



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 32845 B1** (51) Cl. internationale : **B01J 37/00; B01J 21/00; B01J 23/00**
- (43) Date de publication : **01.12.2011**

-
- (21) N° Dépôt : **32343**
- (22) Date de Dépôt : **12.11.2009**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE HASSAN II-MOHAMMEDIA, AVENUE HASSAN II MOHAMMEDIA (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **Saïd EL ANTRI ; R. SLIMANI ; R. MAMOUNI ; Y. RIADI ; A. OUASIF ; M. EL HADDAD ; N. SAFFAJ ; S. LAZAR**
- (74) Mandataire : **OUMAM Mina**

-
- (54) Titre : **L'OS: NOUVEAU SUPPORT CATALYTIQUE EN SYNTHÈSE ORGANIQUE HÉTÉROGÈNE SOLIDE-LIQUIDE**
- (57) Abrégé : LA PRÉSENTE INVENTION CONCERNE LA VALORISATION DES DÉCHETS OSSEUX COMME SUPPORT CATALYTIQUE EN SYNTHÈSE ORGANIQUE HÉTÉROGÈNE SOLIDE-LIQUIDE ET SON APPLICATION COMME NOUVEAU SUPPORT D'ADSORPTION SOLIDE POUR LE TRAITEMENT DES EAUX USÉES INDUSTRIELLES, EN L'OCCURRENCE CELLES RÉSULTANTS DES EAUX USÉES DE TEXTILE. L'APPLICATION À DES RÉACTIONS DE CONDENSATIONS TYPE KNOEVENGAL L'APPLICATION À DES RÉACTIONS D'ADDITION DE MICHAEL L'APPLICATION À L'ADSORPTION DU BLEU DE MÉTHYLÈNE LE TRAITEMENT THERMIQUE DU SUPPORT CATALYTIQUE LA RÉGÉNÉRATION DU SUPPORT CATALYTIQUE MOTS CLÉS: OS, CATALYSE HÉTÉROGÈNE SOLIDE-LIQUIDE, ADSORPTION, RÉGÉNÉRABLE, CONDENSATION KNOEVENAGEL, ADDITION DE MICHAEL, BLEU DE MÉTHYLÈNE.

U H 2 A

L'Os : Nouveau support catalytique en synthèse organique hétérogène solide-liquide et sa nouvelle application comme adsorbant des colorants de textiles.

Auteurs :

R. MAMOUNI, R. SLIMANI, Y. RIADI, A. OUASIF, M. EL HADDAD, N. SAFFAJ,
S. ELANTRI, S. LAZAR

Abrégé du contenu de l'invention

La présente invention concerne la valorisation des déchets osseux comme support catalytique en synthèse organique hétérogène solide-liquide et son application comme nouveau support d'adsorption solide pour le traitement des eaux usées industrielles, en l'occurrence celles résultants des eaux usées de textile.

L'application à des réactions de condensations type Knoevengal

L'application à des réactions d'addition de Michael

L'application à l'adsorption du bleu de méthylène

Le traitement thermique du support catalytique

La régénération du support catalytique

Mots clés : Os, Catalyse hétérogène solide-liquide, Adsorption, Régénérable, Condensation Knoevenagel, Addition de Michael, Bleu de méthylène.

Description de l'invention

01 DEC 2011
32845

Les déchets d'abattoirs (os, déchets de viande, corps gras...) proviennent à la fois des opérations d'abattage proprement dites et des activités annexes. Mal gérés, ces déchets peuvent avoir des impacts sanitaires ou environnementaux significatifs.

La valorisation des déchets des abattoirs est réalisable dans la plus part des cas par la voie agricole (épandage direct, amendement organique), par la voie énergétique (combustible ou chaleur) ou par des procédés de séchage.

Cependant, ce type de traitement ne garantit pas toujours un bilan positif car l'évacuation des résidus est une source importante. Une approche qui nous apparaît fondamentale et semble palier ces problèmes est la valorisation de ces déchets osseux en produits à valeur ajoutée.

Dans cette présente innovation, nous utilisons comme nouveau support catalytique solide en synthèse organique hétérogène solide-liquide. Et pour tester l'efficacité catalytique de notre catalyseur, on a choisi comme modèle réactionnel; la condensation Knoevenagel (Figure 1), l'addition de Michael (Figure 2).

Ce martial osseux est utilisé comme nouveau support d'adsorption solide pour le traitement des eaux usées, et nous avons évalué ses potentialités d'adsorption *vis-à-vis* du bleu de méthylène (BM) comme colorant (Figure 3).

L'os dépourvu de tous joints de viande et de graisse est lavé plusieurs fois avec de l'eau du robinet et laisser à l'air libre pendant plusieurs jours. Puis on les sèche à l'étuve à 80°C. Les os séchés et broyés en petites particules de tailles micro millimétrique jusqu'à 250 µm. Le matériau obtenu est calciné dans une gamme de température de 400 à 800°C pendant une durée variable qui peut atteindre jusqu'à 2 h. Ce matériau calciné est broyé et relavé encore une fois avec de l'eau puis séché à l'étuve d'une température allant de 60 à 80°C. Puis calciné dans un four à une vitesse de chauffage variable de 1 à 4°C/min à 400°C et maintenu à cette température pendant une durée allant de 2 h à 5 h.

La caractérisation de ce catalyseur osseuse a été faite par analyse chimique, diffraction des rayons X, spectrométrie infrarouge, détermination de la surface spécifique et microscopie électronique à balayage.

Le diffractogramme de notre catalyseur est représenté sur la Figure 4. Le dépouillement du spectre DRX de cet échantillon montre qu'il est constitué des raies caractéristiques de la structure apatitique. Seules les bandes de phosphate sont observées dans l'analyse du spectre infrarouge.

Vu l'importance de la texture dans la réactivité d'un catalyseur, nous avons étudié la structure de celui-ci par adsorption de l'azote à 77 K selon la méthode de BET "Brunauer, Emmet, Teller". La mesure de la surface spécifique de notre catalyseur par cette méthode donne une valeur égale à 85 m²/g.

Os comme support catalytique solide en synthèse organique hétérogène solide-liquide.

L'analyse des résultats des Figures 1, 2 de l'annexe 1 montre que notre support osseuse est un support catalytique solide à caractère basique efficace. Il arrive à catalyser la condensation de Knoevenagel et l'addition de Michael avec des bons rendements. Après chaque utilisation de notre support catalytique osseux, la régénération de celui-ci se fait par une simple calcination.

Os comme nouveau support d'adsorption solide

L'étude de l'adsorption du BM par ce nouveau matériau est réalisée dans un réacteur en mode discontinu (Batch) à température ambiante. De ce fait, une série de concentrations d'une solution de BM a été préparée : 25, 50, 100, et 200 mg/L. Les solutions sont préparées à l'aide d'une verrerie, trempée au préalable dans une solution diluée d'acide nitrique afin de minimiser l'adsorption du BM sur la paroi. Les tests d'adsorption sont réalisés par l'introduction d'une quantité de 1 g du matériau aux différentes solutions de BM. Les solutions préparées sont fermées d'une manière hermétique et agitées pendant 2 heures à une vitesse de 350 tr/min. Après chaque 10 min de contact, la suspension est filtrée. Les

concentrations du BM dans les surnageants sont mesurées par un spectrophotomètre UV-Visible à une longueur d'onde maximale de 665 nm.

L'analyse des résultats d'adsorption montre que notre matériau osseux est un bon adsorbant *vis-à-vis* de la solution du BM (Figure 3). Ce qui nous encourage d'utiliser ce matériau dans une future étude pour l'épuration d'autre rejet liquide.

Revendication

- 1- L'os, nouveau support catalytique en synthèse organique hétérogène solide-liquide.
- 2- Ce matériau osseux selon la revendication 1 est un nouveau support catalytique solide à caractère basique efficace.
- 3- Le traitement thermique de l'os selon la revendication 2 permet d'améliorer l'efficacité d'adsorption de notre support (catalytique et d'adsorption).
- 4- Ce matériau osseux comme support catalytique selon la revendication 3 est utilisable pour des réactions catalytiques dans le domaine pharmaceutique, cosmétique, parachimique et agroalimentaire.
- 5- Ce matériau osseux selon la revendication 4 est capable d'adsorber le bleu de méthylène avec des bons pourcentages d'adsorption.
- 6- Notre matériau osseux offre la possibilité de son utilisation comme support de décoloration des eaux usées de textile. Ce qui constitue la revendication 5.
- 7- Ce matériau osseux selon la revendication 6 possède la propriété être régénérable par une simple calcination.

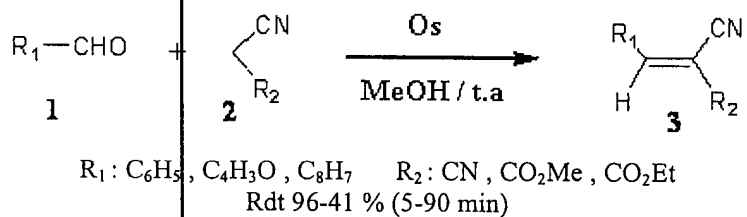


Figure 1. Condensation de Knoevenagel catalysée par l'Os.

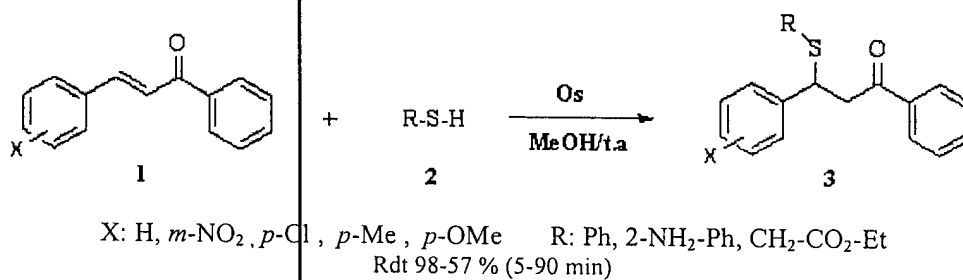


Figure 2. Addition de Michael catalysée par l'Os.

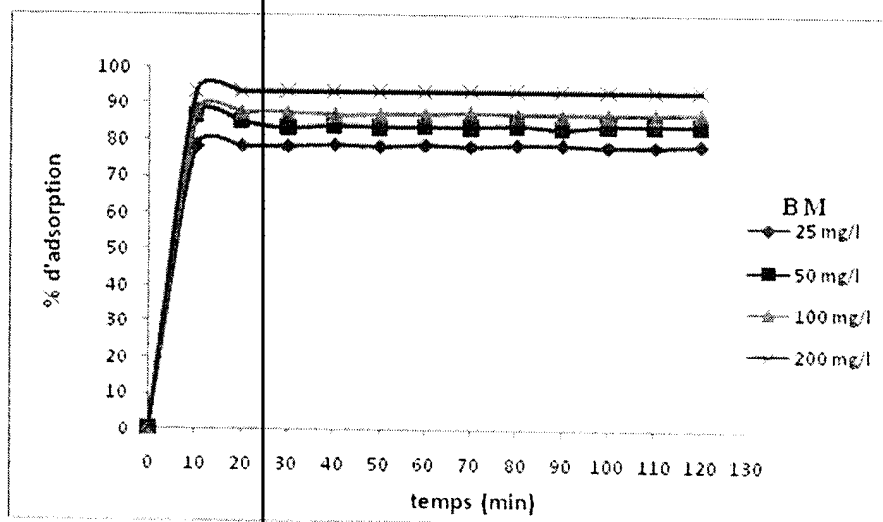


Figure 3. Pourcentage d'adsorption de BM par l'os,

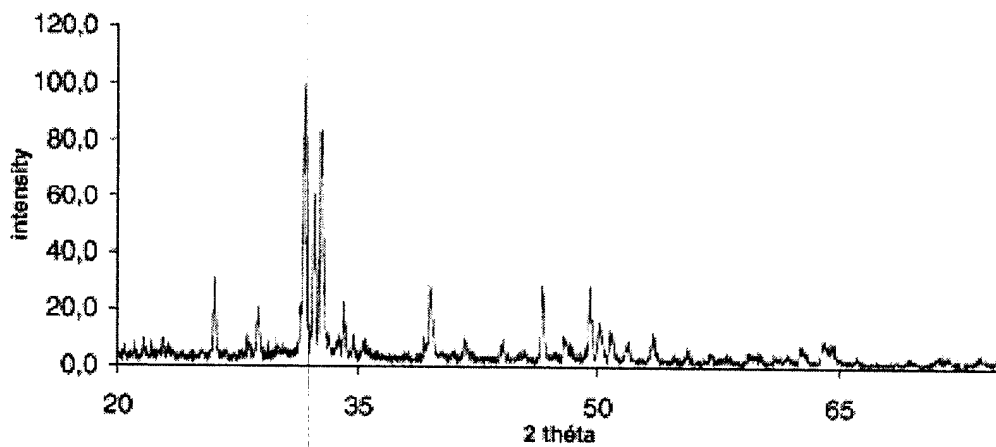


Figure 4. Diffraction des rayons X de l'Os.