



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 33624 B1** (51) Cl. internationale : **C02F 1/28; B01J 20/00**
- (43) Date de publication : **01.10.2012**

-
- (21) N° Dépôt : **33359**
- (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 ; Y.RIADI ; R. SLIMANI ; R.MAMOUNI ; M.EL HADDAD ; S. LAZAR**

-
- (54) Titre : **la farine des coquilles d'oeuf: Nouveau support catalytique en synthèse organique hétérogène et sa nouvelle application comme adsorbant des colorants des textiles**
- (57) Abrégé : LA PRÉSENTE INVENTION CONCERNE LA VALORISATION DES DÉCHETS DE CUISINE DES COQUILLES D'OEUFES 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 CROSS-ALDOL L'APPLICATION À DES RÉACTIONS D'ADDITION DE MICHAEL L'APPLICATION À L'ADSORPTION DU JAUNE RÉACTIF 125 LE TRAITEMENT THERMIQUE DU SUPPORT (CATALYTIQUE / ADSORBANT) LA RÉGÉNÉRATION DU SUPPORT (CATALYTIQUE/ADSORBANT) MOTS CLÉS : COQUILLES D'OEUFES, CATALYSE HÉTÉROGÈNE, ADSORBANT SOLIDE, RÉGÉNÉRABLE, CONDENSATION CROSS-ALDOL, ADDITION DE MICHAEL, JAUNE RÉACTIF 125.

01 OCT 2012

La farine des coquilles d'œuf : Nouveau support d'adsorption solide pour le traitement des eaux usées et sa nouvelle application comme support catalytique en synthèse organique hétérogène

Auteurs :

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

Abrégé du contenu de l'invention

La présente invention concerne la valorisation des déchets de cuisine des coquilles d'œufs 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 Cross-aldol

L'application à des réactions d'addition de Michael

L'application à l'adsorption du jaune réactif 125

Le traitement thermique du support (Catalytique / Adsorbant)

La régénération du support (Catalytique/Adsorbant)

Mots clés : Coquilles d'œufs, Catalyse hétérogène, Adsorbant solide, Régénérable, Condensation Cross-aldol, Addition de Michael, jaune réactif 125.

Description de l'invention

Dans cette présente innovation, nous utilisons la farine des coquilles d'œuf 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 Cross-aldol (Figure 1) et l'addition de Michael (Figure 2).

Ce martial 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 jaune réactif 125 (JR 125) comme colorant (Figure 3).

Les coquilles d'œufs 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 80°C. Les coquilles 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. Par la suite le matériau séché est 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 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.

Coquilles d'œufs 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 est un support catalytique solide à caractère basique efficace. Il arrive à catalyser la condensation de Cross-aldol et l'addition de Michael avec des bons rendements. Après chaque utilisation de notre support catalytique, la régénération de celui-ci se fait par une simple calcination.

La farine des coquilles d'œufs comme nouveau support d'adsorption solide

L'étude de l'adsorption du JR 125 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 JR 125 a été préparée : 10, 20, 30, et 40 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 JR 125 sur la paroi. Les tests d'adsorption sont réalisés par l'introduction d'une quantité de 1 g du matériau aux différentes solutions de JR 125. 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 JR 125 dans les surnageants sont mesurées par un spectrophotomètre UV-Visible à une longueur d'onde maximale de 417 nm.

L'analyse des résultats d'adsorption montre que notre matériau est un bon adsorbant *vis-à-vis* de la solution du JR 125 (Figure 3). Ce qui nous encourage d'utiliser ce matériau dans une future étude pour l'épuration d'autre rejet liquide.

Revendications

1- Le procédé de préparation d'un matériau à base des coquilles d'œuf, 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 d'œuf 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 d'œuf 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 d'œuf 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 à 5 h.

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

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

7- utilisation d'un matériau à base de coquilles d'œuf 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 d'œuf 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 d'œuf selon la revendication 8 comme support catalytique solide à caractère basique dans la condensation de Cross-aldol et l'addition de Michael.

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

11 - utilisation d'un matériau à base de coquilles d'œuf selon la revendication 10 comme support d'adsorption solide pour adsorber le jaune réactif 125.

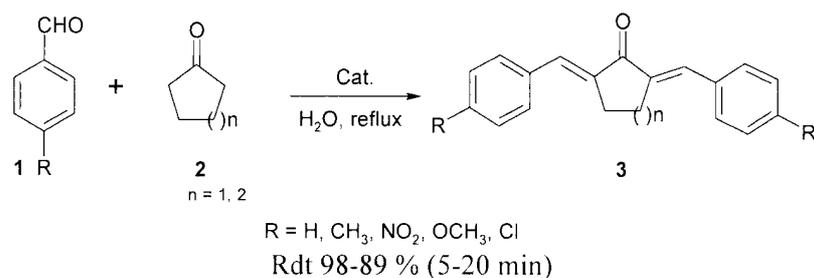


Figure 1. Condensation de Cross-aldol catalysée par la farine des coquilles d’œufs.

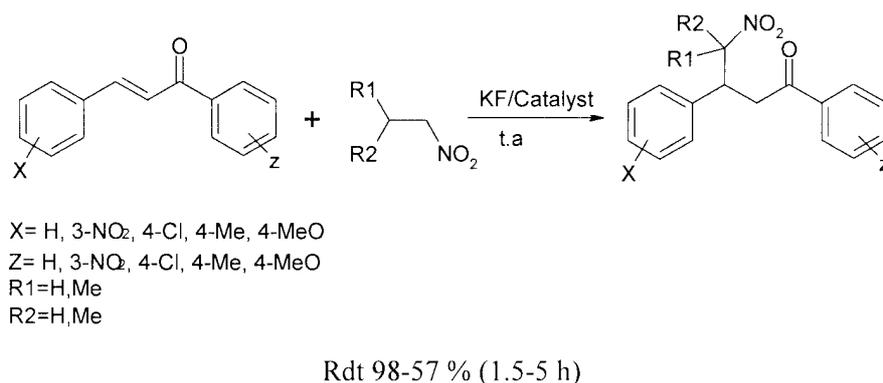


Figure 2. Addition de Michael catalysée par la farine des coquilles d’œufs.

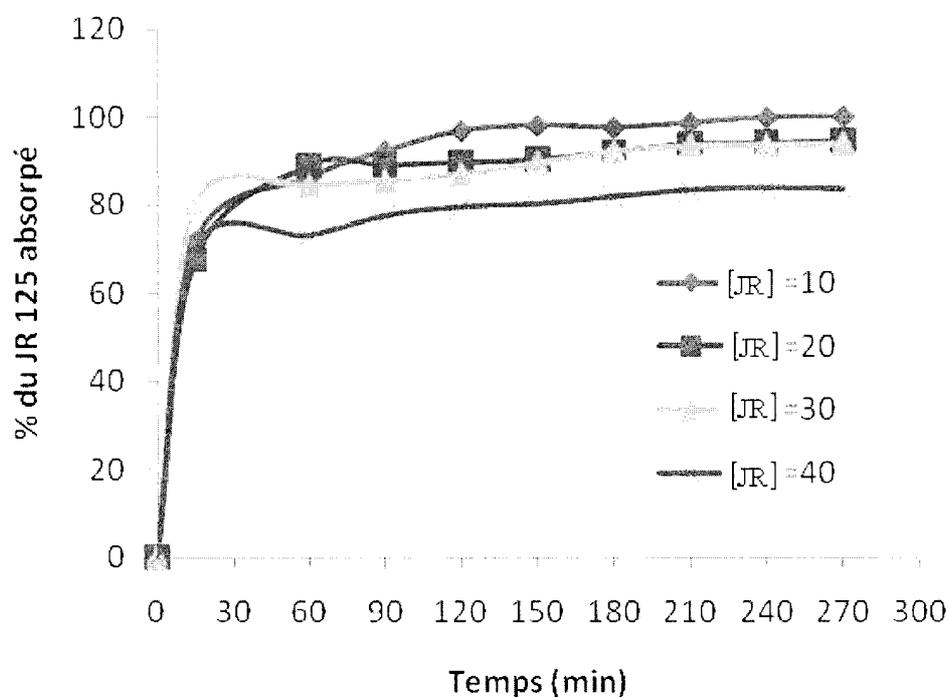


Figure 3. Pourcentage d’adsorption de JR 125 par La farine des coquilles d’œuf.

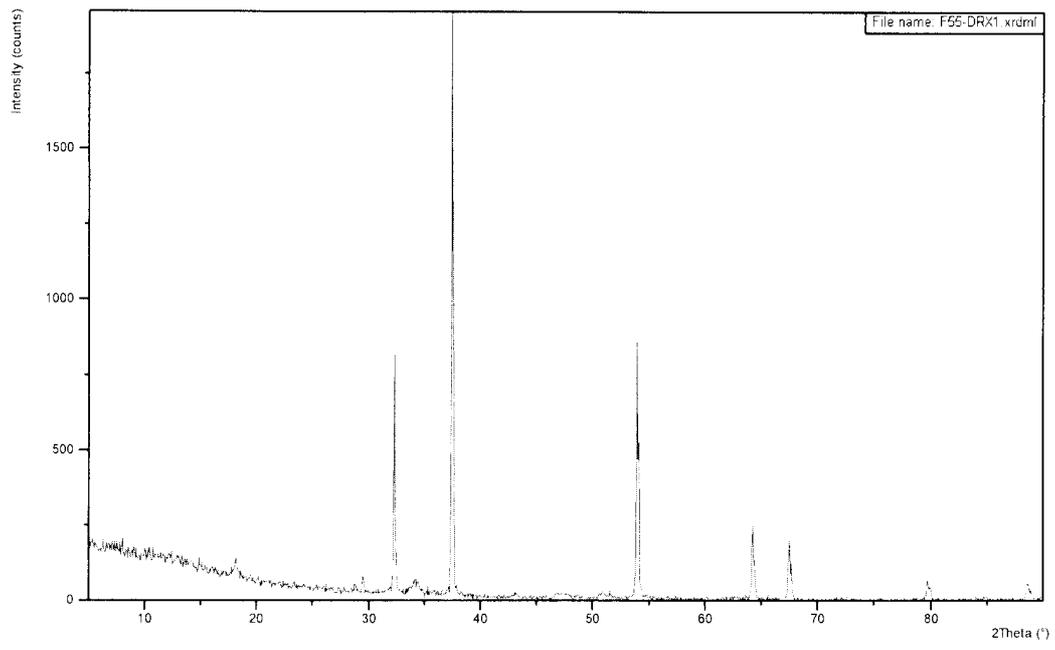


Figure 4. Diffraction des rayons X de la farine des coquilles d'œufs.