



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 33622 B1** (51) Cl. internationale : **B01J 20/00; B01D 15/00**
- (43) Date de publication : **01.10.2012**

-
- (21) N° Dépôt : **33357**
- (22) Date de Dépôt : **12.11.2010**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE HASSAN II-MOHAMMEDIA, BP. 150, AVENUE HASSAN II MOHAMMEDIA (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **S.EL ANTRI ; R. SLIMANI ; Y.RIADI ; M. EL HADDAD ; T. FECHETALI ; S. LAZAR**
- (74) Mandataire : **LEMACHA HASSAN**

-
- (54) Titre : **Les patelles : Nouveau support catalytique en synthèse organique hétérogène solide-liquide et sa nouvelle application comme absorbant des colorants de textiles.**
- (57) Abrégé : LA PRÉSENTE INVENTION CONCERNE LA VALORISATION DES COQUILLES DE PATELLES 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 CLAISEN-SHMIDT L'APPLICATION À DES RÉACTIONS DE CONDENSATIONS DE CROSS-ALDOL L'APPLICATION À DES RÉACTIONS DE SYNTHÈSE DES A-AMINO-PHOSPHONATES L'APPLICATION À L'ADSORPTION DU JAUNE BASIQUE 28 LE TRAITEMENT THERMIQUE DU SUPPORT CATALYTIQUE LA RÉGÉNÉRATION DU SUPPORT CATALYTIQUE MOTS CLÉS : PATELLES, CATALYSE HÉTÉROGÈNE SOLIDE-LIQUIDE, ADSORPTION, RÉGÉNÉRABLE, CLAISEN-SHMIDT, RÉACTION CROSS-ALDOL, A-AMINO-PHOSPHONATES, JAUNE BASIQUE 28.

01 OCT 2012

Les patelles : Nouveau support catalytique en synthèse organique hétérogène solide-liquide et sa nouvelle application comme adsorbant des colorants de textiles

Auteurs :

Y. RIADI, R. SLIMANI, M. EL HADDAD, T. FECHTALI, S. EL ANTRI, S. LAZAR,

Abrégé du contenu de l'invention

La présente invention concerne la valorisation des coquilles de patelles 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 Claisen-Shmidt

L'application à des réactions de condensations Cross-aldol

L'application à des réactions de synthèse des α -amino-phosphonates

L'application à l'adsorption du Jaune Basique 28

Le traitement thermique du support catalytique

La régénération du support catalytique

Mots clés : patelles, Catalyse hétérogène solide-liquide, Adsorption, Régénérable, Claisen-Shmidt, réaction Cross-aldol, α -amino-phosphonates, Jaune Basique 28.

Description de l'invention

Les coquilles de patelles utilisées dans cette étude ont été recueillies à partir de la plage dans la grande ville de Casablanca.

La valorisation des patelles a été citée dans plusieurs études comme bioindicateur quantitatif de la contamination des côtes par les produits chimiques (pesticides et des métaux lourds)

Cependant, les coquilles des patelles n'ont été jamais valorisée ce qui nous apparaît fondamentale de la valorisation les coquilles des patelles en produits à valeur ajoutée.

Dans cette présente innovation, nous utilisons Les coquilles des patelles comme nouveau support d'adsorption solide pour le traitement des eaux usées, et nous avons évalué ses potentialités d'adsorption *vis-à-vis* du jaune basique 28 (JB 28) comme colorant (Figure 1). Tout fois on le valorise comme un nouveau support catalytique en synthèse organique. Et pour tester l'efficacité catalytique de notre catalyseur, on a choisi comme modèle réactionnel; la condensation Claisen–Shmidt (Figure 2) et réaction d'hydratation de nitriles (Figure 3).

Les coquilles des patelles dépourvu de tous joints des patelles sont lavées 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 105°C pendant une nuit. Les coquilles de patelles séchées sont broyées à petits grains, et calcinées à 900°C pendant 2 heures. Le résidu a été lavé avec de l'eau distillée plusieurs fois et après séché à 80°C pendant 24 heures. Le matériau obtenu a été finement broyé en différentes tailles de particules dans la gamme de 45-200 µm et relavé avec l'eau distillé 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 matériau de coquilles des patelles a été faite par analyse élémentaire chimique, diffraction des rayons X, et spectrométrie infrarouge.

Le diffractogramme de notre matériau est représenté sur la Figure 5. Le dépouillement du spectre DRX de cet échantillon montre qu'il est constitué des raies caractéristiques de calcite et portlandite, syn, ce que confirmé par la présence de leurs bandes caractéristiques observées dans l'analyse du spectre infrarouge (figure 6).

Les coquilles des patelles comme nouveau support d'adsorption solide

L'étude de l'adsorption de JB 28 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 JB 28 a été préparée : 10, 20, et 30 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 JB 28 sur la paroi. Les tests d'adsorption sont réalisés par l'introduction d'une quantité de 2 g du matériau aux différentes solutions de JB 28. Les solutions préparées sont fermées d'une manière hermétique et agitées pendant 6 heures à une vitesse de 300 tr/min. Après chaque 10 min de contact, la suspension est filtrée. Les concentrations du JB 28 dans les surnageants sont mesurées par un spectrophotomètre UV-Visible à une longueur d'onde maximale de 421 nm.

L'analyse des résultats d'adsorption montre que notre matériau est un bon adsorbant *vis-à-vis* de la solution du JB 28 (Figure 1). Ce qui nous encourage d'utiliser ce matériau dans une future étude pour l'épuration d'autre rejet liquide.

Les coquilles des patelles comme support catalytique solide en synthèse organique hétérogène solide-liquide.

L'analyse des résultats de figures (2, 3, 4), de l'annexe 1 montre que notre support est un support catalytique solide à caractère basique efficace. Il arrive à catalyser la condensation de Claisen–Schmidt (Figure 2), la condensation de Cross-aldol (Figure 3) et la synthèse des α -amino-phosphonates (Figure 4) avec des bons rendements. Après chaque utilisation de notre support catalytique, la régénération de celui-ci se fait par une simple calcination.

Revendications

1- Le procédé de préparation d'un matériau à base des coquilles de patelles, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- a- Lavage et séchage ;
- b- Broyage des coquilles en petites particules de tailles micro-millimétriques ;
- c- Calcination ;
- d- Broyage, Lavage et séchage ;
- e- Activation.
- f- Régénération après utilisation

2- Procédé de préparation d'un matériau à base des coquilles de patelles selon la revendication 1, caractérisé en ce que le calcination de l'étape b se fait dans une gamme de température de 400 à 800°C pendant une durée de 2 h

3- Procédé de préparation d'un matériau à base des coquilles de patelles selon la revendication 2, caractérisé en ce que le broyage, lavage et séchage de l'étape d se fait par mortier d'agate puis séparation mécanique par tamisage et lavage par l'eau distillée alors que le séchage se fait dans un étuve d'une température allant de 60 à 80°C.

4- Procédé de préparation d'un matériau à base des coquilles de patelles selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'activation de l'étape e se fait dans un four à une vitesse de chauffage variable de 2 à 4°C/min à 400°C et maintenu à cette température pendant une durée allant de 2 h à 5 h.

5- procédé de préparation d'un matériau à base des coquilles de patelles selon la revendication 1 caractérisé en ce que la régénération se fait par calcination.

6- utilisation d'un matériau à base de coquilles de patelles préparé à partir d'un procédé selon les revendications 1 à 5 comme support catalytique.

7- utilisation d'un matériau à base de coquilles de patelles préparé à partir d'un procédé selon les revendications 1 à 5 comme support d'adsorption.

8 - utilisation d'un matériau à base de coquilles de patelles selon la revendication 6 comme support catalytique solide à caractère basique des réactions catalytiques dans les domaines pharmaceutiques, cosmétiques, parachimiques et agroalimentaires.

9 - utilisation d'un matériau à base de coquilles de patelles selon la revendication 8 comme support catalytique solide à caractère basique dans les condensations de Claisen-Shmidt, condensations Cross-aldol et les réactions de synthèse des α -amino-phosphonates

10 - utilisation d'un matériau à base de coquilles de patelles selon la revendication 7 comme support de décoloration des eaux usées issues de l'industrie de textile.

11 - utilisation d'un matériau à base de coquilles de patelles selon la revendication 10 comme support d'adsorption solide pour adsorber le jaune Basique 28.

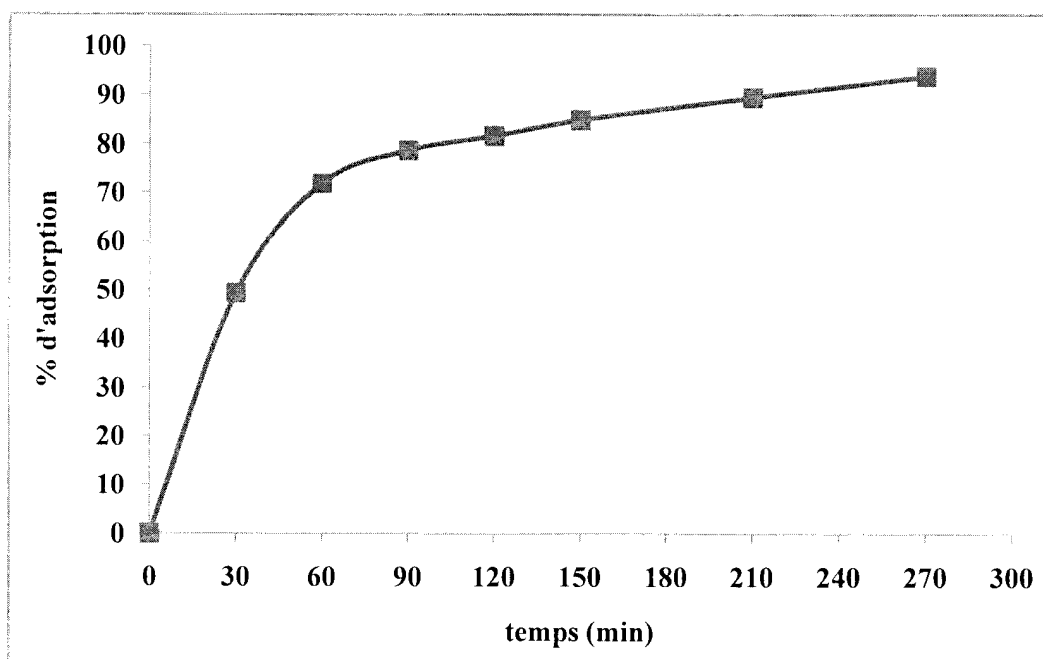
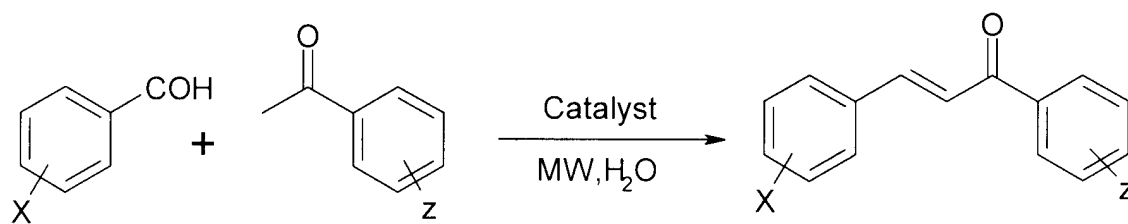


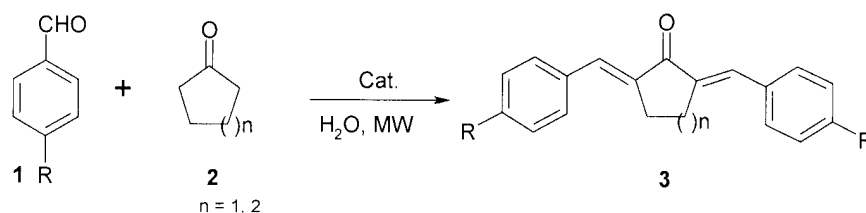
Figure 1. Pourcentage d'adsorption de JB 28 par Les coquillages des patelles ([JB28] = 28 mg/L W = 1g/L)



X= H, 3-NO₂, 4-Cl, 4-Me, 4-MeO
 Z= H, 3-NO₂, 4-Cl, 4-Me, 4-MeO

Rdt 98-89 % (1-3 h)

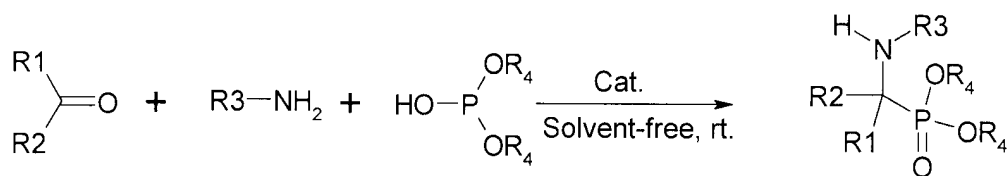
Figure 2. Condensation de Claisen–Schmidt catalysée par Les coquilles des patelles



R = H, CH₃, NO₂, OCH₃, Cl

Rdt 98-88 % (1-5 min)

Figure 3. Condensation de Cross-aldol catalysée par la farine des coquilles des patelles



R1=C₆H₆, p-OCH₃C₆H₆, p-ClC₆H₆, p-NO₂C₆H₆, C₆H₆CHCH, p-OHC₆H₆
 R2=H
 R3=C₆H₆
 R4=CH₃, CH₂CH₃

Rdt 90-73 % (10-15 h)

Figure 4. La synthèse des α-amino-phosphonates catalysée par la farine des coquilles des patelles

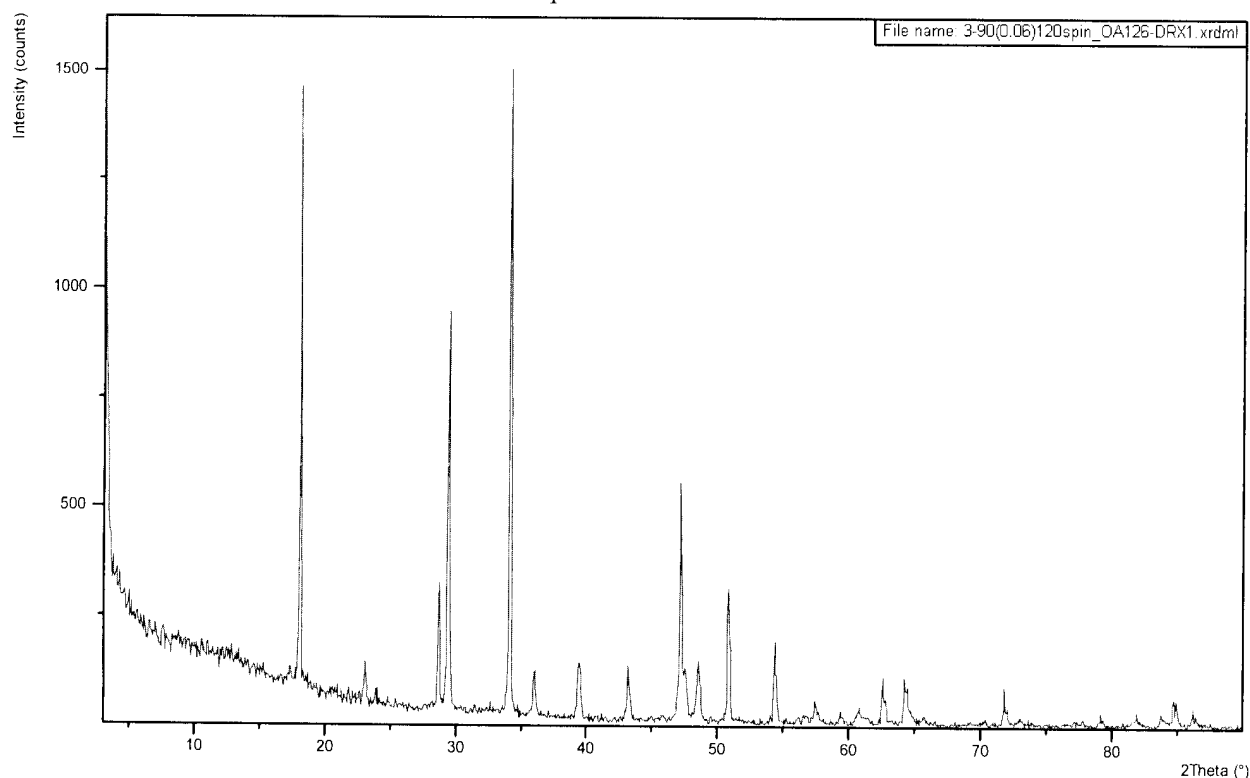


Figure 5. Diffraction des rayons X des coquilles des patelles

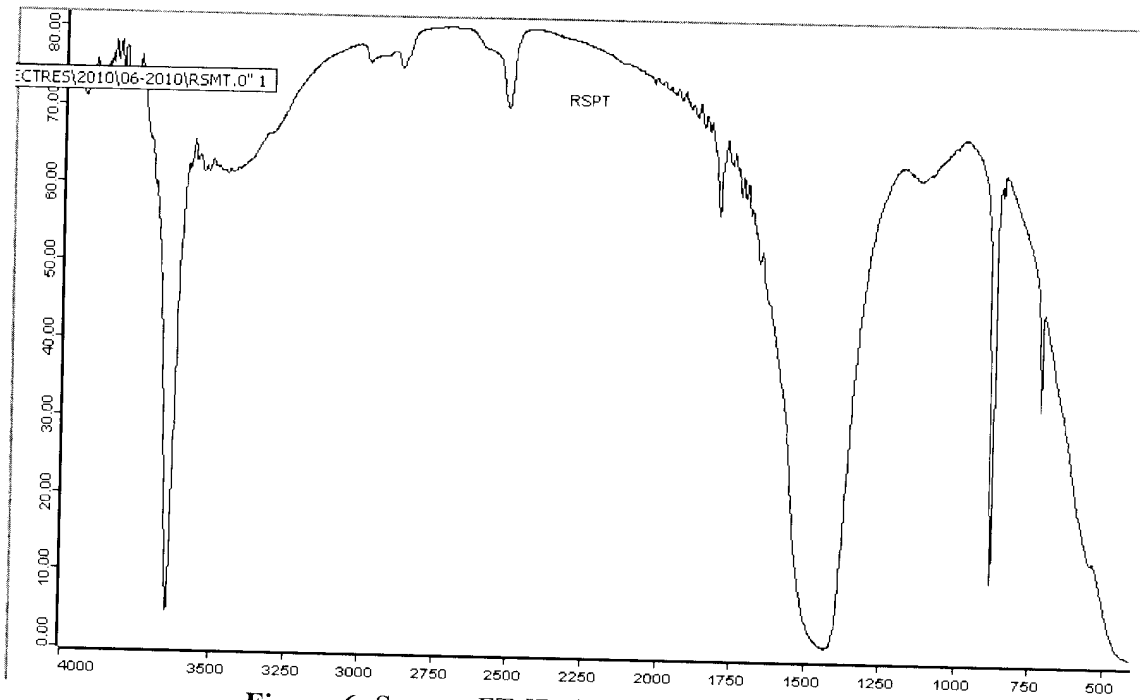


Figure 6: Spectre FT-ID des coquilles des patelles