbants, caroube cultivée et sauvage. Application dans le traitement d'une solution aqueuse d'un colorant textile BC, Mémoire de magister , Université Mouloud Mammeri , Tizi-ouzou, Algérie (2017).

Bounif,A., Valorisation des déchet générés par l'usine en recyclage interne BISKRIA Cimentrie, memoire de master , Université Mohamed Khider de Biskra, algerie (2020).

Brahim, S., carecterisation des dechets solides menagers cas de la communede beni tamou**,** mémoire de master ,universite saad dahleb blida , Algérie,(2014)

Buenrostro, O., et Bocco, G. Solid waste management in municipalities in Mexico: Goal and perspectives, Journal of Resources, Conservation and Recycling ,39 (2003) 251- 263.

Cheikh-Rouhou S., Besbes S., Hentati B., Blecker C., Deroanne C., Attia H. Nigella sativaL.: Chemical composition and physicochemical characteristics of lipid fraction, Journal of Food Chemistry, 101(2007) 673-681.

Cheikh-Rouhou S., Besbes S., Lognay G., Blecker C., Deroanne C., Attia H. Sterol composition of black cumin (Nigella sativa L.) and Aleppo pine (Pinus halpensis Mill.) seed oils, Journal of Food Composition and Analysis, 21(2008) 162–168.

Cheikh-Rouhou, S., Besbes, S., Hentati, B., Blecker, C., Deroanne, C., and Attia, H.,Nigella sativa L, Chemical composition and physicochemical characteristics of lipid fraction, Journal of Food Chemistry, 101 (2007) 673-81.

Cherif,M ., Potentiel d'utilisation de la nigelle(nigella sativa) dans l'alimentation des ovins, Effet sur la digestion, les performances de croissance et la qualité de la viande et du lait, thèse doctorat, université de Carthage , Tunisie. .

Code de l'environnement, Prévention des pollutions, des risques et des nuisances, l'annexe II de l'article (R 541-8 ; 541-7), Eau de Marseille environnement, Déchets passons UERT: http://www.eauxdemarseille-environnement.fr/faq/faq4 (2010).

Desachy, C., 2oo1- Les déchets : sensibilisation à une gestion écologique, Ed. TEC&DOC. Paris, 463 (2005).

Dieffenbach, D ., Gupta,R ., Dewatering and drying , Biosolids technical workshop (2019).

Djemaci, B., La gestion des déchets municipaux en Algérie : Analyse, (2013).

Dorbane, N., Gestion des déchets solides urbains dans la ville de Tizi-Ouzou, thèse de magister en science économiques. U.M.M.T.O, (2004).

Duc, M., Contribution à l'étude des mécanismes de sorption aux interfaces solides-liquide :application aux cas des apatites et des oxy-hydroxydes, thèse doctorat, université paris, France (2002).

Dursun, N., Research of the efficiency of biohydrogen gain from waste black cumin (Nigella sativa) in anaerobic bioreactors, thése de doctorat ,şanhufra Hararan university graduate school of natural and applied sciences department of environmental engineering,turkey (2018).

El Aouel., R., Réglementant l'émission dans l'atmosphère de gaz, fumées, vapeurs, particules liquides ou solides, ainsi que les conditions dans lesquelles s'exerce leur contrôle. Le décret exécutif N° 06-138, (15 avril 2006).

Farag, M.A., Gad, H.A., Heiss, A.G., Wessjohann, L.A., Metabolomics driven analysis of six Nigella species seeds via UPLC-qTOF-MS and GC-MS coupled to chemometrics , Journal of Food Chemistry , 151 (2014) 333-42,

Farag, S.M., Essa, E.E., Alharbi, S.A., Alfarraj, S., El-Hassan, G.M.M.A, Agro-waste derived compounds (flax and black seed peels): toxicological effect against the West Nile virus vector, Culex pipiens L, with special reference to GC-MS analysis, Saudi Journal of Biological Sciences, (2021).

Fourneau, C., Debil, F., Bourgeois, D., Deportes, I., Le Lay, S., Oppliger, A., Roedlich, C., Sapori, J.M., Zdanevitch, I., and Levilly, R.,Risques sanitaires pour les professionnels de la gestion des déchets., Archives Des Maladies Professionnelles et de l'Environnement, 81/5 (2020) 677.

Ghedira, K., La nigelle cultivée, Nigella sativa L, Pharmacognosie, springer journal, 5(2006) 220-226.

Groupe G-M, et Brisset, F., Microscopie électronique à balayage et Microanalyses EDP Sciences, Paris, (2008).

Hao-nan Guo,Shu-biao Wu,Ying-jie Tian,Jun Zhang ,Hong-tao Liu Application of machine learning methods for the prediction of organic solid waste Treatment and recycling processes: A review, Journal of Bioresource Technology, 319(2021) 124114.

Haslam, E., Natural polyphenols (vegetable tannins) as drugs: possible modes of action , Journal of Nat Prod , 59 (1996) 205-15.

Hebidi, M., Contribution à l'étude de la graine de nigelle ou cumin noir, memoire master, universite aix Marseille , france (2019).

http://tai-team.fr/fr/equipement/co2-supercritique date de dernière consultation 2021.

https://takeawaste.fr/entreprises-les-6-enjeux-de-la-gestion-des-dechets/ (2019, décembre 4).

HUI-EAN ,T ., Extraction and characterization of functional components from fruit and vegetable processing waste Thesis, thses doctorat , University of California, Davis (2016).

Installation de traitement par ultrasons avec UIP1000hd pour l'extraction à partir de feuilles de boldo dans un lot. Petign, (2013).

Iqbal,MS., Ghafoor,A., Inamullah, Ahmad, H., Genetic variation in yield performance for three years in Nigella sativa L, germplasm and its association with morpho-physiological traits and biochemical composition Pak, Journal of Botany, 45 (2013) 2065-70.

Işlek coşkun, Y., Biosorption of copper by a natural byproduct material: pressed black cumin cake, Environmental Analysis, 53/8 (2020).

Kachel-Jakubowska,M., Kraszkiewicz,A., Krejewska,M. Possibilities of using waste after pressing oil from oilseeds for energy purposes , Journal of Agricultural Engineering, 20/1(2016) 45-54.

Kakiuchi, MH., Nishizawa, M., Yamagishi, T., Okuda, T., Namba, T., Studies on dental caries prevention by traditional medicines. VIII. Inhibitory effect of various tannins on glucan synthesis by glucosyltransferase from Streptococcus mutans," Chemical and Pharmacy Bulletin, 34 (1986) 720–25.

Ketenoglu,O.,Sezer Kiralan,S.,Kirlan,M.,Ozka,G.,ramadan,M.F.,Cold pressed black cumin (Nigella sativa L.) seed oil, Cold Pressed Oils, (2020) 53-64.

Khanbabaee, K., and vanRee, T., Tannins: classification and definition, Natural Product Reports, 18 (2001) 641–49.

Kilan,M.,Kirlan,S.changes in volatile compounds of black cumin oil and hazelnut oil by microwave heating process, Journal of the American oil chemists society,92/10(2015) 1445-1450.

Kilan,M.,Ozkan,G., Bayrak,A., Ramadan, M., Physiochemical properties and stability of black cumin (Nigella sativa) seed oil as effected by different extraction methods, Industrial corps products,57(2014) 52-58.

Kim, SY., Kim, JH., Kim, S.K., Oh, MJ., and Jung, MY.,Antioxidant activities of selected oriental herb extracts, J. Am. Oil Chem. Soc, 71(1994) 633–40.

Kimer Malesevic,V.,Vastag,Z.,Popovic,S.,Pericin-Starcevic,I.Charecterization of black cumin,pomegranate and flaxseed meals as source of phenolics acid, International Journal of Food Science and Technology,49/1(2014) 210-216.

Koller., Traitement des pollutions : Eau, Air, Déchets, Sols, Boues, Ed. Dunod, Paris, (2004) 326.

Les déchets industriels banals (DIB) ou déchets industriels non dangereux (DIND), CLIKECO, http://www.clikeco.com/P-63-88-F1-les-dechets-industriels-banals-dib-ou-dechets-industriels-nondangereux-dind.html(2020).

Li, Y., Liu, M., and Zhang, H., Study on the extraction process of oils from almond skin and physicochemical property of almond skin oil Cereals and Oils, 29 (2016)24-6 .

Llinares ,f.O ., La nigelle, une épice d'intérêt médicinal, Sciences pharmaceutiques. These master , universite Grenoble alpes, france (2006)

Ma, C., Li, C., Ahmed, AF., Niu, Y., and Kang, W., Optimum extraction technology for the seed oil of Nigella sativa L, journal of Food Quality , (2019)1-6.

Mattar ,L ., A propos de nigella sativa L , thèse de doctorat ,Université lorraine, France (2018).

Moghimi,M.,Farzaneh,V.,bakhshabadi,H. The effect of ultrasound pretreatment on some selected physicochemical properties of black cumin (nigella sativa).nutrire , 43/1(2018)

Mohee, R., Assessing the recovery potential of solid waste in Mauritius; Resources, conservation and Recycling 36 (2002) 33-43.

Murat, M., Valorisation des déchets et de sous-produits industriels. Ed, Masson. 198

Nagi A. ALHaj, Mariana. N. Shamsudin, Norfarrah , M. Alipiah,Hana F. Zamri, Ahmad Bustamam, Siddig Ibrahim and ,Rasedee Abdullah , Characterization of Nigella Sativa L Essential Oil-Loaded Solid Lipid Nanoparticles , American Journal of Pharmacology and Toxicology , 5/1(2010) 52-57

Navarro,A., Approche systémique des déchets, Technique d'ingénieur ,G2000 v2,2016.

Nergiz,C., Otles, S., Chemical composition of Nigella sativa L. seeds, Journal of Food Chemistry, 48(1993) 259-261.

Ngo, C., Regent, A., Déchets et pollution impact sur l'environnement et la santé, Ed, Dunod, Paris, (2004)128.

Nollet, R., Problème d'environnement dire d'experts, Ed. Entreprise pour l'environnement, (1995)285.

Orsi-Llinares.,F, La nigelle, une épice d'intérêt médicinale, thèse de doctorat, Grenoble,france (2005).

Ramade, F., - Elément d'écologie, écologie Appliquée 6éme édition, Dunod, Paris, (2005)864.

Retnani, YKG., Wiryawan, Khotijah, L., Barkah, NN., Gustian, RA., Dermawan, IR., Growth performance, blood metabolites, and nitrogen utilization of lambs fed with Nigella sativa meal, 18 (2019) 247-53.

Reuber, M., New Technologies for Processing Crambe abyssinica Thesis, IOWA State University, Ames, (1992).

Safia, A., Al Attas, Fat'heya , M., Zahran, Shereen ,A. Turkistany. Nigella sativa and its active constituent thymoquinone in oral health, PMC lab, Saudi medical Journal, 37/3(2016) 235-244.

Sancey, B., Développement de la bio-adsorption pour décontaminer, (2011, juillet 01).

Schooto,N.D ., Thabede,P.M., Naidoo ,E.B ., Simultaneous adorptive study of toxic metal ions in queaterny system from aqueous solution using low cost black cumin seeds (nigella sativa) adsorbents, South African Journal of Chemical Engineering,30 (2019)15-27.

SGDSN, Stratégie de gestion des déchets solides de Nouakchott, Organisation de la filière d'enlèvement des ordures ménagères, Volume I, Rapport final, Ministère des Affaires Economiques et du Développement, Programme de Développement Urbain, (2003) 130.

Sheikh, N., Kumar, Y., Misra, A K., and Pfoze, L., Phytochemical screening to validate the ethnobotanical importance of root tubers of Dioscorea species of Meghalaya North East India, Journal of Medicinal Plants Studies ., 1 (2013) 62-69.

Simonsen, H.S., Baharin, B.S., Bagheri, H., Antioxidant property, thymoquinone content and chemical characteristics of different extracts from Nigella sativa L. seeds, Journal of the American Oil Chemists' Society. 91 (2014) 295-301.

Singh, J., and Bargale, P.C., Mechanical expression of oil from linseed (Linum usitatissimum L.), J. Oilseeds. Research , 7(1990). 106-10

Sodipo, O.A., Akiniyi, J.A., and Ogunbano, U.S., Studies on certain characteristics of extracts of bark of Pausinystalia johimbe and Pausinystaliamacroceras (K.Schum) Pierre ex Beille, Global Journal of Pure and Applied and science , 6 (2000) 83.

Takruri, H.R.H., Dameh, M.A.F.,Study of the nutritional value of black cumin seeds (Nigella sativa L.), J.Sci.Food Agric, 76(1998) 404-410

Tchobanoglous, G., Theisen, H., Vigil Samuel, A., I tegrated Solid Waste Management, Engineering Principles and Management Issues; McGraw-Hill International Editions; Civil Engineering Services , (1993) 978.

Toparslan,C., A propos de *Nigella sativa L* ,thèse de doctorat, université de Lorraine, France, 2012.

Varastegani, B., Lubowa, M., Wann, TS., Yang, TA., and Easa, AM., Production of Nigella sativa beverage powder by drum drying using arabic gum as adjunct Ital. J. Food. Sci. 30 (2018) 583-601,

W.M.P., Waste Management plan. Doc No. UU00-A-00TL-000-0001(B). ISG. (2009).

Zuorro, A., Lavecchia, R., Medici, F., and Piga, L., Use of cell wall degrading enzymes for the production of high–quality functional products from tomato processing waste , Chemical Engneering Transactions , 38 (2014)355-360.

Annexe A1



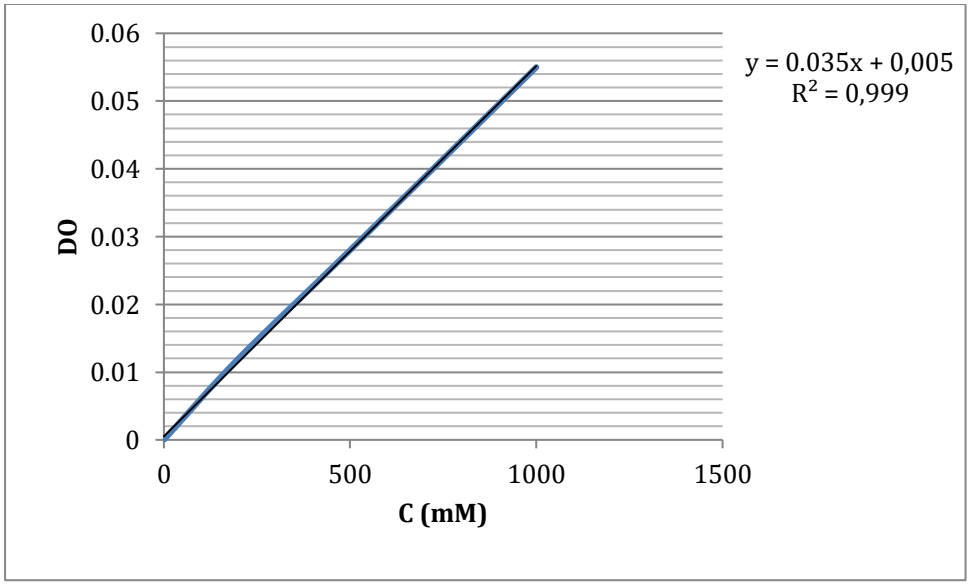
(A) Tamiseur, **(B)**Broyeur , **(C)**Balance, **(D)**Spectrophotomètre IR transformé de fourier**, (E)** Agitateur, **(F)**pH-mètre, **(G)**Balance , **(H,I)** Microscope électronique à balayage , **(J)**Photomètre Loviband, **(K)** spectrophotomètre UV-Visible **, (L)** Etuve .

Annexe A2

La biosorption est basée sur le potentiel de tout matériel biologique (biomolécules ou biomasse différente) à séquestrer les éléments traces métalliques et d'autres polluants à partir de solutions aqueuses.

Protocole

- Préparer la solution de sulfate de cuivre penta hydratée de concentration connue 12.5 mM et 2.7mM.
- Mettre en contact dans un erlenmeyer de capacité de 250 mL, sous agitation continue (150 tr/mn), à température ambiante et pH indiqués, une quantité précise de DHN avec un volume précis de la solution synthétique de cuivre ($CuSO_4$, $5H_2O$).
- Prélever des échantillons de volume de 5 ml chaque 30 minutes. - faite la centrifugation de chaque échantillon à 4000 tr/mn pendant 5mn.
- Ajouter à 5 ml de solution de Cu (II), 2.5 mL d'ammoniac 10 M.
- Laisser au repos pendant environ 5 min.
- Mesurer l'absorbance de la solution bleue correspondante formée à 610 nm en utilisant un spectrophotomètre UV –Vis (Turkman, 2019).



La courbe d'étalonnage de sulfate de cuivre CuSO4/5H2O.