



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 33623 B1** (51) Cl. internationale : **B01J 20/00; C02F 1/28; B01D 15/00**
- (43) Date de publication : **01.10.2012**

- 
- (21) N° Dépôt : **33358**
- (22) Date de Dépôt : **12.11.2010**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE HASSAN II-MOHAMMEDIA, AVENUE HASSAN II BP 150 MOHAMMEDIA (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **Said EL ANTRI ; S.LAZAR ; Y.RIADI ; R.SLIMANI ; M.EL HADDAD ; A.HMYENE**
- (74) Mandataire : **LEMACHA HASSAN**

- 
- (54) Titre : **les coquillages des moules: Nouveau support d'adsorption solide pour décoloration des rejets d'industrie de textile et sa nouvelle application comme catalyseur en synthèse organique hétérogène solide-liquide.**
- (57) Abrégé : LA PRÉSENTE INVENTION CONCERNE LA VALORISATION DES COQUILLAGES DES MOULES COMME SUPPORT SOLIDE D'ADSORPTION POUR LE TRAITEMENT DES EAUX USÉES INDUSTRIELLES, EN L'OCCURRENCE CELLES RÉSULTANTS DES EAUX USÉES DE TEXTILE. TOUTE FOIS EN ÉLARGISSONS LA VALORISATION PAR SON UTILISATION COMME NOUVEAU SUPPORT CATALYTIQUE EN SYNTHÈSE ORGANIQUE, D'OÙ NOTRE MATÉRIAU PEUT AVOIR PLUSIEURS TYPES D'APPLICATION : L'APPLICATION À L'ADSORPTION DU JAUNE BASIQUE 28 L'APPLICATION À DES RÉACTIONS DE CONDENSATIONS CLAISEN-SHMIDT ET ADDITIONS TYPE AZA-MICHAEL. LE TRAITEMENT THERMIQUE DU SUPPORT (D'ADSORPTION/CATALYTIQUE) MOTS CLÉS : COQUILLAGES DES MOULES, ADSORPTION SOLIDE-LIQUIDE, CATALYSE HÉTÉROGÈNE, TRAITEMENT THERMIQUE, RÉGÉNÉRABLE.

01 OCT 2012

Les coquillages des moules: Nouveau support d'adsorption solide pour la décoloration des rejets d'industrie de textile et son nouveau application comme catalyseur en synthèse organique hétérogène solide-liquide.

Auteurs :

Y. RIADI, R. SLIMANI, S. LAZAR, M. EL HADDAD, A. HMYENE, S. EL ANTRI,

### Abrégé du contenu de l'invention

La présente invention concerne la valorisation des coquillages des moules comme support solide d'adsorption pour le traitement des eaux usées industrielles, en l'occurrence celles résultants des eaux usées de textile. Toute fois en élargissons la valorisation par son utilisation comme nouveau support catalytique en synthèse organique, d'où notre matériau peut avoir plusieurs types d'application :

L'application à l'adsorption du jaune basique 28

L'application à des réactions de condensations Claisen–Schmidt et additions type aza-Michael.

Le traitement thermique du support (d'adsorption/catalytique)

La régénération du support (d'adsorption/catalytique)

Mots clés : Coquillages des moules, Adsorption solide-liquide, Catalyse hétérogène, traitement thermique, Régénérable.

## Description de l'invention

Les coquilles des moules utilisés dans cette étude ont été recueillies à partir de la plage dans la grande ville de Casablanca.

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

Cependant, Les coquilles des moules n'ont été jamais valorisées ce qui nous apparaît fondamentale de la valorisation des coquilles des moules en produits à valeur ajoutée.

Dans cette présente innovation, nous utilisons Les coquilles des moules 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 réactif 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–Schmidt (Figure 2) et additions type aza-Michael (Figure 3).

Les coquilles des moules dépourvu de tous joints du moules est lavé plusieurs fois avec de l'eau du robinet et laissé à l'air libre pendant plusieurs jours. Puis on les sèche à l'étuve à 105°C pendant une nuit. Les coquilles de moules séchées sont broyées à petits grains, et calciné à 900°C pendant 2 heures. Le résidu a été lavé avec de l'eau distillée plusieurs fois et après séchée 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 moules a été faite par analyse élémentaire chimique, diffraction des rayons X, et spectrométrie infrarouge.

Le diffractogramme de notre matériau est représenté sur la Figure 3. 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 4).

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

L'analyse des résultats de Figures (2, 3), 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 et l'addition d'Aza-Michael 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 des moules, 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 des moules selon la revendication 1, caractérisé en ce que la 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 des moules 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 des moules 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 des moules selon la revendication 1 caractérisé en ce que la régénération se fait par calcination.

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

7- utilisation d'un matériau à base de coquilles des moules 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 des moules 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 des moules selon la revendication 8 comme support catalytique solide à caractère basique dans la condensation de Claisen–Schmidt et l'addition d'Aza-Michael.

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

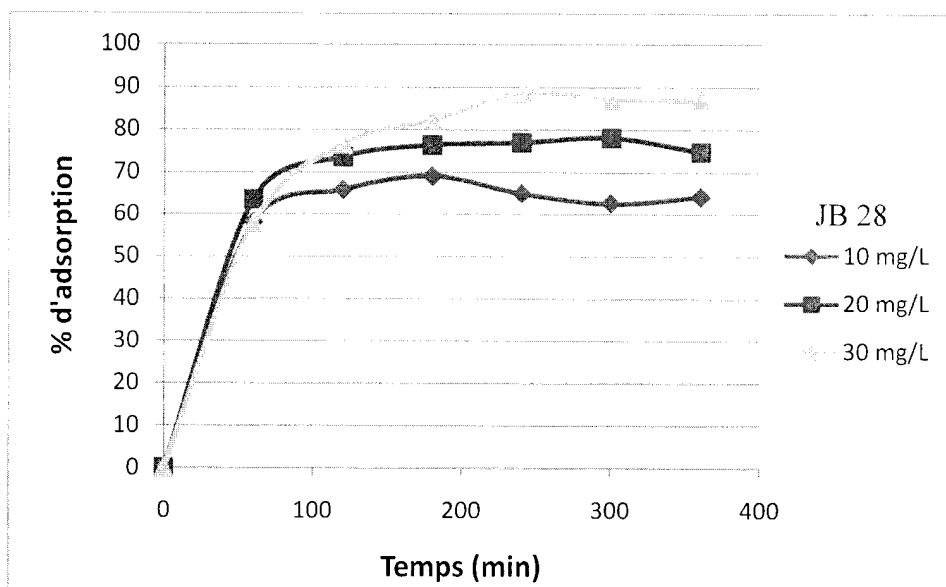
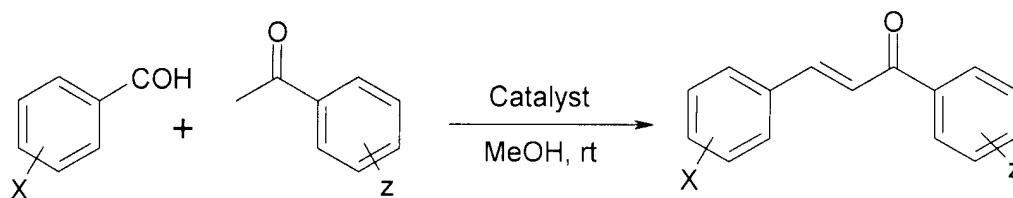


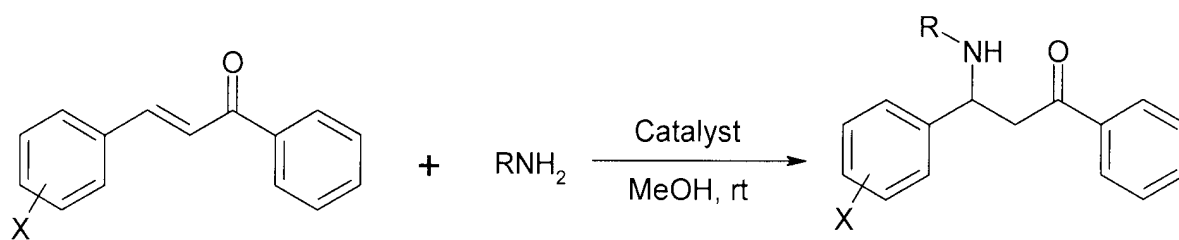
Figure 1. Pourcentage d'adsorption de JB 28 par Les coquilles des moules,



X= H, 3-NO<sub>2</sub>, 4-Cl, 4-Me, 4-MeO  
 Z= H, 3-NO<sub>2</sub>, 4-Cl, 4-Me, 4-MeO

Rdt 98-89 % (3-12 h)

Figure 3. Condensation de Claisen–Schmidt catalysée par Les coquilles des moules.



X= H, 3-NO<sub>2</sub>, 4-Cl, 4-Me, 4-MeO

R= Ph, Ph-CH<sub>2</sub>

Rdt 98-89 % (1-24 h)

Figure 4. Addition d'Aza-Michael catalysée par Les coquilles des moules.

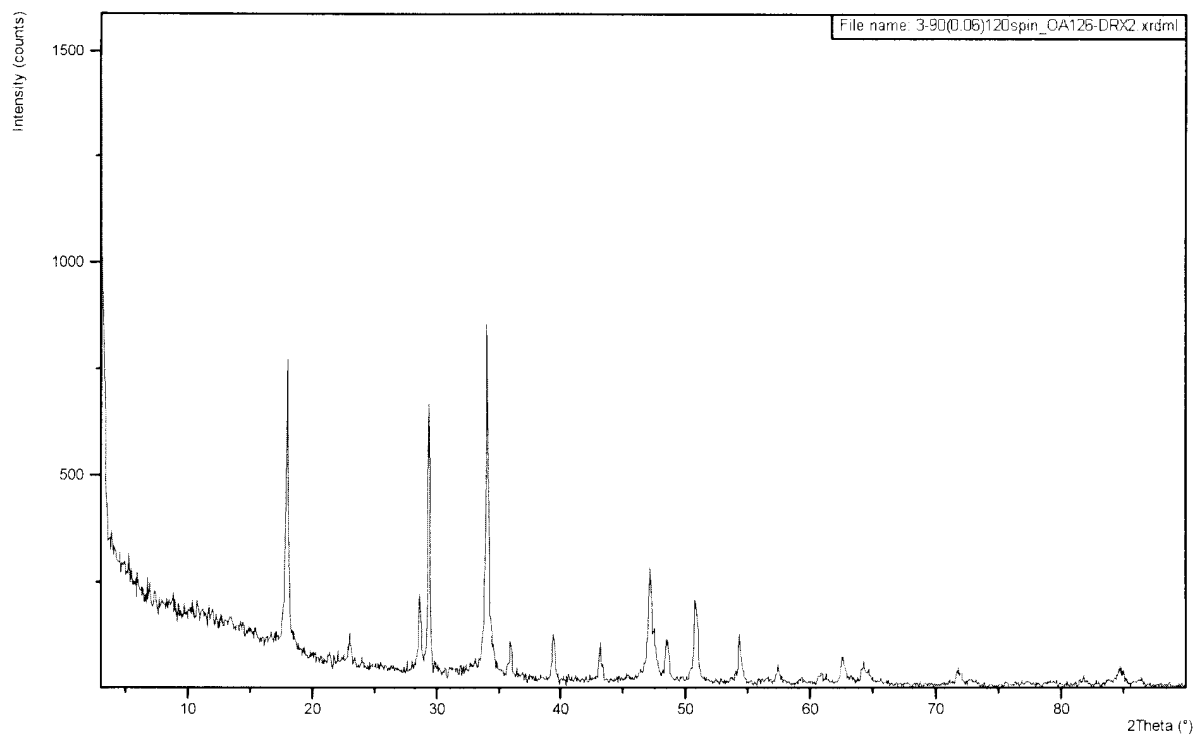


Figure 3. Diffraction des rayons X de Les coquilles des moules.

UATRS - CNRST

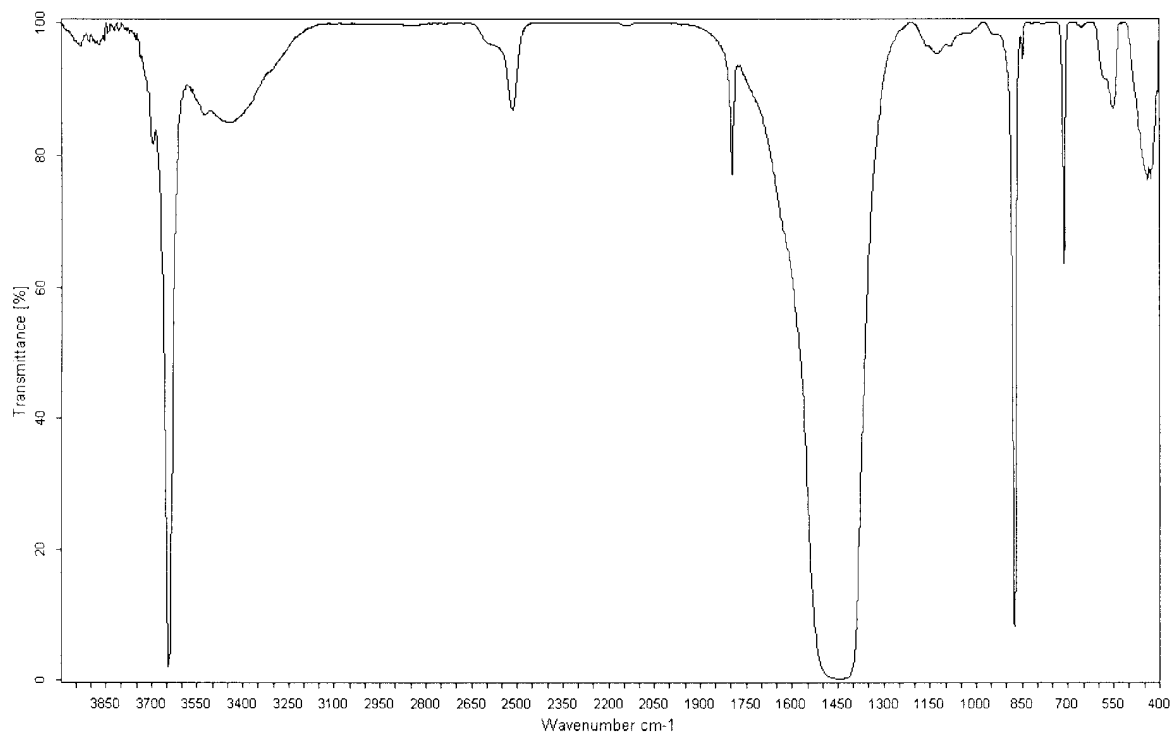


Figure 4: Spectre FT-ID des coquilles des moules