

الجمعية الكيميائية التونسية

SOCIETE CHIMIQUE DE TUNISIE

JNG15

Quinzièmes Journées Nationales de Chimie



21 - 24 Décembre 2008 Hôtel Karthago - Yasmine Hammamet

Résumés des Conférences et des Communications Liste des Participants



avec le concours du

15^{èmes} Journées Nationales de Chimie

JNC 15

Organisées par la

Société Chimique de Tunisie



21 – 24 Décembre 2008

Hôtel Karthago - Yasmine Hammamet

Résumés des Conférences et des Communications Liste des Participants

BIENVENUE AUX JOURNEES NATIONALES DE CHIMIE JNC15

Les Journées Nationales de Chimie constituent le plus grand rassemblement de la communauté des chimistes Tunisiens. La quinzième édition "JNC15" vient couronner le bilan des activités de notre société savante durant ces deux dernières années. Le hasard a fait que cette rencontre des chimistes de tout âge coïncide avec deux événements importants, tout d'abord le cinquantième anniversaire de l'Université Tunisienne et aussi le trentième anniversaire de notre Association. Si le rayonnement des conférenciers constitue le point d'appel au respect de notre production scientifique, l'honneur que nous fait le professeur Yves Chauvin, prix Nobel de chimie en 2005, constitue un véritable salut aux quelques centaines de jeunes chercheurs qui viennent communiquer leur récents travaux de recherche, ainsi qu'à nos hotes venus du Maroc, d'Algérie, de Libye, de France et des Etats-Unis d'Amérique.

Le programme des JNC 15 comportera des conférences plénières, initiées par celle du Nobel 2005 où l'accent sera mis sur les aptitudes du chimiste créatif dans le développement du savoir et l'expansion de l'industrie. Sans se faire trop de soucis quant à la place de cette science expérimentale dans notre vie et dans le monde qui nous entoure, la chimie verte sera à son tour présente dans ces conférences en vertu de son but primaire consistant à concevoir des produits et des procédés chimiques permettant de réduire ou d'arrêter l'utilisation et la synthèse de substances dangereuses.

Sans le concours de certains volontaires et le soutien logistique et matériel de quelques organismes et institutions universitaires, ces journées n'auraient pas pu avoir lieu. Nous citons en particulier le Ministère de l'Enseignement Supérieur, de la Recherche Scientifique et de la Technologie ; les Universités de Tunis El Manar, de Monastir et de Sfax.

Nous souhaitons la bienvenue à Monsieur le Ministre de l'Enseignement Supérieur, de la Recherche Scientifique et de la Technologie qui a bien voulu accepter de présider la séance d'ouverture de ces Journées, ainsi qu'à nos hôtes et à l'ensemble des participants Tunisiens dont la présence massive témoigne de leur conviction et de leur attachement à la SCT.

Pour le comité d'organisation

H. AMRI Président de la SCT

COMITE D'ORGANISATION

Hassen AMRI Faculté des Sciences de Tunis
Med Mouldi ABDELKAFI Faculté des Sciences de Tunis
Taoufik TURKI Faculté des Sciences de Tunis

Med Moncef CHAABOUNI Ecole Supérieure des industries Alimentaires de Tunis

Adel MEGRICHE Faculté des Sciences de Tunis

Mémia BENNA ZAYANI Faculté des Sciences de Bizerte

Youssef LOUIZI Groupe Chimique Tunisien - Sfax

Amor HADDAD Institut Supérieur des Sciences Appliquées et de Technologie de Mahdia

Béchir BEN HASSINE Faculté des Sciences de Monastir

Samir DJEMAL Institut Preparatoire aux Etudes d'Ingénieurs - Sfax

Béchir CHAOUACHI Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès

Ridha BEN SALEM
Faculté des Sciences de Sfax
Hatem BEN ROMDHANE
Faculté des Sciences de Tunis
Halim HAMMI
Pôle Technologique de Borj Cedria
Hatem MAJDOUB
Faculté des Sciences de Monastir
Mehrez ROMDHANE
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès

COMITE SCIENTIFIQUE

Hassen AMRI Faculté des Sciences de Tunis

Med Moncef CHAABOUNI Ecole Supérieure des industries Alimentaires de Tunis

Béchir BEN HASSINE Faculté des Sciences de Monastir

Amor HADDAD Institut Supérieur des Sciences Appliquées et de Technologie de Mahdia

Mohamed JEMAL Faculté des Sciences de Tunis

Samir DJEMAL Institut Preparatoire aux Etudes d'Ingénieurs - Sfax

Med El Baker RAMMAH Faculté des Sciences de Monastir Ridha BEN SALEM Faculté des Sciences de Sfax

Ridha ABDELHADI Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax Mohamed RZAYGUI Faculté des Sciences de Bizerte

Programme des JNC 15



		Dimanche 21 Décembre 2008					
8.30 – 9.30				Accueil			
9.30 – 10.00		Ouverture de	s Quinzième	s Journées Nationa	les de Chim	ie	
10.00 – 10.30			P	ause Café			
10.30 – 12.00		Intervention du Pro	ofesseur Yv	es Chauvin, Prix No	bel de Chim	ie 2005	
12.00 – 12.45	Conférence Plénière 1 Pierre H. Dixneuf Université de Rennes La Catalyse de Métathèse des Alcènes : une Clef pour Ressources Renouvelables						
13.00	Déjeuner						
Communications Orales – Première Session							
Heure	Salle Carthage Salle Utique Salle Dougga			lle Dougga			
neure	Comm.	Nom	Comm.	Nom	Comm.	Nom	
14.30 – 14.50	CO-01	A. Khlifi	CO-33	G. Tiama Ballet	CO-65	M. Srasra	
14.50 – 15.10	CO-02	R. Medimagh	CO-34	S. Fatnassi	CO-66	K. Nahdi	
15.10 – 15.30	CO-03	A. Arfaoui	CO-35	M. Mhamdi	CO-67	K. Hriz	
15.30 – 15.50	CO-04	A. Ben Esseghaier	CO-36	K. Trabelsi	CO-68	I. Hammas	
16.00 – 17.20		Pause Café	+ Première	Séance Poster (de l	P-01 à P-66)		
17.20 – 17.40	CO-05	H. Feki	CO-37	A. Mnif	CO-69	E. Ben Zarkouna	
17.40 – 18.00	CO-06	R. El Abed	CO-38	S. Trabelsi	CO-70	S. Attia Essaies	
18.00 – 18.20	CO-07	H. Ghouila	CO-39	CO-39 A. Touati CO-71 W. Harhouri			
18.20 – 18.40	CO-08	C. Youssef	CO-40	L. Bouziane	CO-72	Z. Bengharez	
19.30				Dîner			

		Lundi 22 Décembre 2008				
9.00 – 10.00	Conférence Plénière 2 Dr. Hassimi Traore: University of Wisconsin-Whitewater (USA) Expansion Beyond the Laboratory: Development of a sustainable green chemistry program at University of Wisconsin-Whitewater.					
10.00 – 10.45			P	ause Café		
Communication	ons Orales –	Deuxième Session				
Heure	Sal	le Carthage	Sa	alle Utique	Sa	lle Dougga
neure	Comm.	Nom	Comm.	Nom	Comm.	Nom
10.45 – 11.05	CO-09	B. Ould Elemine	CO-41	M. Zaied	CO-73	T. Turki
11.05– 11.25	CO-10	S. Nacef	CO-42	CO-42 I. Marzouk		M. Ferhi
11.25 – 11.45	CO-11	A. Essersi	CO-43	R. Hamdi	CO-75	R. Zinoubi
11.45 – 12.05	CO-12	S. Khamri CO-44 N. Hmani CO-76 B. Belgacer				B. Belgacem
13.00			ı	Déjeuner		
Communication	ons Orales –	Troisième Session				
Heure	Sal	le Carthage	Sa	alle Utique	Sa	lle Dougga
rieure	Comm.	Nom	Comm.	Nom	Comm.	Nom
14.30 – 14.50	CO-13	H. Zrida	CO-45	M. Fakhfekh	CO-77	A. Mansour
14.50 – 15.10	CO-14	M. Bennis	CO-46	D. Jellouli Ennigrou	CO-78	A. Amami
15.10 – 15.30	CO-15	S. Hammami	CO-47	C. Hannachi	CO-79	S. Salmaoui
15.30 – 15.50	CO-16	A. Nefzi	CO-48	F. Boujelbane	CO-80	K. Ben Kamel
16.00 – 17.20		Pause Café +	- Deuxième	Séance Poster (de l	P-67 à P-132)
17.20 – 17.40	CO-17	F. Aloui	CO-49	B. Dbira	CO-81	N. Gmati
17.40 – 18.00	CO-18	I. Gara	CO-50	M. Abidi	CO-82	R. Fezei
18.00 – 18.20	CO-19	A. Bahy	CO-51	N. Kamoun	CO-83	S. Meddeb Limem
18.20 – 18.40	CO-20	L. Aribi Zouioueche	CO-52	O. Hamdaoui	CO-84	I. Ben Taazayet
19.30				Dîner		

	Mardi 23 Décembre 2008					
9.00 – 10.00	Conférence Plénière 3 Abdelhamid Sayari University of Ottawa, Canada Pore-expanded mesoporous silica for catalysis and separation					
10.00 – 10.45			Р	ause Café		
Communication	ons Orales –	Quatrième Session				
Heure	Salle Carthage Salle Utique Salle Dougga					
neure	Comm.	Nom	Comm.	Nom	Comm.	Nom
10.45 – 11.05	CO-21	S. Eltaief	CO-53	F. Hajbi	CO-85	K. Djebali
11.05– 11.25	CO-22	A. Tekaya Karoui	CO-54	S. Dridi Dhaouadi	CO-86	W. Mejri
11.25 – 11.45	CO-23	D. Oubira	CO-55	S. Guedidi	CO-87	H. Gmati
11.45 – 12.05	CO-24 S. Moussa CO-56 S. Bouabdallah CO-88 I. Ghorbel Abid					
13.00	Déjeuner					
Communicatio	ns Orales –	Cinquième Session				
Haura	Sal	le Carthage	Sa	alle Utique	Sa	lle Dougga
Heure	Comm.	Nom	Comm.	Nom	Comm.	Nom
14.30 – 14.50	CO-25	M. Ould M'hamed	CO-57	A. Attour	CO-89	K. Haouemi
14.50 – 15.10	CO-26	A.H. Hajri	CO-58	B. Trifi	CO-90	D. Zaouali Zgolli
15.10 – 15.30	CO-27	N. Tka	CO-59	A. Zaghbani	CO-91	S. Behij
15.30 – 15.50	CO-28	N. Jegham	CO-60	D. Khatmi	CO-92	M. Driss
16.00 – 17.20		Pause Café +	Troisième S	Séance Poster (de P	-133 à P-199	9)
17.20 – 17.40	CO-29	I. Hassen	CO-61	K. Tissaoui	CO-93	S. Khlifi
17.40 – 18.00	CO-30	H. Reguez	CO-62	H. Dhaouadi	CO-94	N. Najai Labidi
18.00 – 18.20	CO-31	H. Gorgi	CO-63	M. Mouzali	CO-95	M. Jemmali
18.20 – 18.40	CO-32	A. Hajri	CO-64	L. Bahloul	CO-96	S. Ben Ahmed
18.40 – 19.00	CO-97	N. Belhaj Mbarek Elmkacher	CO-98	M. Benbouzid	CO-99	S. Hafsi

20.30	Dîner Gala
-------	------------

	Mercredi 24 Décembre 2008
9.00	Assemblée Générale Ordinaire et Election des membres du nouveau Bureau National de la SCT
13.00	Déjeuner
14.30	Départ de l'Hôtel

Résumés des Conférences



La Catalyse de Métathèse des Alcènes : une Clef pour Ressources Renouvelables.

Pierre H. Dixneuf

Laboratoire 'catalyse et organométalliques', Institut Sciences chimiques de Rennes, UMR 6226 CNRS-Université de Rennes, Campus de Beaulieu, 35042 Rennes, France.

pierre.dixneuf@univ-rennes1.fr

La métathèse des oléfines vient de révolutionner non seulement les méthodes de synthèse de molécules complexes, mais aussi l'accès aux matériaux moléculaires, aux cosmétiques, aux molécules-clefs de la pharmacie et la science des polymères. Elle est devenue un outil catalytique puissant pour la transformations de produits du pétrole en produits à haute valeur ajoutée.

Elle a aussi le potentiel de transformation, en intermédiaires utiles pour l'industrie chimique, de produits insaturés d'origine végétale, matières premières renouvelables,

Quelques exemples de transformations catalytiques de dérivés insaturés d'huiles végétales peuvent être illustrés par la cross-métathèse d'esters et d'acides gras. Elle peut conduire à la synthèse, par des voies nouvelles de la chimie verte, d'intermédiaires industriels et de monomères précurseurs connus de polymères industriels.

- c'est l'exemple de l'éthénolyse de l'oléate de méthyle en oléfines terminales dans des liquides ioniques

-c'est aussi l'exemple de la cross-métathèse d'esters et d'acides gras avec l'acrylonitrile conduisant à des nitriles-esters, précurseurs de monomères vers les polyamides et nylons.

$$RO_{2}C + \sqrt{\frac{2 \text{ NC}}{n}}CO_{2}R + \frac{-C_{2}H_{4}}{or} + \frac{-C_{2}H_{4}}{Ru \text{ cat}} + \frac{-C_{2}H_{4}}{n}CO_{2}R$$

$$R = H, CH_{3} + \frac{C}{n}CO_{2}R + \frac{-C_{2}H_{4}}{n}CO_{2}R + \frac{-C_{2$$

R. Malacea, C. Fischmeister, C. Bruneau.....Green Chemistry, 2009 ASAP

Expansion Beyond the Laboratory: Development of a sustainable green chemistry program at University of Wisconsin-Whitewater.

Dr. Hassimi Traore : *University of Wisconsin-Whitewater (USA)*

University of Wisconsin-Whitewater, a public undergraduate institution in the state of Wisconsin (USA) has incorporated green chemistry into the curriculum over the last year. Changes were initially made in the organic laboratory sequence, and more recent work includes changes in the general-organic-biochemistry laboratory course and undergraduate research. The program has evolved from one faculty member working in this area to a departmental decision to build a green chemistry concentration within the major. A portion of this talk will include a discussion about the promotion of green chemistry at an institutional level and the enhanced professional development opportunities for faculty members. An overview of green chemistry concepts and also of some of the successes and challenges associated with making curriculum changes will also be discussed.

Hassimi Traore, PhD Associate Professor/Chair 263 Upham Hall Department of Chemistry University of Wisconsin-Whitewater 800 West Main Street Whitewater, WI 53190

E-mail: <u>traoreh@uww.edu</u> Phone: 262-472-5123 Fax: 262 -472-5633

PORE-EXPANDED MESOPOROUS SILICA FOR CATALYSIS AND SEPARATION

Abdelhamid Sayari

Department of Chemistry and Department of Chemical Engineering, University of Ottawa, Ottawa, Canada

Pore-expanded MCM-41 (PE-MCM-41) silica is obtained via a two-step strategy consisting of synthesis of MCM-41 periodic mesoporous silica in the presence of cetyltrimethylammonium cations (CTA⁺) as structure-directing agent, followed by hydrothermal treatment in the presence of an aqueous suspension of a swelling agent, dimethyldecylamine (DMDA). Due to favorable hydrophobic interactions between their carbon chains, it is believed that the two surfactants selforganize into concentric micelle (CTA⁺) and inverted micelle (DMDA) within the pore channels with the amine head groups pointing towards the pore center; thus creating a hydrophilic channel within the pores. This would facilitate the transfer of numerous aqueous cationic species within the channels of PE-MCM-41 and their complexation by the readily accessible amine groups. Reduction of such ions by NaBH₄ affords an elegant route to supported metallic nanoparticles. This approach was applied for example to the rapid synthesis of monodispersed, supported Pd nanoparticles, a family of highy active and stable catalysts for Suzuki coupling reaction with virtually no metal leaching. Similar strategies may also be used for the synthesis of monodispersed semiconductor nanoparticles such as CdS, CdSe, PbSe, etc. and highly dispersed supported metal oxides. For example, adsorption of chromium followed by calcination generated a highly active and stable chromium oxide supported catalyst for the dehydrogenation of light hydrocarbons. In-situ X-ray photoelectron spectroscopy measurements showed that the active sites for alkane dehydrogenation are most likely Cr(III) species.

Calcination of PE-MCM-41 gave rise to PE-MCM-41C, which exhibits a unique combination of high specific surface area (> 1000 m²/g), pore size (up to 25 nm) and pore volume (up to 3.5 cm³/g). This material offers unlimited opportunities for surface modification with small (e.g., propylamine) as well as large (e.g., PAMAM dendrimers) species for catalysis and separation. Grafting of PE-MCM-41C with triaminesilane under optimized conditions gave rise to a novel CO₂ (and other acid gases) adsorbent with unprecedented attributes in terms of adsorption capacity, selectivity and rate. Moreover, these adsorbents are recyclable and moisture-tolerant, providing additional commercial advantages. Time permits, other examples will be provided and discussed.

Liste des
Communications Orales
par ordre alphabétique
des auteurs

M. Abidi, N. Ben Hamida, M.H. Louesleti	
Optimisation d'une méthode de séparation des conformations S-cis et S-trans du RAMIPRIL par électrophorèse capillaire de zone	CO 50
F. Aloui, R. El Abed, B. Ben Hassine	CO 17
Nouvelle voie de synthèse de phénols chiraux à structure hélicoïdale	CO 17
A. Amami, S. Hraiech, F. Chehimi-Moumen, K. Nahdi, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi	
Etude de la Thermolyse de HHoP ₂ O ₇ .3H ₂ O par Analyse Thermique Conventionnelle et Analyse Thermique à vitesse de Transformation Contrôlée	CO 78
A. Arfaoui, H. Amri	60.3
Nouvelle alternative de synthèse des 2-((alkylamino)(cyano)méthyl) acrylates d'éthyle	CO 3
S. Attia, L. Zayani, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi	
Application de diagramme de solubilité pour calculer la séquence de cristallisation de la saumure de Chott El Jerid	CO 70
A. Attour, S. Rode, F. Lapicque, M. Ben Amor, M. Matlosz	
Intensification de l'oxydation du 4-methylanisole par la microstructuration	CO 57
L. Bahloul, M. E.H. Samar, F. Ismail	
Extraction du bleu de méthylène d'une solution aqueuse au moyen d'une membrane liquide émulsionnée	CO 64
A. Bahy, Yakdhane Kacem, B. Ben Hassine	
Synthèse de nouveaux spiro-oxazolidin-5-ones via la réaction de cycloaddition 1,3-dipolaire	CO 19
G. Timia Ballet, A. Hafiane, M. Dhahbi	
Rétention de colorants par la nanofiltration	CO 33
S. Behij, K. Djebali, H. Hammi, A.H. Hamzaoui, A. M'nif	
Optimisation of Epsomite transformation into Periclase using experimental design methodology	CO 91
B. Belgacem, O. Tougait, H. Noel, R. Ben Hassen	
Etude du système Er-Cu-Ga à 700°C	CO 76
N. Belhaj, Mbarek Elmkacher F. Bouachir	
Synthèse des nouveaux complexes hydrures neutres à ligands β-cetoimines	CO 97
S. Ben Ahmed, M. Tlili, M. Ben Amor	
Effet d'un polyacrylate sodique sur la cristallisation du sulfate de calcium: Etude cinétique et minéralogique.	CO 96
A. Ben Esseghaier	
Synthèse du 2-hydroxy-16-formylheptahelicene <i>optiquement pur</i>	CO 4
K. Ben Kamel, N. Amdouni, H. Zarrouk, C.M. Julien	
Elaboration et caractérisations physico-chimiques de composés LiNiyMnyCo1-2yO2 $(0,25 \le y \le 0,5)$ - Application comme électrodes positives dans les batteries au lithium	CO 80
I. Ben Taazayet, F. Khlissa, M. Ferid	~~ - :
Elaboration et étude des propriétés spectroscopiques des oxydes de terres rares de type pérovskite	CO 84
E. Ben Zarkouna, A. Driss, M. Férid, B. Moine, K. Horchani-Naifer, L. Beauzamy	
Caractéristiques cristallographiques et optiques des polyphosphates MILn(PO ₃)4 (MI = Li et NH ₄ ; Ln = La, Nd, Eu, Gd, Tb, Ho, Er et Yb)	CO 69

M. Benbouzid, S. Hafsi	60.00			
Thermal and spectroscopic changes in bitumen modified by the addition of polymeric waste	CO 98			
Z. Bengharez, H. M. Djellouli, S.Taleb				
Incidence des eaux fluorées du sud algérien sur la croissance de l'oxalate de calcium : Principal constituant chimique du calcul urinaire				
M. Bennis, N. Souissi, K. Alouani				
Contribution à l'étude de l'effet de l'ajout de HMPT, S-HMPT & Se-HMPT sur le comportement à la corrosion du cuivre en milieu NaCl 0,5M				
S. Bouabdallah, M.T. Ben Dhia, N. Ben Hamida, M.R. Khaddar	GO 50			
Etude de l'équilibre d'isomérisation d'un antihypertenseur le maléate d'Enalapril par HPLC et RMN	CO 56			
F. Boujelbane, F. Oueslati, N. Ben Hamida				
Détection des carbamates et leurs produits de dégradation par spectrométrie de masse en tandem: Application a leurs recherche dans une eau de rivière	CO 48			
L. Bouziane, N. Alaounia, F. Bendebane, F. Ismail				
Etude des effets des différents paramètres opératoires de l'adsorption simultanément du Cd(II) et Zn(II) par la sciure de bois. Application du plan d'expérience de Plackett-Burman	CO 40			
B. Dbira				
Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption des dihydroxybenzènes issus de margine sur charbon actif granulaire	CO 49			
H. Dhaouadi, F. M'henni				
Caractérisation physico-chimique d'une boue d'épuration déshydratée en vue de son utilisation en dépollution hydrique	CO 47			
K. Djebali, H. Halim, A. M'nif	60.05			
Modélisation de la cristallisation du sulfate de potassium (K ₂ SO ₄) par ajout d'un antisolvant	CO 85			
S. Dridi-Dhaoudi, N. Ben Douissa-Lazreg, I. Guezguez				
Elimination de polluants organiques (colorants textiles) et inorganiques (métal lourd) par rétention sur des matériaux solides non conventionnels	CO 54			
M. Driss, R. Ksiksi, M.F. Zid, A. Driss	GG 00			
Synthèse et étude structurale du composé (C ₅ C ₁ N2H ₆) ₂ Mo ₄ O ₁₃	CO 92			
R. El Abed, A. Marinetti, B. Ben Hassine	60.6			
Synthèse de nouveaux ligands à structure hélicoïdale	CO 6			
S. Eltaief, J. Kraiem, B. Ben Hassine	CO 21			
Nouvelle voie de synthèse des 1,1-dioxo-1,2-thiazétes	CO 21			
D. Ennigrou-Jellouli, L. Gzara, M. Dhahbi	CO 46			
Ultrafiltration assistée par les polyélectrolytes : Étude de la rétention du cadmium et du zinc	CO 40			
A. Essersi-Touel, R. Touati, B. Ben Hassine				
Synthèse asymétrique de nouveaux β -cétoesters optiquement purs à partir des acides aminés naturels et application en synthèse multi - étapes	CO 11			
M. Fakhfekh, M. Kallel, M. Dachraoui				
Développement d'une méthode de dosage du Tyrosol dans les extraits de margine par HPLC/DAD - Validation de la méthode selon l'approche harmonisée «Profil d'exactitude»	CO 45			

S. Fatnassi, I. Nehdi, H. Zarrouk	
Chemical composition and profile characteristics of osage Orange maclura pomifera (Rafin.) Schneider Seed and Seed Oil	CO 34
H. Feki, I. Koubaa, M. Damak	70.
15R, 16R, 20S Descarbométhoxyervatamine: Nouveau alcaloïde isolé de l'espèce Hazunta silicicola	CO 5
M. Ferhi, K. Horchani-Naifer, M. Férid	GO = 4
Synthèse par combustion du monophosphate LaPO ₄ : Eu (5%) et étude de sa photoluminescence	CO 74
R. Fezei, H. Hammi, A. M'nif	~~ ~
Préparation de Bischofite à partir de la saumure naturelle de Sebkha El Melah de Zarzis	CO 82
I. Gara, M. Romdhani-Younes, M.M. Chaabouni	GO 10
Synthèse de sulfures diallyliques	CO 18
I. Ghorbel-Abid, C. Vagner, R. Denoyel, M. Trabelsi-Ayadi	
Etude thermodynamique comparative de l'adsorption sur deux argiles tunisiennes de Cd (II) et Cr (III) en solution aqueuse	CO 88
H. Ghouila, A. Beyaoui, H. Ben Jannet, B. Hamdi, A. Ben Salah, Z. Mighri	
Isolation and Structure Determination of a novel sesquiterpene lactone from the Tunisian plant Pulicaria laciniata (Asteraceae)	CO 7
H. Gmati, I. Khattech, M. Jemal	
Détermination de l'enthalpie de formation du disodium hydrogenophosphate dodecahydraté Na2HPO4,12H2O et du pyrophosphate de sodium $Na_4P_2O_7$	CO 87
N. Gmati, M. Abdellaoui, K. Bouzouita	CO 01
Préparation de britholites au strontium par mécanosynthèse	CO 81
H. Gorgi, M. Akam Hani, S. Chatti, H. Ben Romdhane, D. Prim	CO 21
Elaboration de polyéthers à partir des sous produits agricoles : caractérisation par MALDI-TOF et RMN	CO 31
S. Guedidi, H. Majdoub, S. Roudesli, A. Deratani, C. Innocent, P. Déjardin	
Etude de la réactivité et du transport de la trypsine immobilisée sur des membranes d'ultrafiltration modifiées par des polyélectrolytes.	CO 55
S. Hafsi, M. Benbouzid	CO 00
Préparation d'un charbon actif a partir d'un bitume routier. Activation par KOH	CO 99
F. Hajbi, H. Hammi, A. M'nif	CO 53
Study of the isothermal evaporation of reject brine produced by a reverse osmosis desalination plant	CO 53
A.H. Hajri, G. Dewynter	CO 16
Synthèse de l'hydroxylsulfamide et ses dérivés	CO 26
A. Hajri, R. El Abed, F. Aloui, B. Ben Hassine	CO 22
Nouvelle synthèse du 2,17-dibromoheptahélicène.	CO 32
O. Hamdaoui, F. Saoudi, M. Chiha	
Removal of basic green 4 from aqueous media by a novel sorbent, dead leaves of plane tree: Kinetic modeling	CO 52
R. Hamdi, C. Chatara, A. Hannachi, A. Ratel	
Effet du prétraitement sur la distribution de H3PO4 lors de l'extraction de l'acide phosphorique industriel par le MIBK	CO 43

S. Hammami, H. Jarraya, S. Ben Salem, B. Hamdi, A. Ben Salah, A. Nefzi, M.A. Hamza, Z. Mighri	GO 1.			
A novel alkaloid from the tunisian Phenix Canariensis	CO 15			
I. Hammas, K. Horchani-Naifer, M. Ferid				
Etude de la conduction électrique du polyphosphate de lanthane La(PO ₃)3 dans la gamme intermédiaire de températures.				
C. Hannachi, B. Hamrouni, M. Dhahbi				
Equilibre d'échange d'ions entre les membranes échangeuses de cations CMX et CRP et des solutions d'électrolytes à différentes forces ioniques				
K. Haouemi, F. Touati, N. Gharbi	GO 00			
Synthèse de TiO ₂ par microémulsion via la voie SOL-GEL	CO 89			
W. Harhouri, M. S. Belkhiria, B, Hamdi, A. Ben Salah, H. Nasri	GO = 1			
Caractérisation spectroscopique et structurale du complexe bis(acetato) porphyrine à piquets de fer(III)	CO 71			
I. Hassen, C. Belgacem, A. Jelassi, S. Fekih-Zaghbib				
Chemical characterization of polyphenol-rich extracts obtained from some selected Tunisian plants and evaluation of their antioxidant activity	CO 29			
N. Hmani, M.A. Oturan, R. Abdelhedi	CO 44			
Traitement des acides caféique, coumarique et ferrulique par le procédé électro-fenton	CO 44			
K. Hriz, N. Jaballah, M. Majdoub	GO (7			
Nouveaux polymères semi-conducteurs à chromophore de type distyrylanthracene	CO 67			
N. Jegham, Yakdhan Kacem, J. Kraiem, B. Ben Hassine				
Synthèse de nouveaux spirohétérocycles à base de l'isoquinoleine-1,3-dione Via la cycloaddition 1,3-dipolaire	CO 28			
M. Jemmali, S. Walha, O. Tougait, H. Noël, R. Ben Hassen	GO 05			
Isothemal section of the Er-Fe-Al ternary system at 800°C	CO 95			
N. Kamoun, M.K. Younes, A. Ghorbel				
Influence de la teneur en nickel sur les propriétés texturales, structurales et catalytiques des solides acides aérogels à base de zircone sulfatée et dopée au nickel	CO 51			
S. Khamri, T. Turki, H. Amri				
Nouvelle substitution nucléophile vinylique activée par le DABCO: Synthese d'esters acryliques α -(1-acetoxyalkyles)- β -cyanes	CO 12			
D. Khatmi, F. Madi, A. Boucekkine	CO (0			
Molecular model of cens pipyridine-b cd inclusion complex: DFT study	CO 60			
A. Khilifi, N. Raouafi, K. Boujlel, M. L. Benkhoud	CO 1			
Action de quelques hétérocumulènes sur les N-pyrazoloimidates	CO 1			
S. Khlifi, F. Chehimi-Moumen, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi				
Etude de la Corrélation entre la structure cristalline et le comportement thermique du monohydrogénodiphosphate de dysprosium trihydraté	CO 93			
S. Limem, S. Besbes-Hentati, H. Said, B. Malézieux, L.M. Chamoreau, M. Bouvet	CO 93			
Electrosynthèse et étude structurale de la calix[4]arènediquinone	CO 83			
A. Mansour, M.S. Belkhiria, Besma Hamdi, A. Ben Salah, Nasri Habib	CO 77			
Synthèse et Caractérisation Physico-chimie du Complexe Porphyrinique Acétato de cobalt(II)	CO 77			

I. Marzouk, W. Bougerra, B. Hamrouni	
Elimination du bore par adsorption sur l'alumine activée	CO 42
R. Medimagh, S. Marque, D. Prim, S. Chatti	
Vers des séquences d'amination-Diels-Alder en One pot	CO 2
W. Mejri, A. Korchef, M. Tlili, M. Ben Amor	
Effet de la température sur la précipitation du carbonate de calcium en présence des ions Mg ²⁺ et SO ₄ ²⁻	CO 86
M. Mhamdi, A. Ghorbel, G. Delahay	
Selective catalytic reduction of NOx by NH ₃ on V-Mo-ZSM-5 catalysts	CO 35
A. Mnif, B. Hamrouni	
Etude de l'élimination du bore par les procédés de Nanofiltration et d'Osmose Inverse	CO 37
S. Moussa, R. El Abed, F. Aloui, B. Ben Hassine	
Etude des propriétés optoélectronique des nouveaux thiahélicène préparés	CO 24
M. Mouzali, A. Amirouche-Korichi, D.C. Watts	
Effects of opaque mineral fillers on degree of conversion of dental composites	CO 63
S. Nacef, H. Ben Jannet, M.A. Hamza, Z. Mighri	CO 10
Etude phytochimique de la plante Eryngium dichotomum Desf de Tunisie, Isolement et élucidation structurale d'une flavone glycoside, d'un hexitol et de glucides	0010
K. Nahdi, F. Rouquerol, M. Trabelsi-Ayadi	80.44
Étude cinétique de la décomposition thermique de l'hydroxyde de magnésium par ATVC	CO 66
N. Najai, A. Ghorbel, D. Tichit, G. Delahay	GO 04
Activité catalytique des oxydes mixtes CoMgAl, CoAl et MgAl dans la réaction de RCS de NO par NH ₃	CO 94
A. Nefzi	
Parallel Solid-Phase Synthesis of 2-Imino-4-oxo-1,3,5-triazino[1,2-a]benzimidazoles via Tandem Aza-Wittig/Heterocumulene-mediated Annulation Reaction and Highly Regioselective Synthesis of new Tetracyclic 1,3,5-triazino[1,2-a]benzimidazoles	CO 16
D. Oubira-Elghoul, T. Skanji, S. Barrek, H. Zarrouk	88.44
Identification des cardénolides du Nerium oleander par lc-DAD-UV-MS	CO 23
B. Ould Elemine, M.R. Ennigrou, R. Besbes	GO 0
Synthèse de nouveaux 1,2-aminophosphates précurseurs de 1,2-amino éthers	CO 9
M. Ould M'hamed, H. M'rabet, M.L. Efrit	GO 45
Synthèse de tétrahydrothiophènes 2,4-bifonctionnels à partir d'adduits de MANNICH	CO 25
H. Reguez, R. El Abed, F. Aloui, B. Ben Hassine	GO 20
Synthèse et détermination des propriétés optoélectroniques des azahélicènes	CO 30
S. Salmaoui, F. Sediri, N. Gharbi	GO 7 0
Nanomatériaux d'oxydes de tungstène	CO 79
M. Srasra, E.M. Gaigneaux, S. Delsarte	CO (5
Préparation d'un catalyseur basique par nitruration de zéolithes Y	CO 65
A. Tekaya – Karoui, S. Hammami, H. Ben Jannet, N. Boughalleb, M. Ali Hamza, Z. Mighri	
Isolement et élucidation structurale d'iridoides glucosidiques antifongiques de la plante Linaria Heterophylla Desf. poussant en Tunisie	CO 22

K. Tissaoui, N. Raouafi, K. Boujlel	CO 61
Application des bases électroengendrées pour la synthèse des rhodanines	CO 01
N. Tka, B. Ben Hassine	CO 27
Synthèse de nouvelles 4-alkyl-2-[(2S)-1-phenylsulfonylpyrrolidin-2-YL]-1,3-diazetes chirales	CO 27
A. Touati, S. Corbel, J.P. Corriou	CO 39
Etude de l'effet de retrait sur la déformation des pièces stéréolithographique	CO 39
K. Trabelsi, H. Hammi, A. M'nif	60.26
Etude des phénomènes d'interférences lors du dosage du strontium dans les saumures par SAAF	CO 36
S. Trabelsi, N. Bellakhal, N. Oturan, M.A. Oturan	GO 40
Dégradation des phtalates en milieu aqueux par procédé d'oxydation avancée, Electro-Fenton	CO 38
B. Trifi, N. Bellakhal, M. Dachraoui	
Traitement des mercaptans par plasma d'air humide: application à la dépollution d'un effluent industriel tunisien	CO 58
T. Turki, A. Abdallah, D. Mongi, G. Michel, T. René	GO 5 2
Synthèse, caractérisation et étude structurale des hydroxyapatites mixtes Ca(10-x)Znx(PO ₄) ₆ (OH) ₂	CO 73
C. Youssef, H. Ben Ammar, R. Ben Salem	60.0
Synthèse des 3H-pyrido[2,1-b]benzoxazoles à partir du benzoxazole-2-yle acétonitrile	CO 8
A. Zaghbani, R. Tayeb, M. Dhahbi	
Transport du chrome trivalent par membrane à liquide supporté contenant le D2EHPA comme transporteur	CO 59
M. Zaied, S. Peulon, N. Bellakhal, A. Chaussé	
Synthèse et caractérisation de la birnessite en couches minces: Application a la dépollution des effluents de l'industrie du textile.	CO 41
D. Zaouali-Zgolli, H. Boughzala	
Synthèse, caractérisation et étude structurale du compose hybride [dichloromanganese(II)) CYCLAM] tertiobutanol: [MnCl ₂ (C ₁₀ H ₂₄ N ₄)].C ₄ H ₉ OH (CYCLAM= 1,4,8,11 tétraazacyclotétradécane)	CO 90
R. Zinoubi, H. Hammi, A. M'nif	
Application du modèle de Pitzer au calcul des coefficients d'activité dans les saumures naturelles du sud tunisien	CO 75
L. Zouioueche-Aribi, J.C. Fiaud, S. Zeror, J. Collin	CO 20
Accès aux alcools chiraux par catalyse énantiosélective dans des conditions de chimie verte	CO 20
H. Zrida R.El Abed, F. Aloui, B. Ben Hassine	66.12
Synthèse stéréosélective du 2,17-dihydroxyheptahelicène	CO 13

Résumés des Communications Orales

ACTION DE QUELQUES HÉTÉROCUMULÈNES SUR LES *N*-PYRAZOLOIMIDATES

Akila Khlifi, Noureddine Raouafi, Khaled Boujlel* et Mohamed Lamine Benkhoud

Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université Tunis El Manar. Tunis El Manar 2092. *Email : khaled.boujlel@fst.rnu.tn

Les hétérocumulènes R-N=Y=Z (Y = C, S, Z = O, S) sont très connus en synthèse organique par leurs réactivités vis-à-vis des nucléophiles dans le but d'accéder à des hétérocycles ayant des activités biologiques¹ et pharmacologiques² très intéressantes.

Dans ce contexte la réaction des isothiocyanates et de la thionylaniline avec le N-pyrazoloimidate $\underline{\mathbf{1}}$ permet d'accéder aux pyrazolo[1,3,5]triazine-2-thiones $\underline{\mathbf{2}}$, aux pyrazolo[1,3,5]thiatriazine-s-oxydes $\underline{\mathbf{3}}$ avec de bons rendements (schéma-1-).

Schéma-1-

Dans le cas des isocyanates seule l'intermédiaire 4 non cyclique a été isolé (schéma-2-).

Schéma-2-

Les produits obtenus sont identifiés par R MN du proton, du carbone 13 et par spectrométrie de masse.

¹⁻ M. Hajzych; A. Rykowski et J. Wierzchowski, *Molecules*, 2005, 10, 1298.

²⁻ Y. Nakayamo et Y. Sanemitsu, Synthesis, 1984, 770.

Vers des séquences d'amination-Diels-Alder en One pot

Raouf Medimagh^a, Sylvain Marque^a, Damien Prim^a, Saber Chatti^b

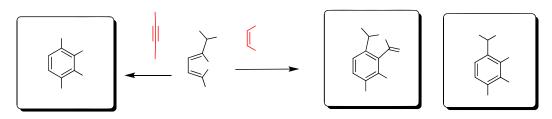
a Institut Lavoisier de Versailles, UMR CNRS 8180, Université de Versailles-Saint-Quentin-en-Yvelines, 78035 Versailles cedex, France

b Laboratoire de Chimie Verte, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique (INRAP), Pôle Technologique de Sidi Thabet, 2020 Sidi Thabet, Tunisie

Les réactions multi étapes en cascade sont devenues des outils de synthèse sélectifs et très performants s'inscrivant dans le concept de chimie verte. La combinaison des réactions d'amination et de Diels-Alder sur des substrats furaniques est inédite. L'introduction sélective, dans une première étape¹, d'une amine par un processus non métallo induit permet d'exalter le caractère diénique de l'hétérocycle et d'envisager l'obtention par cycloaddition d'aromatiques polysubstitués ou de bicycles pontés, selon les substituants².

Dans un second lieu, l'abaissement du caractère aromatique de l'aminofurane a été envisagée. En effet, la transformation de la fonction aldéhyde en méthylol pourrait exalter encore plus le caractère diénique. Les données RMN ¹H et les calculs HF 6–31G* confirment nos prédictions. La préparation de ces nouveaux diènes a été envisagée soit par réduction, soit par l'addition de composés nucléophiles organomagnésiens.

L'augmentation de la réactivité s'est traduite, d'une part, par l'abaissement de la température du milieu réactionnel concernant des diénophiles puissants et d'autre part, par l'obtention de lactones avec des diénophiles modérés non réactifs vis-à-vis des 5-aminofuraldéhydes. En revanche, la mise en réaction avec le DMAD a abouti à la formation inattendue d'aminophénols par déformylation de la fonction méthylol³.



⁽¹⁾ Migianu, E.; Prim, D.; Kirsch, G. Synlett **2000**, 459-462. Prim, D.; Kirsch, G. Tetrahedron **1999**, 55, 6511-6526. Prim, D.; Kirsch, G.; Nicoud, J.-F. Synlett **1998**, 383-384.

⁽²⁾ Medimagh, R.; Marque, S.; Prim, D.; Chatti, S.; Zarrouk, H. J. Org. Chem. 2008, 73, 2191-2197.

⁽³⁾ Carter, S. D.; Thetford, D.; Sammes, P.G.; Voyk, M. J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1 1990, 1231-1233.

NOUVELLE ALTERNATIVE DE SYNTHÈSE DES 2-((ALKYLAMINO)(CYANO)MÉTHYL) ACRYLATES D'ÉTHYLE

Aïcha Arfaoui, Hassen Amri *

*Laboratoire de Chimie Organique et Organométallique, Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences, Campus Universitaire 2092-Tunis, Tunisie E-mail : hassen.amri@fst.rnu.tn

L'ester acrylique □-bromométhylé 1 a été considéré durant ces deux dernières décennies comme étant un électrophile de choix pour accéder à des synthèses faciles de composés doués d'activités biologiques (□-méthlène-□-butyrolactones et □-méthlène-□-butyrolactames) [1,2]. Il fait aussi partie de la gamme des accepteurs de Michael pouvant additionner facilement des réactifs nucléophiles divers y compris l'ion cyanure (CN). Compte tenu de la faible nucléophilie de ce dernier, sa réaction avec le bromure allylique 1 a suscité l'emploi de DABCO comme co-nucléophile pour conduire aux deux cyanoesters régioisomères 2 et 3-E.

Br DABCO
THF:
$$H_2O$$
 CO_2Et
 CO_2Et

L'allylnitrile **2** s'avère constituer un intermédiaire d'accès aux bromures allyliques difonctionnalisés **4-Z**,**E** par application d'un tandem réactionnel : bromation-déshydrobromation utilisant la triéthylamine comme base.

$$ECO_2$$
Et EI_3 N EI_4 N EI

L'examen des sites électrophiles des bromures de type 4 a permis de montrer que ceuxci ne sont autres que des synthons électrophiles allyliques pouvant fixer des nucléophiles telles que les amines primaires pour conduire d'une manière univoque aux allylamines 5 [3,4] avec de bons rendements.

^[1] Öhler, E.; Reininger, K.; Schmidt, U. Angew. Chem. Int. Ed. Eng., 1970, 9, 457.

^[2] Belaud, C.; Roussakis, C.; Louteurneux, Y.; El Alami, N.; Villiéras, J. Synth. Commun., 1985, 15, 1233.

^[3] Ben Gharbia, S.; Besbes, R.; Villièras, J.; Amri, H. Synth. Commun., 1996, 26, 1685.

^[4] Arfaoui, A.; Béji, F.; Ben Ayed, T.; Amri, H. Synth. Commun., 2008, 38, 3717.

SYNTHESE DU 2-HYDROXY-16-FORMYLHEPTAHELICENE *OPTIQUEMENT PUR*

Amira.Ben Esseghaier, R.El Abed et B.Ben Hassine
Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (O1UR1201),
Faculté des Sciences, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir, Tunisie
E-mail: Bechir.BenHassine@fsm.rnu.tn

Le premier hexahélicène a été synthétisé au moyen de la cyclisation de Friedel-Crafts par le chimiste américain M.S.Newmann¹ qui a introduit l'appellation «hélicène» pour décrire les benzologues du benzo[c]phénanthrène dans lesquels les cycles *ortho*-condensés confèrent à ces molécules une structure d'hélice régulière. La synthèse des hélicènes est devenue un thème très attractif grâce à leurs propriétés optiques et électroniques².

Au cours de ce travail, nous décrivons une nouvelle approche synthétique^{3,4} basée sur la réaction de couplage de type Heck pour préparer les intermédiaires nécessaires à la synthèse et résolution du 2-hydroxy-16-formylheptahélicène.

1]- M. S. Newmann, D. J. Lednicer; J. Am. Chem. Soc., 1956, 4765.

[2] - T. J. Katz, Angew. Chem., 2000, 112, 1997

[3]- R. El Abed, B. Ben Hassine, J-P. Genêt, M.Gorsane, A. Marinetti; Eur.J.Org.Chem.,

2004,1517. [4] R. El Abed, F. Aloui, J-P. Genêt, B. Ben Hassine, A. Marinetti;

J.Organomet.chem., 692, 2007, 1156-1160.

15R, 16R, 20S DESCARBOMÉTHOXYERVATAMINE: NOUVEAU ALCALOÏDE ISOLÉ DE L'ESPÈCE HAZUNTA SILICICOLA

Houda Feki, Imed koubaa et Mohamed Damak Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles, Faculté des Sciences de Sfax B.P 1171, 3000 Sfax (Tunisie)

L'étude chimique et structurale de l'espèce *Hazunta silicicola* a permis d'isoler, moyennant les différentes techniques chromatographiques (chromatographie sur colonne sous pression normale, chromatographie sur couche épaisse) un nouveau alcaloïde α -acylindolique nommé 15R, 16R, 20S descrabométhoxyervatamine.

L'identification de ce nouveau alcaloïde a été basée sur les techniques spectroscopiques à savoir : UV, IR, RMN du proton, RMN du carbone 13 et RMN à 2 dimensions. La diffraction des Rayons X d'un monocristal, nous a permis de déterminer les configurations absolues des carbones asymétriques 15,16 et 20.

SYNTHESE DE NOUVEAUX LIGANDS A STRUCTURE HELICOIDALE

R. El Abed^a; A. Marinetti^b et B. Ben Hassine^a

a. Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR1201), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir-Tunisie.

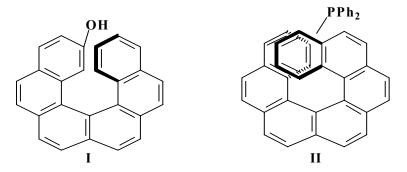
E-mail: Bechir.BenHassine@fsm.rnu.tn

b- Institut de Chimie des Substances Naturelles de Gif-sur-Yvette (CNRS), 1 Avenue de la Terrasse-91198 Gif-sur-Yvette cedex, France.

E-mail: angela.marinetti@icsn.cnrs-gif.fr

Depuis quelques années, les travaux sur les molécules organiques hélicoidales, telles que les hélicènes, ont laissé entrevoir de réelles possibilités d'applications dans le domaine de la synthèse asymétrique¹ et dans les dispositifs d'optiques (type guide d'onde). La particularité d'un hélicène réside dans sa structure pi-conjuguée en hélice qui lui confère des propriétés chiroptiques exceptionnelles se manifestant par un pouvoir rotatoire élevé dans le cas des composés optiquement purs².

Au cours de ce travail, nous avons réalisé la synthèse de deux nouveaux ligands hélicoïdaux à savoir le 2-hydroxyhexahélicène I et le 2-diphénylphosphinoheptahélicène II en utilisant la réaction de Heck comme étape déterminante suivie d'une étape de photocyclodéhydrogénation³. Les dérivés ainsi préparés ont été dédoublés avec succès⁴ et ceci en utilisant deux agents de dérivatisation chiraux. Ces deux ligands serviront par la suite comme ligands chiraux en synthèse asymétrique.



^{1.} B. Ben Hassine, M. Gorsane, J. Pecher, R. H. Martin; *Bull. Soc. Chim. Bel.*, **1985**, 94, 597. B. Ben Hassine, M. Gorsane, F. Geerts-Evrard, J. Pecher, R. H. Martin, D. Castelet; *Bull. Soc. Chim. Bel.* **1986**, 95, 547 et 557.

^{2.} H. Wymberg; Acc. Chem. Res., **1971**, 4, 65. W. H. Laarhoven, W. J. Prinsen; Trop. Curr. Chem., **1984**, 125, 93.

^{3.} R. El Abed, B. Ben Hassine, J-P. Genêt, M. Gorsane, A. Marinetti; Eur. J. Org. Chem., 2004, 1517.

^{4.} R. El Abed, F. Aloui, B. Ben Hassine, A. Marinetti; J. Organomet. Chem., 2007, 692, 1156.

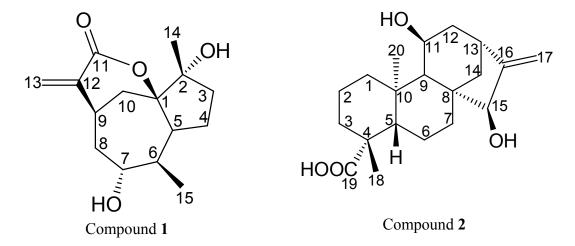
Isolation and Structure Determination of a novel sesquiterpene lactone from the Tunisian plan *Pulicaria laciniata* (Asteraceae)

Hatem Ghouila¹, Ahlem Beyaoui¹, Hichem Ben Jannet¹, Besma Hamdi², Abdelhamid Ben Salah² and Zine Mighri¹

¹Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et de Synthèse Organique (99/UR/ 12-26), Faculté des Sciences, 5019 Monastir, Tunisia ²Laboratoire de Sciences des Matériaux et d'Environnement, Faculté des Sciences de Sfax, BP 802, 3018 Sfax, Tunisia

As a part of our ongoing studies on bioactive metabolites from Tunisian plants, we have investigated *Pulicaria laciniata* (*Coss.* et *Kral.*) *Thell.* (Asteraceae), one of the seven species from the *Pulicaria* genus growing in our country. This Mediterranean plant, widely distributed in Tunisia, is also regarded as being an Algero-Tunisian endemic species. It is known that the genus *Pulicaria* contains a variety of sesquiterpene lactones¹ and various other compounds such as flavonoids.² Recently, chemical investigations on *P. laciniata* led to the isolation of a guaianolide epoxide and a pseudoguaianolide.³

The current study describes the isolation and the structure elucidation of a new sesquiterpene lactone $\mathbf{1}$ in addition to the known diterpene: ent-11 β , 15 β -dihydroxykaur-16-en-19-oic acid $\mathbf{2}$. Their structures were established principally by 2D NMR spectroscopy and the relative configurations of the stereogenic carbons were determined through X-ray diffraction analysis.



References:

- 1. A. Rustaiyan et al., (1991), Phytochemistry, 30, 2405.
- 2. C. A. Williams et al., (2003), Phytochemistry, 64, 275.
- 3. M. C. Aberkane et al., (2007), Asian J. Chem., 19, 4954.

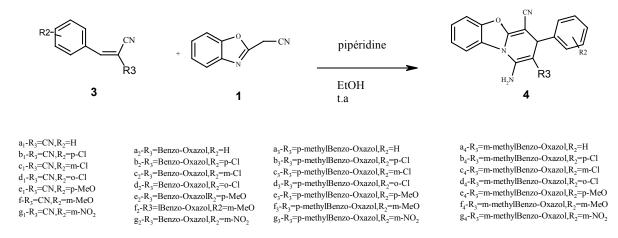
SYNTHESE DES 3H-PYRIDO[2,1-b]BENZOXAZOLES A PARTIR DU BENZOXAZOLE-2-YLE ACETONITRILE

<u>Chiraz Youssef^a</u>, H. Ben Ammar^{a,b}, R. Ben Salem^a

^a Laboratoire de Chimie Organique Physique, Faculté des Sciences de Sfax 3038, Tunisie ^b Laboratoire de Chimie Organique Appliquée, Faculté des Sciences de Gabès 6072, Tunisie

Dans le cadre de la synthèse de nouveaux composés hétérocycliques d'intérêt pharmacologique, nous avons étudié la réaction de benzoxazole-2- yle acétonitrile <u>1a-c</u>, avec quelques aldéhydes <u>2a-g</u> afin de synthétiser une famille de nitriles α , β -insaturés α -fonctionnalisés <u>3a₁-g</u>₃.

Ces derniers condensés avec les benzoxazole-2- yle acétonitrile $\underline{1a}$, nous a permis de préparer une série de 3H-pyrido[2,1-b]benzoxazoles $\underline{4a_1-g_4}$.



Les structures des produits <u>3a-f</u> et <u>4a₁-g₄</u> ont été élucidées par les méthodes spectroscopiques IR, RMN ¹H, ¹³C, DEPT et Masse

PRÉPARATION D'AMINO-PHOSPHATES DIESTERS PRÉCURSEURS DE NOUVEAUX AMINO-ÉTHERS DIESTERS

B. OULD ELEMINE, R. BESBES et M. R. ENNIGROU

Laboratoire de synthèse organique par voie organométallique Faculté des sciences de Tunis Campus Universitaire-1060-Tunis-TUNISIE

Dans le cadre de nos travaux de recherche visant à l'étude de la réactivité des aminoalcools diesters, nous avons mis au point une stratégie de synthèse en deux étapes, permettant l'accés à une nouvelle série d'amino-éthers diesters.

- La première étape de cette stratégie consiste à phosphoryler chimiosélectivement la fonction alcool pour conduire à une série d'amino-phosphates diesters.

- Dans la deuxième étape, nous avons montré que ces composés, en plus de leur importance en tant que dérivés phosphatés, peuvent se comporter comme dérivés électrophiles et constituer des intermédiaires intéressants pour la synthèse d'amino-éther diesters via une réaction de substitution nucléophile :

Etude phytochimique de la plante *Eryngium dichotomum* Desf de TUNISIE: Isolement et élucidation structurale d'une flavone glycoside, d'un hexitol et de glucides.

Sana NACEF, Hichem BEN JANNET, M'Hamed Ali HAMZA et Zine MIGHRI

Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et de Synthèse Organique (99/UR/12-26), Faculté des Sciences de Monastir, 5000 Monastir, Tunisie.

La plante *Eryngium dichotomum* **Desf.** (**Apiacées**) [1] a fait l'objet, dans notre laboratoire, d'une étude biologique et chimique visant la possibilité d'isoler et d'identifier des substances naturelles d'intérêt biologique et thérapeutique. En effet, nos études chromatographiques antérieures ont permis l'isolement du stigmastérol et du 3-*O*-β-D-glucoside stigmastérol [2].

Dans le présent travail nous nous sommes intéressés à l'étude chromatographique de l'extrait butanolique de la partie aérienne de cette plante. Nous avons pu isoler à l'état pur: une flavone glycoside: Naringénine 7-O-α-L-Rhamnopyranosyl-(1 \rightarrow 2)-O-β-D- glucopyranoside 1, le D-mannitol 2 et trois glucides:le β-D-fructofuranose 3, le 2-O-méthyl-α-D-fructofuranose 4 et le sucrose 5. Les structures de ces produits naturels ont été établies à l'aide de techniques spectroscopiques telles que la RMN 1 et 2D et la spectrométrie de masse. Ces substances naturelles sont signalées pour la première fois dans la plante *Eryngium dichotomum* **Desf**.

^[1] Alapetite, G. P. *Flore de la Tunisie*; Publications Scientifiques Tunisiennes, Imprimerie officielle de la République Tunisienne : Tunis (Tunisie), 1981; 564.

^[2] Nacef, S.; Msaddek, M.; Ben jannet, H.; Attia, S.; Chriaa, J.; Bakhrouf, A.; Mighri, Z. J. Soc. Alg. Chim. 2003; 13(2): 163.

SYNTHESE ASYMETRIQUE DE NOUVEAUX β-CETOESTERS OPTIQUEMENT PURS A PARTIR DES ACIDES AMINES NATURELS ET APPLICATION EN SYNTHESE MULTI-ETAPE

Amel Essersi, Ridha Touati et Bechir Ben Hassine

Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR1201) Faculté des Sciences de Monastir, avenue de l'Environnement, 5019 Monastir-Tunisie. E-mail : Bechir. Ben Hassine@fsm.rnu.tn

Les β-cétoesters sont considérés comme étant des intermédiaires importants en synthèse organique, aussi bien dans le domaine des produits naturels que dans le domaine industriel¹. Ainsi, une large gamme de produits ayant des intérêts synthétiques ou pharmacologiques a été préparée au départ des β-cétoesters.

Au cours de ce travail, nous avons réalisé la synthèse asymétrique de nouveaux cétoesters optiquement purs à partir des acides aminés naturels correspondants.

 \mathbf{R} : Ph-, PhCH₂-, H₃C-, i-Pr, i-But

a) Anhydride phtalique , $\rm Et_3N$, b) ImCOIm, $\rm (Mg(OOCCOCH_2COOCH_3)_2$ c) NaBH₄, 0°C, Séparation; d) LiAlH₄, THF, reflux

Nous avons, en premier lieu, protégé la fonction amine des acides aminés optiquement purs avec l'anhydride phtalique qui pourra facilement être clivé ultérieurement. La protection s'est avérée facile à réaliser sans aucune racémisation. En deuxième lieu, nous avons effectué leur condensation, d'abord, sur le carbonyldiimidazole puis, sur le sel de monométhylmalonate de magnésium pour obtenir les -cétoesters correspondants optiquement purs avec des rendements compris entre 78 % et 88%.

Comme applications synthétiques de ces —-cétoesters optiquement purs nous avons préparé dans une première étape une série de nouveaux —-hydroxyesters optiquement actifs en utilisant le borohydrure de sodium comme réducteur dans le méthanol à basse température. Il convient de préciser que, dans tous les cas, un mélange non équimoléculaire de deux diastéréoisomères est obtenu. Les deux diastéréoisomères ont été facilement séparés par chromatographie sur gel de silice.

Dans une deuxième étape nous avons réduits les \Box -hydroxyesters obtenus par LiAlH₄ dans le THF au reflux. Une série de nouveaux 1,3-diols chiraux a été obtenue avec des rendements compris entre 85 et 91%. Ces 1,3-diols sont des intermédiaires très intéressent en synthèse asymétrique². En particulier dans la préparation des ligands chiraux et plusieurs produits d'intérêts pharmaceutiques.

1/ (a) Homquist, C. L.; Roskamp, E. J. *Tetrahedron Lett.*, **1990**, *31*, 4991. (b) West, F. G.; Gunawardena, G. V. *J Org. Chem.*, **1993**, *58*, 5043. (c) Witzemann, I. S.; Nottingham, W. D. *J. Org. Chem.*, **1989**, *54*, 3258 Rychnovsky, S. D. *Chem. Rev.*, **1995**, *95*, 2021-2040.

2/ Ben Hassine, B.; Gorsane, M.; Pecher, J.; Martin, R.H. Bull. Soc. Chim. Belges, 1985, 94 (11), 759.

NOUVELLE SUBSTITUTION NUCLEOPHILE VINYLIQUE ACTIVEE PAR LE DABCO: SYNTHESE D'ESTERS ACRYLIQUES α-(1-ACETOXYALKYLES)-β-CYANES

S. Khamri, T. Turki, H. Amri

Laboratoire de Chimie Organique et Organométallique Faculté des Sciences de Tunis-Campus Universitaire 2092 Tunis-TUNISIE E-mail: hassen.amri@fst.rnu.tn

La synthèse stéréosélective d'alcènes multifonctionnels trisubstitués a pris une importance croissante au cours de ces dernières décennies¹. Dans cette optique, il nous a été possible de rapporter dans un premier temps la synthèse d'une famille d'esters \Box , \Box -insaturés \Box -(1-hydroxyalkylés) de type \mathbf{I}^2 .

$$R^{1}$$
 OH R , R^{1} alkyle, aryle

Dans le présent travail, nous annonçons nos premiers résultats relatifs à la mise au point d'une voie d'accès originale et stéréospécifique, d'une famille d'esters α,β -insaturés α -(1-acétoxyalkylés)- β -cyanés **3-(E,Z)** obtenus à partir d'une double réaction de substitution nucléophile d'iodure vinylique de type Baylis-Hillman **2-Z** ou **2-E** utilisant le 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane (DABCO) comme co-nucléophile et le cyanure de potassium comme nucléophile.

- 1. a) Takai, K.; Tezuka, M.; Utimoto, K. *J. Org. Chem.* **1991**, *56*, 5980. b) Rappoport, Z. *Acc. Chem. Res.* **1981**, *14*, 7.
- 2. a) Ben Ayed, T.; Villiéras, J.; Amri, H. *Tetrahedron* **2000**, *56*, 805. b) Beltaïef, I.; Habaïeb, S.; Besbes, R.; Amri, H.; Villiéras, M.; Villiéras, J. *Synthesis* **1998**, 1765.

SYNTHESE STEREOSELECTIVE DU 2,17-DIHYDROXYHEPTAHELICENE

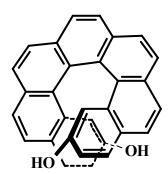
H. Zrida, R. EL Abed, F. Aloui et B. Ben Hassine

Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR1201), Faculté des Sciences de Monastir ; Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir-Tunisie. E-mail :Bechir. BenHassine@fsm.rnu.tn

Des structures et des motifs en forme d'hélices sont ubiquitaire dans la nature. A l'échelle moléculaire l'auto-organisation des molécules en architecture d'hélices simples, doubles et multiples est un phénomène observé pour un grand nombre de molécules naturelles. Il n'est donc pas surprenant de voir l'exploitation de structures et de superstructures hélicoïdales à l'aide de nouveaux systèmes synthétiques supermoléculaires activement poursuivie.

La synthèse des hélicènes constitue le principal objectif des recherches menées dans notre laboratoire, ¹ en raison de leurs structures qui offrent des propriétés intéressantes en catalyse asymétrique² et en chimie médicinale.³

Dans le présent travail nous décrivons une nouvelle approche synthétique pour préparer un bisphénol à structure hélicoïdale optiquement pur en utilisant la méthode classique combinant la réaction de Wittig⁴ et la photocyclodéhydrogénation.⁵



¹⁻ B. Ben Hassine, M. Gorsane, J. Pecher, R. H. Martin; Bull. Soc. Chim. Belg., 1986, 95, 547.

²⁻ R. El Abed, F. Aloui, B. Ben. Hassine, A. Marinetti; J. Organomet. Chem., 2007, 692, 1156.

³⁻ Y. Xu, X. Y. Zhan, H. Sugiyama, T. Osuga, K. Tanaka, J. Am. Chem. Soc., 2004, 126, 6566.

⁴⁻ T. J. Kartz, Anantha Sudhakar, M. F. Teasley, A. M. Gilbert, William E. Geiger, M. P. Robben, M. Wuensch, et M. D. Ward; J. Am. Soc., **1993**, *115*, 3182.

⁵⁻ F. Aloui, R. El Abed, T. Guerfel, B. Ben Hassine, Synth. Commun., 2006, 11, 1557.

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'EFFET DE L'AJOUT DE HMPT, S-HMPT & Se-HMPT SUR LE COMPORTEMENT A LA CORROSION DU CUIVRE EN MILIEU NaCl 0,5M

Meriem BENNIS^{1*}, Nébil SOUISSI², Khaled ALOUANI¹

 Laboratoire de Synthèse Organique par Voies Organométalliques, Département de Chimie, Faculté des sciences de Tunis, Campus universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie.
 Département de Physique – Chimie, Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs d'El Manar, Campus universitaire, BP 244 El Manar I, 2092 Tunis, Tunisie.
 *Auteur correspondant - Email : beni.meri@yahoo.fr

Résumé:

Le cuivre est utilisé généralement dans le chauffage et les systèmes de refroidissement vu sa conductivité thermique, il est l'un des métaux non ferreux les plus utilisés dans l'industrie, les réseaux de distribution de l'eau, les canalisations sanitaire et le chauffage. Ainsi, l'association eau/cuivre est courante. Bien que la dégradation du cuivre en milieu aqueux soit moins importante que d'autres métaux, nous ne pouvons pas ignorer ses conséquences. Ainsi, s'impose la recherche de molécules qui inhibe ou diminue au maximum la corrosion du cuivre. Au cours de ce travail, on s'est intéressé à comparer l'effet inhibiteur de quelques composés organophosphorés : l'hexamethylanimophosphine noté par (HMPT), l'hexamethylaminothio-phosphine (S-HMPT) et l'hexamethylaminoselenophosphine (Se-HMPT), sur la corrosion de cuivre en milieu aqueux (0.5M NaCl)).

En premier lieu, on a réalisé une étude par voltamétrie cyclique évaluant ainsi, le courant et le potentiel de corrosion. Concluant l'existence d'une couche protectrice, on a caractérisé les interfaces cuivre- électrolyte agressif- inhibiteur de nos échantillons moyennant la DRX, la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie à flux atomique (AFM). Ces méthodes d'analyses employées ont démontré que les meilleurs résultats sont illustrés pour le composé séléné.

En second lieu et vu les affirmations obtenues, on a procédé à l'explication de l'aspect mécanistique de l'inhibition de corrosion du cuivre en milieu aqueux par l'hexamethylamino-elenophosphine (Se-HMPT).

A NOVEL ALKALOID FROM THE TUNISIAN PHENIX CANARIENSIS

<u>Saoussen Hammami</u>^a, Hala Jarraya^a, Saoussen Ben Salem^a, Besma Hamdi^b, Abdelhamid Ben Salah^b, Adel Nefzi^c, M'Hamed Ali Hamza^a and Zine Mighri^a

^a Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et de Synthèse Organique (99/UR/12-26), Faculté des Sciences de Monastir, 5019 Monastir, TUNISIE.

^b Laboratoire de Sciences des Matériaux et d'Environnement, Faculté des Sciences de Sfax, BP 802, 3018 Sfax, TUNISIE.

^c Chemistry Department Torrey Pines Institute for Molecular Studies San Diego, CA 92121.

Naturally occurring plants and marine organisms posses the capacity to synthesize a large number of organic compounds exhibiting a variety of biological activities and contributing in controlling the Human Health. In continuation to our contribution to the National and International efforts aiming to valorise Natural sources [1-3], the present contribution deals with the chemical and biological investigation of *phenix canariensis* palm-tree extracts. Column Chromatographic Separations of acetonic extract components led to the isolation of a novel alkaloid. Its structure was determined by means of 1D and 2D NMR experiments as well as X-ray diffraction analysis.

 H^{-N} O CH_2 CH_3

Novel Alkaloid from phenix canariensis

References:

[1] S. Hammami et al., 2006, J. Soc. Alger. Chim., 16 (1), 79.

[2] A. Karoui et al., 2007, Pakistan Journal of Biological Sciences, 10 (15), 2495.

[3] A. Bergaoui et al., 2008, Journal of Essential Oil and Bearing Plants, 11 (1), 112.

Parallel Solid-Phase Synthesis of 2-Imino-4-oxo-1,3,5-triazino[1,2-a]benzimidazoles via
Tandem Aza-Wittig/Heterocumulene-mediated Annulation Reaction and Highly
Regioselective Synthesis of new Tetracyclic 1,3,5-triazino[1,2-a]benzimidazoles

Adel Nefzi

Torrey Pines Institute for Molecular Studies, San Diego, California 92121

The parallel synthesis of a large number of 2-imino-4-oxo-1,3,5-triazino[1,2-a]benzimidazole derivatives *via* a solid-phase 1,3,5-triazino-annulation reaction will be described. The solid-phase approach involves the in situ generation of iminophosphorane derivatives derived from resin-bound 2-aminobenzimidazoles employing Mitsunobu conditions. The subsequent Aza-Wittig reaction of the iminophosphoranes with isocyanates leads to highly reactive carbodiimides, which undergo an intramolecular heterocyclization reaction to form tetrasubstituted 2-imino-4-oxo-1,3,5-triazino[1,2-a]benzimidazoles 1 in high yields and good purity. Using halgenoalky-isocyanates, a second intramolecular cyclization is achieved by concurrent nucleophilic displacement of one of the halogen atoms leading to the tetrahydropyrimido-1,3,5-triazino[1,2-a]benzimidazoles 2.

NOUVELLE VOIE DE SYNHESE DE PHENOLS CHIRAUX A STRUCTURE HELICOIDALE

Faouzi Aloui, Riadh El Abed et Béchir Ben Hassine

Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR1201), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir-Tunisie.

e-mail: Bechir.BenHassine@fsm.rnu.tn

Résumé:

Depuis la préparation du premier hexahélicène sous sa forme optiquement active, ¹ la synthèse des hélicènes est devenue un thème attractif grâce à leurs propriétés optiques ² et électroniques ³ intéressantes. Des études ont montré que l'incorporation d'hétéroatomes tels que l'azote, l'oxygène, le soufre ou même le phosphore dans le squelette hélicénique modifient bien son caractère électronique conduisant, ainsi, à de nouvelles propriétés. Ces composés à structure hélicoïdale ont été utilisés entre autre comme auxiliaires chiraux et ligands en synthèse asymétrique et trouvent une application même dans le domaine de la chimie médicinale. ⁴

Nous avons ciblé la synthèse d'un biphénol à structure hélicoïdale *via* des réactions de couplage, catalysées par un complexe de palladium (II), suivies d'une étape de photocyclisation oxydante.⁵ La résolution de ce biphénol a été réalisée. Les deux énantiomères correspondants (**P**) et (**M**) ont été obtenus sous formes optiquement pures.⁶ Les dérivés ainsi préparés sont actuellement entrain d'être valorisés comme ligands chiraux en catalyse asymétrique.

¹ M. S. Newmann, D. Lednicer, J. Am. Chem. Soc. **1956**, 78, 4765.

² S. Grimme, L. Harren, A. Sobanski, F. Vögtle, Eur. J. Org. Chem., 1998, 1491.

³ T. J. Katz, Angew. Chem., **2000**, 112, 1997; Angew. Chem. Int. Ed., **2000**, 39, 1921.

⁴ a) S. Honzawa, H. Okubo, S. Anzai, M. Yamaguchi, K. Tsumoto, I. Kumagai, *Bioorg. Med. Chem.*, **2002**, *10*, 3113; b) Y. Xu, X. Y. Zhang, H. Sugiyama, T. Osuga, K. Tanaka, *J. Am. Chem. Soc.*, **2004**, *126*, 6566.

⁵ R. El Abed, B. Ben Hassine, G-P. Genêt, M. Gorsane, A. Marinetti, Eur. J. Org. Chem. 2004, 1517, 1522.

⁶ a) F. Aloui, R. El Abed, T. Guerfel, B. Ben Hassine, *Synth. Commun.* **2006**, *11*, 1557; b) F. Aloui, R. El Abed, B. Ben Hassine *C. R. Chimie* **2008**, 1-7, Sous presse.

SYNTHESE DE SULFURES DIALLYLIQUES

Inès Gara, Moufida Romdhani Younes, Mohamed Moncef Chaabouni

Laboratoire de Chimie Structurale Organique : Synthèses et Etudes physicochimiques, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, Campus Universitaire, El Manar I 2092, Tunis,

Les sulfures diallyliques substitués ou non constituent une large gamme de composés présentant des activités biologiques remarquables. Ces molécules possèdent une structure semblable à celle rencontrée dans l'ail et l'oignon; c'est pourquoi elles sont d'excellents inhibiteurs de l'activité des X-ADN polymérase.

De très nombreuses molécules de sulfures diallyliques naturels sont répertoriées, à titre d'exemple, on peut citer les molécules suivantes (Schéma 1).

Schéma 1

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés à la synthèse de nouveaux sulfures diallyliques possédant des groupements alkyles, aryles ou cycliques.

Le mode opératoire que nous avons retenu utilise comme produits de départ les époxydes sur lesquels on fait réagir le mercaptoéthanol. Les diols obtenus sont transformés en thioétherdithiols. Le chlorure d'allyle se condense sur ces derniers pour conduire aux sulfures diallyliques (Schéma 2).

$$R = CH_3; C_2H_5; Cyclohexyl; Ph; PhCH_2-O$$

$$R = CH_3; C_2H_5; Cyclohexyl; Ph; PhCH_2-O$$

$$R = CH_3; C_2H_5; Cyclohexyl; Ph; PhCH_2-O$$

Schéma 2

SYNTHESE DE NOUVEAUX SPIRO-OXAZOLIDIN-5-ONES VIA LA REACTION DE CYCLOADDITION 1,3-DIPOLAIRE

Amira Bahy, Yakdhane Kacem et Béchir Ben Hassine

LABORATOIRE DE SYNTHESE ORGANIQUE ASYMETRIQUE ET CATALYSE HOMOGENE (01 UR 1201)

Faculté des Sciences de Monastir, 5019 Monastir, Tunisie

La cycloaddition 1,3-dipolaire constitue l'un des procédés les plus fructueux pour la synthèse des hétérocycles pentagonaux, difficilement accessibles par d'autres voies de synthèse, tels que : les isoxazolidines, les isoxazolines et les pyrazolines.

Peu de travaux ont été publiés concernant la cycloaddition entre dipôles et composés à double liaison exocyclique.

Les réactions de cycloaddition sont très peu développées avec les diazo-amides¹.

C'est pourquoi il nous a paru intéressant d'étudier la réactivité de ce type de dipôle en cycloaddition 1,3-dipolaire, vis-à-vis des méthylèneoxazolidin-5-ones dans le but de former des composés à jonction spiranique.

Tous les composés ainsi préparés sont nouveaux et ont été identifiés par leurs caractéristiques physiques et spectroscopiques.

¹ I. S. Hutchinson, S. A. Martlin et A. Mete; *Tetrahedron* 58 (**2002**) 3137-3143

Accès aux alcools chiraux par catalyse énantiosélective dans des conditions de chimie verte.

<u>Louisa ARIBI-ZOUIOUECHE</u>, ^a Jean-Claude FIAUD, ^b Saoussen ZEROR, ^a and Jacqueline COLLIN, ^a

^a Groupe de Synthèse Asymétrique et Biocatalyse, LCOA, Université Badji Mokhtar, 23000 Annaba Algérie; E-mail: lzouioueche@yahoo.fr

Les préoccupations en matière de protection de l'environnement imposent aux chimistes la mise en œuvre de nouveaux protocoles de synthèse, via des procédés moins polluants, plus spécifiques, moins consommateurs d'énergie sur la base des principes de chimie verte¹.

Les réactions catalysées dans l'eau sont économiques, écologiques et permettent la séparation aisée des produits de la réaction du catalyseur et son recyclage². Nous avons utilisé le ruthenium (II) coordiné par un ligand hydrosoluble la (S)-phenylprolinamide pour la réduction de cétones prochirales par transfert d'hydrure. La réduction de l'ortho-méthoxyacetophénone en HCOONa comme donneur d'hydrure a conduit à un excellent excès présence de énantiomérique (>99.5%), le catalyseur est recyclé 15 fois sans perte d'activité, ni d'énantiosélectivité. Différentes cétones ont été réduites avec une bonne énantiosélectivité. La réutilisation du catalyseur en changeant le substrat à chaque recyclage a été étudiée et nous avons mis au point une méthode de recyclage « multi substrats » facile. Des réductions successives ont permis d'isoler sept alcools purs, avec une énantiosélectivité similaire à celle obtenue lors d'une réduction simple, sans recyclage³. Nous présentons ensuite une méthode d'évaluation simple de l'activité et de l'énantiosélectivité de plusieurs alcools en une seule analyse. Cette méthode permet une évaluation rapide de différents types de ligands⁴ pour la réduction énantiosélective de cétones.

Mots clés : catalyse énantiosélective -alcools chitaux- ruthenium (II)- multi-substrat- chimie verte-

^b Equipe de Catalyse Moléculaire, ICMMO, UMR 8182,, Université Paris-Sud, 91405 Orsay, France; Tel: 33 (0)1 69154740 E-mail: jacollin@icmo.u-psud.fr

¹ P.T. Anastas, J.C. Warner, Green chemistry: Theory and Practice, Oxford Univ. Press, New York, (1998), p30. ² (a)-H. Y. Rhyoo; H-J. Park; Y.Y. Cheng; Chem. Commun., 2001, 2064-2065,(b)-X.Wu; X. Li; W. Hems; F.

King; J. Xiao; Org. Biomol. Chem., 2004, 2, 1818-1821. (c)-Y. Ma; H. Liu; L. Chen; X. Cui; J. Zhu; J. Deng; Organic Letters; 2003, 5, 12, 2103-2106.

³ S. Zeror, J. Collin, J-C Fiaud, L. Aribi-Zouioueche. J. Mol Cat A 2006, 256, 85-89

⁴ 5- S. Zeror, J. Collin, J-C. Fiaud, L. Aribi-Zouioueche, Adv.Synth.Catal. 2008, 350, 197.

Nouvelle voie de synthèse des 1,1-dioxo-1,2-thiazétes

Sana Eltaief, Jamil Kraiem et Béchir Ben Hassine

Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR1201), Faculté des Sciences de Monastir ;Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir-Tunisie.

E-mail :Bechir.BenHassine@fsm.rnu.tn

Les composés organiques azotés sont très répandus dans la nature et jouent un rôle vital dans le métabolisme de toutes les cellules vivantes. D'autre part, plus de 75% des médicaments renferment des composés azotés¹. Les 1,1-dioxo-1,2-thiazétes peuvent être parmi les composés utilisés comme produit de départ pour accéder aux substances hétérocycliques azotés par cycloaddition.

Malgré cet intérêt synthétique des 1,1-dioxo-1,2-thiazétes, nous remarquons que ces composés sont peu étudiés. En effet, le dépouillement de la littérature montre que les travaux décrivant leurs synthèses sont relativement rare.

Notre travail est une contribution à la synthèse et l'étude structurale de certains parmi ces composés.

Dans cette contribution, nous présentons une nouvelle voie de préparation des 1,2 thiazétes à partir de l'acide tartrique. Il s'agit d'une voie alternative qui comporte 3 étapes, en utilisant des méthodes de synthèse classique et des techniques de purification relativement simple. Les différents intermédiaires ainsi que les produits finaux ont été obtenu avec de bons rendements.

HOOC NHSO₂CI
$$Et_3N$$
 CH_2Cl_2/H_2O $ROOC$ ROO

¹. W. D. Emmons, J. Am. Chem. Soc. 1957, 79, 5739.

ISOLEMENT ET ELUCIDATION STRUCTURALE D'IRIDOIDES GLUCOSIDIQUES ANTIFONGIQUES DE LA PLANTE *LINARIA HETEROPHYLLA Desf.* POUSSANT EN TUNISIE.

Ahlem TEKAYA-KAROUI^a, Saoussen HAMMAMI^a, Hichem BEN JANNET^a, Naima BOUGHALLEB^b, M'Hamed Ali HAMZA^a et Zine MIGHRI^a

^a Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et de Synthèse Organique (UR 99/12-26) – Faculté des Sciences de Monastir, 5019 Monastir Tunisie.

Notre laboratoire contribue à la valorisation de plantes médicinales poussant en Tunisie en vue de découvrir des extraits et des substances naturelles à intérêt biologique et thérapeutique. La plante *Linaria heterophylla Ssp eu-heterophylla* var. *stricta* de la famille des Scrophulariaceae est l'une des espèces faisant l'objet dans notre laboratoire, d'une étude phytochimique et biologique dans l'espoir d'isoler des métabolites secondaires susceptibles d'être biologiquement actifs.

Le présent travail décrit les séparations chromatographiques que nous avons effectuées sur l'extrait butanolique de cette plante ayant permis l'isolement de quatre iridoïdes glycosidiques deux à deux en mélange (1+2) et (3+4). Leurs structures ont été elucidées à l'aide de la RMN 1D (¹H, ¹³C et le DEPT 135) et 2D (¹H-¹H COSY, HMQC, HMBC et NOESY) consolidées par la spectrométrie de masse en mode FAB.

L'évaluation du pouvoir antifongique des deux mélanges (1+2) et (3+4) envers une série de souches phytopathogènes a permis de signaler que les deux échantillons possédent une activité antifongique significative en particulier vis-à-vis du *Fusarium oxysporum f.sp Niveum* et *Alternaria solani* se traduisant respectivement par une zone d'inhibition de 14 mm et 29 mm de diamètre à la concentration de 1 mg/mL.

6-O-Senecioylantirrinoside

6-O-Angeloylantirrinosid

7-hydroxyharpagide

^b Laboratoire de Phytopathologie à l'Institut Supérieur Agronomique de Chott Mériem, Sousse-Tunisie

IDENTIFICATION DES CARDENOLIDES DU NERIUM OLEANDER PAR LC-DAD-UV-MS

Dorsaf OUBIRA, Thouraya SKANJI, Sami BARREK, Hédi ZARROUK Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique, Laboratoire de Recherche sur les Plantes, Pole technologique Sidi Thabet-2020

L'espèce *Nerium Oleander* L., communément appelée laurier rose et connue sous le nom vernaculaire arabe «Defla», est une plante ornementale appartenant à la famille des Apocynacées qui est largement distribuée en régions méditerranéennes et subtropicales ainsi qu'au sud-ouest des états unis. Bien qu'utilisée principalement comme plante ornementale, ses propriétés toxicologiques et médicinales sont connues et font l'objet de nombreux travaux. En effet, les feuilles du laurier rose ont été largement étudiées et sont réputées pour être cardiotoniques, diurétiques, immunologiques et présentent des activités anti-inflammatoires, antibactériennes, antivirales, anticancéreuses, antinociceptive etc...

Toutefois, les autres parties aériennes du laurier rose n'ont fait l'objet d'aucun travail de point de vue composition et activités biologiques. De ce fait, nous avons décidé de contribuer à l'étude physico-chimique et des fleurs et des gousses du fruit du laurier rose visant la possibilité d'isoler et d'identifier de nouvelles substances naturelles d'intérêt biologique et thérapeutique.

Dans ce contexte, nous présentons dans ce travail l'étude de l'extrait éthanolique des fleurs du laurier rose au moyen du couplage HPLC/DAD/MS. Nous avons pu identifier grâce à l'analyse approfondie des spectres de masse réalisés en mode ionisation electrospray négatif, quelques substances naturelles présentant un mélange complexe de cardenolides ayant la structure générale représentée par le **Schéma 1.**

Schéma 1

e-mail : <u>oubira_dorra@yahoo.fr</u> thouraya.skanji@inrap.rnrt.tn

ETUDE DES PROPRIETES OPTOELECTRONIQUES DE NOUVEAUX THIAHELICENES PREPARES

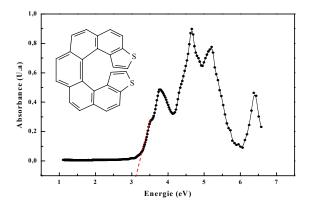
S. Moussa; R. El Abed; F. Aloui et B. Ben Hassine

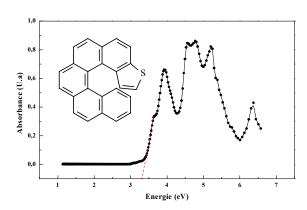
Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR201), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir-Tunisie

E-mail: Bechir. BenHassine@fsm.rnu.tn

Les thiahélicènes sont des composés hétérocyclique qui intègrent dans leur structure le motif thiophènyl. Dans le domaine de la synthèse organique asymétrique¹, ils occupent une place de plus en plus importante et possèdent d'excellentes propriétés optoélectroniques. Leurs synthèses exigent plus d'étapes que les carbohélicènes² correspondants.

Dans cette communication, nous décrivons la synthèse et l'étude de propriétés optoélèctroniques³ de nouveaux thiahélicènes ainsi que l'effet de la position de l'atome de soufre dans la structure hélicénique sur cette propriété. Leur caractérisation par spectroscopie UV-visible montre que la valeur de l'énergie du gap et inférieur à 3,5 eV ce qui permet de classer ces matériaux comme étant des semi- conducteurs organiques.





^{1.} B. Ben Hassine, M. Gorsane, J. Pecher, R. H. Martin; Bull. Soc. Chim., Belges 1986, 95, 547

^{2.} T. Caronna; M. Catellani; S. Luzzati; L. Malpezzi; S. Meille; A. Mele; C. Richter, R. Sinisi; Chem. Mater, **2001**, 13, 3906-3914.

^{3.} Ph. Leclere, M. Surin, P. Viville, R. Lazzaroni, A. F. M. Kilbinger, O. Henze, W. J. Feast, M. Cavallini, F. Biscarini, A. P. H. J. Schenning, E. W. Meijer; Chem. Mater, **2004**, 16, 4452.

SYNTHESE DE TETRAHYDROTHIOPHENES 2,4-BIFONCTIONNELS A PARTIR D'ADDUITS DE MANNICH

M. OULD M'HAMED, H. M'RABET, M. L. EFRIT *

Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique, Département de Chimie Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie.

L'action du mercaptoacétate de méthyle et le mercaptoacétonitrile sur les sels d'ammonium des adduits de Mannich $\underline{\mathbf{1}}$ conduit aux thiols allyliques β –fonctionnalisés $\underline{\mathbf{2}}$ [1,2].

EWG = CN, CO₂Et, PO(OEt)₂, $p.NO_2Ph$ Y = CN, CO₂Me

Les hydrogènes du groupement méthylène en \Box du groupement attracteur Y étant mobiles, les synthons $\underline{\mathbf{2}}$ sont facilement convertis, en présence de tertiobutylate de potassium en carbanions correspondants.

Par ailleurs, ces intermédiaires, qui possèdent un carbone éthylénique, peuvent se cycliser, via une addition de Michael intramoléculaire, en tétrahydrothiophènes $\underline{\mathbf{3}}$. Les composés $\underline{\mathbf{3}}$ ainsi obtenus, apparaissent sous forme d'un mélange de deux diastéréoisomères cis/trans [11,12].

EWG = CN, CO2Et, PO(OEt)₂, $p.NO_2Ph$ Y = CN, CO₂Me

- [1] H. Mrabet, H. Zantour. J. Soc. Alger. Chim., 2004, 14, 197.
- [2] F. Yaccoubi, M. L. Efrit, H. Zantour. J. Soc. Chim. Tunisie, 2005, 7, 89.
- [11] D. Zbigniew. Bull. Pol. Acad. Sci. Chem., 1986, 34, 225.
- [12] E. Hauptman, R. Shapiro, W. Marshall. Organometallics, 1998, 17, 4976.

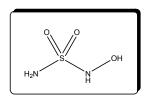
Synthèse de l'hydroxylsulfamide et ses dérivés

A. H. HAJRI et G. DEWYNTER (EPAM Bizerte et Laboratoire de chimie organique IUT Nîmes)

Intérêt biologique de l'hydroxylurée : L'hydroxylurée a été synthétisé en Allemagne en 1869 par Dressler et Stein¹.

La première activité biologique a été remarquée lors des tests réalisés par Rosenthal et collaborateurs² sur des animaux atteints de leucopénie. En 1963, Stearns et collaborateurs³ ont trouvé que l'hydroxylurée était active contre la L-1210 (leucémie murine multitransplantée). Il a été remarqué que l'utilisation d'une dose importante d'hydroxylurée pour des patients atteints du HIV, n'a pas un effet bénéfique et cause probablement la mort des cellules. Dans ce cas l'hydroxylurée a deux effets intéressants (diminue la synthèse des désoxyribonucléosidetriphosphates et facilite la transformation de l'AZT en triphosphates).

Compte tenu de l'importance de l'hydroxylurée dans l'inhibition de la synthèse de l'ADN, nous avons envisagé d'en préparer des analogues sulfonylés afin de pouvoir moduler les potentialités pharmacologiques du composé-modèle. La structure de base de cette série est la N-hydroxysulfamide.



Synthèse de l'hydroxylsulfamide et ses dérivés :

1) Préparation du N-Boc, N'-(O-alkoxy)-sulfonydiamide: Elle est réalisée en deux étapes: une formation du chlorosulfonyle carbamate de *tert*butyloxycarbonyle en utilisant l'alcool *tert*butylique. Le composé ainsi formé a réagi en présence de triéthylamine avec le sel de O-alkoxyamine. La réaction est rapide et fourni les produits escomptés

$$N = C = 0$$
 1)t-BuOH $N = C = 0$ 2) RONH₂, HCl $N = C = 0$ NHBoo

2) Clivage des protections: Cette réaction a été réalisée dans les conditions adéquates et conduit au produit escompté, caractérisé par RMN du proton et spectrométrie de masse.

Conclusions : Deux des composés préparés, lors de réactions quantitative, ont été testés pour évaluer leur activité biologique cytotoxique, antivirale, antiproliférative et fongicide.

Aucun des deux composés n'a montré une cytotoxicité significative malgré les doses élevées utilisées pour les trois cellules différentes utilisées: CEM, Vero et PBMC. L'hydroxylurée est un inhibiteur de la ribonucléotide réductase. En remplaçant le groupement carbonyle par le sulfonyle, nous avons pensé influencer l'activité pharmacologique. Malheureusement, les hydroxylsulfamides, combinés avec la ddI, n'ont pas amélioré cette activité. Ce manque d'activité et l'absence de cytotoxicité, même en utilisant des doses élevées, laissent supposer que ce type de composés n'inter-réagit pas avec les ribonucléotides réductases cellulaires et virales. D'autres modifications, apportées à l'hydroylurée et/ou aux hydroxylsulfamide, pourront être plus efficaces.

¹ W.F.C. Dressler et R. Stein; Justus Liebigs Ann. Chem. Pharm; **1869**, 150, 242

² F. Rosenthal, I. Wislicki et L. Kollek; Klin. Wochenschr; **1928**, 7, 972

³ B. Stearns, K.A. Losee et J. Bernstein; J. Med. Chem; **1963**, 6, 201

SYNTHESE DE NOUVELLES 4-ALKYL-2-[(2S)-1-PHENYLSULFONYLPYRROLIDIN-2-YL]-1,3-DIAZETES CHIRALES

Tka Najeh, Ben Hassine Béchir.

Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01 UR 1201) Faculté des Sciences de Monastir-5019 Monastir Tunisie.

Les hétérocycles à quatre chaînons contenant deux atomes d'azote sont très recherchés en chimie médicinale et organique¹. Ils représentent une classe importante d'hétérocycles grâce à leur similarité aux β -lactames qui sont des antibiotiques très actifs².

Au cours du présent travail, nous décrivons la synthèse d'une nouvelle série de 4-alkyl-2-(2(S)-1-phénylsulfonylpyrrolidin-2-yl)-1,3-diazetes chiraux en trois étapes au départ d'acide aminé naturel. (Schéma 1)

Le (2S)-1-benzenesulfonylpyrrolidine-2-carbonitrile **1** optiquement pur, facilement préparable au départ de la (L)- proline¹, réagit avec l'hydrochlorure de l'hydroxylamine en présence de deux équivalents de triéthylamine pour donner le (2S)-1-benzenesulfonylpyrrolidine-2-carboxamidoxime correspondant **2**. Ce dernier subit une cyclisation intramoléculaire en se condensant avec des aldéhydes aliphatiques et aromatiques pour fournir les 4-alkyl-2-[(2S)-1-phénylsulfonylpyrrolidin-2-yl)-1,3-diazetes **3a-g** désirées avec de bons rendements chimiques (schéma1).

 $\boldsymbol{a}:R=H;\,\boldsymbol{b}:R=Me;\,\boldsymbol{c}:R=Ph;\,\boldsymbol{d}:R=p-Ph-Me;\,\boldsymbol{e}:R=p-Ph-OMe;\,\boldsymbol{f}:R=o-Ph-Cl\ ;\,\boldsymbol{g}:R=o-Ph-CN.$

Schéma1. Synthèse de 4-alkyl-2-(2(S),1-phénylsulfonyl-2-pyrrolidyl)-1,3-diazetes **3a-g.** Réactifs de la réaction : (a)³;(b) NH₂OH.HCl/ Et₃N /CHCl₃;(c) RCOH, APTS, toluène ou xylène.

- 1. Paquette, L. A. Webber, P. Simpson, L. Org. Lett. 2003, 5, 177-180.
- 2. Scott, M.; Worken, R.; Sejal, P.; Andy, B. Neuropharmacology. 2008, 55, 865-870.
- 3. N. Tka et al. C. R. Chim. (2008), doi:10.1016/j.crci.2008.09.004. (sous presse)

SYNTHESE DE NOUVEAUX SPIROHETEROCYCLES A BASE DE L'ISOQUINOLEINE-1,3-DIONE VIA LA CYCLOADDITION 1,3-DIPOLAIRE

Nafâa Jegham, Yakdhan Kacem, Jamil Kraiem, Béchir Ben Hassine Laboratoire de Synthèse Organique Asy²métrique et Catalyse Homogène (01UR1201), Faculté des Sciences de Monastir, Bd. de l'Environnement, 5019 Monastir. Tunisie.

La cycloaddition 1,3-dipolaire est une méthode très exploitée pour la synthèse de composés hétérocycliques ayant différentes structures et propriétés. Néanmoins, la préparation des spirohétérocycles à base d'isoquinoleine via cette voie reste peu étudiée. Notre contribution consiste à préparer de nouveaux spirohétérocycles à base de l'isoquinoleine-1,3-dione via la réaction de cycloaddition des arylnitriloxydes avec les (E)-4-arylidéne-(4H)-isoquinoléine-1,3-diones. La première étape a porté sur en la préparation de quatre nouvelles énones à double liaison exocyclique par condensation de *N*-phénylisoquinoléine-1,3-dione avec des aldéhydes parasubstitués :

Cette réaction a été réalisée dans le chloroforme et en présence de pipéridine avec des rendements chimiques compris entre 55% et 70%. Une étude spectrale détaillée de ces dipolarophiles a été réalisée par RMN et IR-TF.Des réactions de cycloaddition des (E)-4-arylidéne-(4H)-isoquinoléine-1,3-diones avec trois arylnitriloxydes ont été réalisées au reflux du toluène et en présence de triéthyamine. Des rendements chimiques allant de 50 à 65 % ont été obtenus. Les structures des différents cycloadduits obtenus ont été confirmées par spectroscopies RMN¹H et ¹³C et élucidées par diffraction des rayons X. Les résultats montrent que la réaction est régiospécifique et diastériosélective dans tous les cas et donne lieu à deux cycloadduits.

1 aton , K.W., 1 chinami K.J. Teluneuron.Len . 1994, 55,5105

² Kisel, V. M.; Kostyrko, E. O.; Kovteninko, A. Chemistry of Heterocyclic Compounds. **2002**, 38,1295

¹ Paton ,R.M.; Penmann K.J. *Tetahedron.Lett* . **1994**, 35,3163

Chemical characterization of polyphenol-rich extracts obtained from some selected Tunisian plants and evaluation of their antioxidant activity

Imed Eddine HASSEN, Chaouki BELGACEM, Aymen JELASSI, Sonia FEKIH-ZAGHBIB

Abstract

To prevent health damages caused by oxidative reactions (cancer, cardiovascular diseases,...), one of the recommended solutions consist of including in human diet some natural or prepared food or beverage which are rich in antioxidant compounds.

A large number of reported studies have showed the important role played by dietary antioxidants such as tocopherols, ascorbates and carotenoids. Nevertheless, the structure complexity of many polyphenols extracted from plant materials and the "structure-activity relationship" of these compounds are still interesting scientists.

The aim of this work is to provide an optimized approach for polyphenols extraction and analysis from some selected Tunisian plants. Antioxidant activity of extracts was also carried out according to the 'Radical Scavenging Activity' method.

Four extraction methods were compared: Maceration (M), Soxhlet Extraction (SE), Microwave Assisted Extraction (MWAE) and Ultrasonic Assisted Extraction (USAE). Best yields were obtained by SE and MWAE. SE method was selected, with methanol as solvent of extraction. Crude extracts were fractionated with increasing polarity solvents.

Twenty three compounds of interest (flavonoids, phenolic acids and coumarins) were separated by liquid chromatography in relatively convenient time (45 minutes). LC-MS-MS equipped with an APCI ionization source allowed detection and quantification of analytes. Maximum selectivity for separated compounds was obtained in MRM mode.

Finally, antioxidant activity of different extracts was evaluated and results were correlated with total phenolic and total flavonoid amounts, which were measured by colorimetric reactions.

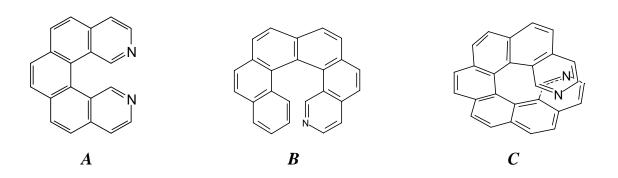
Synthèse et détermination des propriétés optoélectroniques des azahélicènes

H. Reguez; R. El Abed; F. Aloui et B. Ben Hassine

Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR201), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir-Tunisie E-mail : Bechir.Benhassine@fsm.rnu.tn

La structure hélicénique du type azahélicène peut être exploitée dans la préparation de matériaux tels que les cristaux liquides⁽¹⁾. Leur tendance à s'organiser pour former des colonnes permet la formation de ces matériaux et des films avec des propriétés optiques spécifiques. D'autre part ils ont été utilisés en tant qu'auxiliaires chiraux dans la synthèse asymétrique en quantités stœchiométriques et parfois catalytiques ⁽²⁾.

Au cours de ce travail nous avons réalisé la synthèse de trois nouveaux azahélicènes à savoir le 2,13-diazapentahélicène (**A**), le 2-monoazahexahélicène (**B**) et le 2,17-diazaheptahélicène (**C**). La méthode de synthèse des diaryléthylènes précurseurs de ces azaheptahélicènes est basée sur deux voix synthétiques différentes ; la réaction de bis-wittig et la réaction de Heck qui a été développée dans notre laboratoire⁽³⁾. Par la suite nous avons déterminé les propriétés optoélectroniques⁽⁴⁾ de ces azahélicènes préparées par la spectrométrie UV Visible.



- **1-**T. Verbiest, S. Sioncke, L. Vyklicky, T. J. Katz; Angew. Chem. Int. Ed., **2002**, 41, 3882.
- 2-B. Ben Hassine; « Thèse d'Etat », Faculté des Sciences de Tunis, 1986.
- **3-** R. El Abed, B. Ben Hassine, J-P. Genêt, M. Gorsane, A. Marinetti; Eur. J. Org. Chem., **2004**, 1517.
- 4-L. Akcelrud, Prog. Polym. Sci., 1963, 28, 875-962.

ELABORATION DE POLYETHERS A PARTIR DES SOUS PRODUITS AGRICOLES : CARACTERISATION PAR MALDI-TOF ET RMN

Hana Gorgi^a, Moez Akam Hani^a, Saber Chatti^a, Hatem Ben Romdhane ^b, Damien Prim ^c

Nous nous intéressons à l'utilisation et la valorisation non alimentaire de la biomasse végétale, dans un contexte aujourd'hui favorable lié à l'explosion du prix du pétrole ainsi que l'épuisement de ses ressources. Nous utilisons des procédés de synthèses peu onéreux et faciles à mettre en œuvre, pour réaliser la transformation de produits issus du traitement chimique des déchets végétaux en composés et matériaux à haute valeur ajoutée.

Pendant ces dernières années, nos travaux de recherches se sont focalisés sur un diol aliphatique chiral issu de l'amidon de maïs : isosorbide (Is :1).

$$Is:1$$

$$F \longrightarrow SO_2 \longrightarrow F$$

$$DFDPS:2$$

$$E \longrightarrow C \longrightarrow C \longrightarrow F$$

$$DFTPC:3$$

$$DMSO / Toluène$$

$$K_2CO_3, 140°C$$

$$DFTPC:3$$

$$DFTPC:3$$

$$DFTPC:3$$

$$DMSO / Toluène$$

$$F \longrightarrow C \longrightarrow C \longrightarrow C \longrightarrow C$$

$$DFTPC:3$$

La polycondensation de l'isosorbide (1) avec le DFDPS (2) ou le DFTPC (3) permet l'obtention de nouveaux poly(éther-sulfone)s (PES) et des poly(éther-cétone)s (PEC).

L'optimisation des conditions opératoires (temps de réaction, concentration et excès des monomères) donne des polymères avec de hauts poids moléculaires et d'excellents rendements. La caractérisation des poly(éther-sulfone)s par la spectrométrie de masse MALDI-TOF montre une abondance de structures cycliques. Ces polymères sont obtenus avec un rendement élevé de 97% et une viscosité inhérente de 0,65 dL/g.

Les poly(éther-cétone)s linéaires sont les produits prédominants de la réaction de polycondensation entre l'isosorbide et le DFTPC(3). Le rendement est de 97% et la viscosité inhérente est de 0,31 dL/g.

Les structures des PES et PEC ont été confirmés par des analyses complémentaires comme : la RMN du proton et du carbone, la DSC, l'IRTF.

^a Laboratoire de Chimie Verte, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique, Pôle Technologique de Sidi Thabet, 2020 Sidi Thabet, Tunisia

^b Faculté des sciences Tunis, campus universitaire,2092 El Manar Tunis,Tunisie

^c Institut Lavoisier de Versailles UMR CNRS 8086, Universite' de Versailles-Saint-Quentin-en-Yvelines, 45 Avenue des Etats-Unis 78 035 Versailles Cedex, France

NOUVELLE SYNTHESE DU 2,17-DIBROMOHEPTAHELICENE

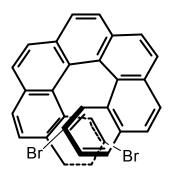
A. Hajri; R. El Abed; F. Aloui et B. Ben Hassine

Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR201), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir-Tunisie

E-mail: Bechir. BenHassine@fsm.rnu.tn

De nos jours l'intérêt porté aux composés hélicéniques ne cesse d'augmenter, vu leurs configurations spatiales générées par la disposition orthocondensée¹ des cycles aromatiques. Les propriétés optiques et électroniques extraordinaires ont donné à ces composés une grande importance dans des domaines aussi divers que la catalyse asymétrique^{2a, b} et les cristaux liquides.³

D'autres part, la compilation de la littérature, montre que très peu de dérivés dihalogénés des hélicénes ont été décrits. Afin d'enrichir la gamme de ces composés, nous décrivons au cours de ce travail la synthèse du 2,17- dibromoheptahélicène sous forme racémique. Nous comptons par la suite effectuer son dédoublement et l'utiliser comme ligand en synthèse asymétrique.



¹⁻R.H.Martin, N.Defay, H.P.F.igeys, M.Flammang-Barbieux, J.P.Cosyn, M.Gelbcke, J.J.Schurter; Tetrahedron, **1969**, 25,4985.

²⁻ a) B.Ben Hassine, M. Gorsane, J. Pecher, R.H. Martin; Bull.Soc. Chim., Belges **1986**, 95, 547. b) R. El Abed, F. Aloui, B. Ben Hassine, A. Marinetti; J. Organomet. Chem., **2007**, 692, 1156.

³⁻ C. Nukolls, T.J. Kartz; J. Am. Chem. Soc., 1998, 120, 9541.

RETENTION DE COLORANTS PAR LA NANOFILTRATION

Guy Tiama Ballet, Amor Hafiane, Mahmoud Dhahbi*

Laboratoire Eau et Technologies Membranaires, CERTE, BP 273, Soliman 8020 TUNISIE.

*Tel.: +216 79412798; fax: +216 71430934. E-mail address: mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn .

Les eaux de rejet textile sont chargées en colorants, sels et divers additifs chimiques. Les colorants en particuliers sont toxiques et résistent à toutes les méthodes de traitement conventionnelles. Les techniques de séparation membranaire sont considérées à nos jours comme des méthodes compétitives pour la dépollution des ces eaux de rejet.

On se propose au cours de cette étude d'appliquer la nanofiltration (NF), une méthode de séparation membranaire qui se situe entre l'Osmose Inverse et l'Ultrafiltration, à la rétention de différents colorants et à la compréhension des phénomènes intervenant dans cette séparation. L'étude a été faite pour deux colorants anioniques; Orange de méthyle (OM, M_w :327,34g.mol⁻¹) et Orange de crocéine G (OG, M_w :350,33g.mol⁻¹), et un colorant cationique; Safranine T (ST, M_w :350,85g.mol⁻¹) sur une membrane de nanofiltration de charge négative type HL. On observe une meilleure rétention du colorant ST (98%) suivie de OG (94%) et de MO (90%). Ces taux de retentions dépendent néanmoins des paramètres opératoires (pression appliquée, pH, force ioniques). On note aussi une diminution du flux de perméat au cours du temps dû à l'adsorption des colorants à la surface de la membrane. Ce phénomène d'adsorption qui intervient dans le mécanisme de rétention dépend de la nature de colorant.

Les résultats expérimentaux ont été traités au moyen du modèle de Speigler Kedem, modèle théorique basé sur les équations phénoménologiques de la thermodynamique irréversible, et les paramètres de transport tels que le coefficient de réflexion (σ) et la perméabilité de la membrane au soluté (Ps) ont été déterminés.

Mots clés: Colorant, Nanofiltration, Modèle de Speigler Kedem.

CHEMICAL COMPOSITION AND PROFILE CHARACTERISTICS OF OSAGE ORANGE *MACLURA POMIFERA* (Rafin.) SCHNEIDER SEED AND SEED OIL

Fatnassi Saloua^a, Nehdi Imed Eddine^a, Zarrouk Hedi^a

^aLaboratory of Lipid Corps, Institute of Research and Physico-Chemical Analysis, Technical Pole, 2020 Sidi Thabet, Ariana, Tunisia

Abstract

Studies were conducted on the properties of seeds and oil extracted from Maclura pomifera seeds. The following values (on a dry-weight basis) were obtained for M. pomifera seed, respectively: moisture 5.88%, ash 6.72%, oil 32.75% and the high protein content 33.89%. The carbohydrate content (20.76%) can be regarded as a source of energy for animals if included in their diets. The major nutrients (mg/100 g of dray matter) were: potassium (421.65), calcium (218.56) and magnesium (185.00). The physicochemical properties of the oil include: the saponification number 174.57; the iodine value 141.43; the p-anisidine value 1.86; the peroxide value 2.33megO₂/kg; the acid value 0.66; the carotenoid content 0.59 mg/100 g oil; the chlorophyll content 0.02 (mg/100 g oil) and the refractive index 1.45. Polymorphic changes were observed in thermal properties of M. pomifera seed oil. This showed absorbency in the UV-B and UV-C ranges with a potential for use as a broad spectrum UV protectant. The main fatty acids of the crude oil were linoleic (76.19%), oleic (13.87%), stearic (6.76%) and palmitic acid (2.40%). The polyunsaturated triacylglycerols (TAGs) LLL, PLL, POL + SLL, OLL, OOL (L: linoleic acid, O: oleic acid, P: palmitic acid and S: stearic acid) acids were the major TAGs found in M. pomifera seed oil. A relatively high level of sterols making up 852.93 mg/100 g seed oil was present. The sterol marker, β-sitosterol, accounted for 81% of the total sterol content in the seed oil and is followed by campesterol (7.4%), stigmasterol (4.2%), lupeol (4.1%) and Δ^5 -avenesterol (3.2%). The seed oil was rich in tocopherols with the following composition (mg/100 g oil): α-tocopherol 18.92; γ-tocopherol 10.80; β-tocopherol 6.02 and δtocopherol 6.29. The results showed that M. pomifera seed oil could be used in cosmetic, pharmaceutical and food products.

Selective catalytic reduction of NOx by NH₃ on V-Mo-ZSM-5 catalysts

M. Mhamdi^{*1}, A. Ghorbel¹, G. Delahay²

¹Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 Tunis, Tunisie; ²Institut Charles Gerhardt Montpellier, UMR 5253, CNRS-UM2-ENSCM-UM1, Eq. "Matériaux Avancés pour la Catalyse et la Santé", ENSCM (MACS - Site la Galéra), 8, rue Ecole Normale, 34296 Montpellier Cedex 5, FRANCE.

Zeolites exchanged with transition metal ion are becoming increasingly interesting for numerous scientific and industrial applications. NOx emissions from both mobile and stationary sources are a problem of great concern nowadays, and several methods were proposed in order to meet the current NOx legislation emission limits. In the case of stationary sources, the selective catalytic reduction of NOx by ammonia is to date considered the best available technology, being able to reduce NOx emission at ppm levels. The aim of this work is to study the effect of the molar ratio of V+Mo/Al on the physico-chemical properties of vanadium and molybdenum loaded ZSM-5 catalysts and their catalytic performance in SCR of NOx by ammonia.

XRD patterns of the samples with V+Mo/Al = 2/3 and 1 were similar to that of H-ZSM-5 which suggests that the metal species (i.e. oxide, cations...) are well dispersed through the zeolites structure. In contrast, peaks at $2\theta = 39^{\circ}$ was detected on the samples prepared with V+Mo/Al = 4/3 or 2, which indicates the presence molybdenum oxide crystallized particles with a size less than 5 nm as measured from the line width. Nevertheless, N₂ BET measurements show a decrease of the surface area which can be induced by the presence of oxide aggregates sufficiently voluminous to block the pore inside or at the enter of channels of the zeolite. Moreover, some structure changes are also observed from 27 Al-MAS-NMR after addition of molybdenum only. In fact, the surface of the NMR peak at 0 ppm, commonly attributed to octahedral non framework aluminium increase with molybdenum content. This means that the framework is modified after the solid-state reaction at 500°C with molybdenum.

The NH $_3$ TPD profiles of the V-Mo-ZSM-5 samples show a decrease of high temperature peak surface after the increase of molybdenum loading. This result may be explained by the lowering of the amount of Brönsted acid sites due to interaction between Mo and V ions. The TPR profiles of Mo-ZSM-5 exhibit two reduction peaks at 580 and 920°C corresponding to the reduction of Mo $^{6+}$ into Mo $^{4+}$ and to the reduction of Mo $^{4+}$ into Mo 0 , respectively. On the other hand, V-ZSM-5 led to a broad asymmetric feature around 710°C, which has been previously attributed to the reduction of V $^{5+}$ into V $^{3+}$. Finally, the TPR profiles of V-Mo-ZSM-5 catalysts seem more like a superposition of both Mo and V-catalysts TPR profiles.

The comparison of the IR spectra between the parent zeolite and the solid-state exchanged samples show that the intensity of the bands assigned to strong Brönsted acid sites (Si-OH-Al) and that attributed to bridging silanols Si-OH underwent a great decrease after solid-state ion exchange. Solid-state exchange of V and Mo was thus performed on Si-OH-Al and Si-OH sites. Further information on the nature of the grafted surface species was obtained by raman spectroscopy. The spectra of V-Mo-Zeolite catalysts show a main bands at 995 cm⁻¹ that is characteristic of the Mo=O stretching mode of surface monooxo molybdenum oxide species. A second centred at 818 cm⁻¹ is characteristic of MoO₃ crystallite.

In the NO-SCR by NH₃, we note the highest reduction activity and selectivity on catalyst containing both vanadium and molybdenum than catalysts issued only from molybdenum or vanadium. On the basis of characterization data it has been suggested that the observed synergism in the SCR reaction is related to the existence of electronic interaction between the V and Mo species.

ETUDE DES PHENOMENES D'INTERFERENCES LORS DU DOSAGE DU STRONTIUM DANS LES SAUMURES PAR SAAF

K. Trabelsi, H. Hammi, A. M'nif

Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux Pôle technologique de Borj Cédria B.P 95, 2050 Hammem Lif Tunisie E-mail: mnif.adel@inrst.rmrt.tn

Les saumures naturelles sont des solutions aqueuses fortement concentrées en sels océaniques. La teneur globale en sels peut atteindre 350 g L⁻¹ soit dix fois celle de l'eau de mer. La matrice étudiée est très complexe, elle comporte une multitude d'éléments, parmi eux il y a ceux qui sont majeurs (Mg²⁺, Na⁺, K⁺, Cl⁻ et SO₄²⁻), d'autres mineurs (Ca²⁺, Br⁻, F⁻...) et enfin parmi les constituants se trouvant à l'état de trace il y a le strontium. Cet élément n'a pas fait l'objet de beaucoup d'études antérieures dans ce type de solutions. Ce travail fait parti d'une étude effectuée pour la mise au point d'une méthode d'analyse pour le dosage du strontium dans les solutions de saumures naturelles.

L'identification des éléments perturbateurs et la mise en évidence des difficultés rencontrées lors du dosage du strontium par les méthodes recommandées (SAAF et ICP) pour sa détermination dans les matrices minérales nous ont incités à déterminer la nature de ces perturbations. L'étude expérimentale a montré qu'il s'agit particulièrement d'interactions d'ionisation, de dissociation et volatilisation et de superposition de bandes.

L'ajout des tampons spectrochimiques et l'optimisation de la nature de la flamme ont permis l'élimination de l'effet du sodium, potassium et calcium. Toutefois, l'effet du magnésium a persisté ce qui nous a conduit à son élimination par précipitation sélective en ajoutant l'ammoniaque comme base forte pour former l'hydroxyde de magnésium. Nous avons réussi à atteindre un rendement d'élimination de l'ordre de 95% sans affecter la concentration de départ du strontium.

Mots clés : strontium, SAAF, interférences, saumures.

Etude de l'élimination du bore par les procédés de Nanofiltration et d'Osmose Inverse

Amine MNIF, Béchir HAMROUNI

U R, Traitement et Dessalement des Eaux, Faculté des sciences de Tunis, 2092 Manar II, Tunisie, Tel/Fax. +216(71)871-282

E-Mail amine.mnif@gmail.com

<u>Résumé</u>

Les procédés membranaires connaissent ces dernières années un essor grandissant principalement sur dans le domaine du traitement et dessalement des eaux. Les procédés comme l'osmose inverse (OI) et la nanofiltration (NF) sont considérés comme des procédés à impact environnemental positif, sans changement de phases et peu consommateurs d'énergie. Ces procédés ont été mis en œuvre pour l'élimination du bore des eaux naturelles. En effet, La toxicité du bore et de ces dérivés est très variable : les hydrures de bore sont très toxiques par voies digestive, respiratoire ou cutanée. Cependant, les formes de bore naturellement présentes dans l'eau de boisson sont considérées nocives pour la santé, pour des concentrations supérieures à 0,3 mg/L, selon l'Organisation Mondiale de la santé.

Un montage expérimental a été conçu et réalisé au laboratoire. Il est équipé d'un module d'OI, d'un module de NF, de filtres à cartouche, de pompes et d'instruments de mesure. Les performances des membranes d'OI et de NF ainsi que leur couplage ont été étudiés. Les effets des ions monovalents et divalents sur le taux de rétention ont été déterminés. Le taux de conversion (Y) dans le couplage NF/OI a été amélioré comparé à celui obtenu avec la membrane d'OI seule. Ce couplage améliore aussi le rejet des sels et conduit ainsi à une diminution au niveau de la salinité de l'eau produite.

Le montage a été appliqué à l'élimination du bore par les procédés d'OI et de NF ainsi que leur couplage. Les résultats expérimentaux montrent que l'élimination du bore dépend essentiellement du pH de la solution, de la nature de la membrane et du taux de conversion. L'élimination du bore est optimisée à pH = 11. Ce pH réduit à 9 en réalisant un couplage des deux procédés de NF et d'OI.

Mots clés: Nanofiltration, Osmose Inverse, Couplage, Bore, Elimination.

DEGRADATION DES PHTALATES EN MILIEU AQUEUX PAR PROCEDE D'OXYDATION AVANCEE, ELECTRO-FENTON

S. TRABELSI^{1,2,3}, N. BELLAKHAL^{1,2}, N. OTURAN³, M.A. OTURAN³,

- 1) Département de Chimie et de Biologie Appliquées, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie (INSAT), B.P. N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.
- 2) Laboratoire de Chimie Analytique et Électrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie.
 - 3) Université Paris-Est, Laboratoire Géomatériaux et géologie de l'Ingénieur, 5 bd Descartes, 77454 Marne la Vallée cedex 2, France.

Une méthode électrochimique indirecte pour la dégradation des polluants organiques toxiques et persistants présents dans les effluents liquides de l'industrie du plastique est décrite. Cette méthode, dite "électro-Fenton", est basée sur la génération électrochimique du réactif de Fenton (H₂O₂, Fe²⁺) et possède l'avantage de produire in situ les radicaux hydroxyles (*OH) d'une manière contrôlée et catalytique via la réaction de Fenton :

Les radicaux *OH ainsi formés réagissent, avec des vitesses très élevées, sur les substances organiques polluantes conduisant à leur oxydation jusqu'à minéralisation totale. Dans cette étude, nous avons appliqué le procédé électro-Fenton au traitement des plastifiants, phtalates, présents dans le rejet de l'industrie plastique. Pour cela, une optimisation des paramètres expérimentaux a été réalisée. Dans les conditions optimales ainsi déterminées, la cinétique de dégradation de l'anhydride phtalique par les *OH a été étudiée. Par ailleurs, les produits de dégradation (aromatiques et aliphatiques) ont été identifiés qualitativement et quantitativement. Le taux d'abattement en terme de carbone organique total (COT) de la solution synthétique et du rejet a été suivi au cours du traitement par procédé électro-Fenton.

L'ensemble des résultats obtenus confirme l'efficacité du procédé électro-Fenton pour la dépollution des effluents liquides chargés de composés organiques toxiques.

ETUDE DE L'EFFET DU RETRAIT SUR LA DEFORMATION DES PIECES STEREOLITHOGRAPHIQUES

A. TOUATI*, S. CORBEL** et J.P. CORRIOU**

* ENIG, rue Omar Ibn Elkhattab, 6029 Gabès **LSGC(TASC)-UP 6811 CNRS, ENSIC-INPL 1, rue Grandville, BP 451, 54001 NANCY Cedex

La stéréolithographie (SPL) permet la fabrication d'un objet polymère solide en réalisant la polymérisation d'une résine monomère à l'aide d'un faisceau laser guidé à partir des données d'une conception Assistée par Ordinateur (CAO). Cependant, un, des inconvénients de cette méthode, est l'imprécision des dimensions des pièces liée au phénomène de retrait qui dépend de la cinétique de la polymérisation, du flux laser et de la procédure de balayage employée. Nous proposons dans cet article de décrire la déformation d'un voxel (volume élémentaire) isolé ou en interaction avec son voisin. Cette simulation est basée sur un modèle cinétique tenant compte de l'effet de gel et d'un modèle de variation de volume dû à la différence de longueur des liaisons entre les molécules du monomère et celles du polymère.

ETUDE DES EFFETS DES DIFFERENTS PARAMETRES OPERATOIRES DE L'ADSORPTION SIMULTANEMENT DU Cd(II) ET Zn(II) PAR LA SCIURE DE BOIS. APPLICATION DU PLAN D'EXPERIENCE DE PLACKETT-BURMAN

<u>Lamia Bouziane</u>, Nadjette Alaounia, Farida Bendebane, Fadhel Ismail* *Laboratoire Génie de l'Environnement, Département de Génie des Procédés*, *Université de Annaba*,

E-mail: <u>bouzianelmya@yahoo.fr</u>; ismail.fadhel@univ-annaba.org

Résumé:

La sciure de bois est un sous produit très abondant engendré par l'industrie du bois. C'est un matériau très intéressant car il est renouvelable et transformable. La valorisation de ce matériau est un sujet qui prend actuellement de plus en plus d'ampleur dans le domaine de la recherche appliquée.

La contamination des eaux par les métaux lourds engendrés par les rejets industriels, provoque des impacts toxicologiques graves sur l'environnement. En effet, certaines usines déversent dans la nature des quantités plus ou moins importantes de métaux lourds selon leurs procédés d'utilisation en tant que produits chimiques de base tels que dans la galvanisation, le chromage, l'électrolyse etc. ou en tant que catalyseurs. L'élimination de ces produits des eaux de rejet est toujours une des préoccupations du chercheur actuel.

L'objectif de ce travail consiste à éliminer des métaux lourds d'une phase aqueuse par une sciure de bois. Les expériences sont organisées selon des plans d'expériences statistiques bien définis. Partant d'un nombre élevé de paramètres opératoires (température, pH, temps de contact, agitation, concentrations initiales, type et quantité de la sciure etc.), un plan Plackett-Burman est utilisé pour identifier les facteurs les plus influents sur le rendement d'élimination des métaux en un minimum d'expériences. Les résultats traités d'une manière statistiques sont très intéressants et permettent enfin de choisir parmi les différents paramètres étudiés, ceux qu'il faut optimiser pour obtenir un rendement maximal.

Mots clés : sciure de bois, métaux lourds, adsorption, plans d'expériences

SYNTHESE ET CARACTERISATION DE LA BIRNESSITE EN COUCHES MINCES : APPLICATION A LA DEPOLLUTION DES EFFLUENTS DE L'INDUSTRIE DU TEXTILE.

M. ZAIED^{1, 2*}, S. PEULON², N. BELLAKHAL¹, A. CHAUSSE²

Dans l'environnement, les réactions rédox jouent un rôle majeur car elles peuvent conduire à une modification de la migration et/ou un changement de la toxicité d'un polluant. Les composés du manganèse ont un rôle primordial dans ces échanges électroniques car ils sont les composés les plus oxydants naturellement présents dans l'environnement. Parmi ceux-ci, la birnessite, un oxyde mixte lamellaire, $Mn^{III}_2Mn^{IV}_5O_{13}$, $5H_2O$, apparaît comme le composé le plus intéressant, grâce à ses propriétés rédox vis-à-vis des polluants organiques et inorganiques, ainsi qu'une surface spécifique importante qui favorise leurs piégeages [1]. Les objectifs principaux de ce travail sont donc de comprendre les processus rédox existant naturellement aux interfaces de la birnessite afin de les utiliser dans le développement de nouveaux procédés de dépollution.

La synthèse électrochimique de la birnessite en couche mince est simple à mettre en œuvre et apparaît comme écologique : substrats peu onéreux (SnO₂), temps courts, température ambiante et à l'air [2]. L'étude des conditions expérimentales (potentiel, pH, température, et concentrations) nous a permis de déterminer les conditions optimales. Les couches obtenues sont adhérentes et homogènes, et leurs caractérisations par infra-rouge (IR), diffraction des rayons X (DRX), microscope électronique à balayage (MEB) indiquent la présence uniquement de birnessite cristallisée avec une surface spécifique très développée. La bonne reproductibilité des synthèses a été déterminée par des mesures systématiques d'épaisseur et de masse.

La birnessite électrodéposée sous forme de couches minces a prouvé son efficacité pour dégrader une solution de bleu de méthylène, le processus ayant été mis en évidence par spectrométrie UV-Visible via la décoloration de la solution au cours du temps. La vitesse de dégradation est lente (3 jours), mais grâce à l'utilisation de méthodes électrochimiques, le processus de dégradation a pu être augmentée de façon significative (2 heures). A partir des caractérisations par IR, DRX et MEB après interaction avec le colorant, ainsi que le suivi insitu du transfert électronique au cours de l'interaction, nous avons pu émettre des hypothèses quant au mécanisme de sorption et de dégradation du colorant en présence de birnessite.

Références:

- [1] X.H. Feng, L.M. Zhai, W.F. Tan, F. Liu, J. Z. He, Environmental Pollution 147 (2007) 366.
- [2] N. Gruet, S. Peulon, A. Lacroix, A. Chaussé, Electrochimica Acta, 53 (2008) 7281.

¹⁾ Laboratoire de Chimie Analytique et Électrochimie (LCAE), Faculté des Sciences de Tunis, 2092 Tunis El Manar, Tunisie.

²⁾ Laboratoire Analyse et Modélisation pour la Biologie et l'Environnement (LAMBE), (CNRS-CEA-Université d'Evry UMR 8587), boulevard François Mitterrand, 91 025 Evry, France.

^{*} mzaied@univ-evry.fr

ELIMINATION DU BORE PAR ADSORPTION SUR L'ALUMINE ACTIVEE

I. Marzouk, W. Bougerra, B. Hamrouni.

U.R.Traitement et Dessalement des Eaux, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 Manar II, Tunisie

Tél/Fax: +216(71)871282; email: Ikhlassmarzouk@gmail.com

Le bore est un élément présent naturellement dans l'environnement, il se présente dans les eaux naturelles à des teneurs allant de 5 à 100 mg/L. C'est un élément essentiel pour la croissance des végétaux, il est aussi un oligo-élément qui intervient dans tout l'organisme. Le bore est un micro élément à double tranchant puisque sa carence et son excès ont des effets néfastes sur les écosystèmes et sur l'être humain. Le bore a été classé récemment par l'Union Européenne comme un polluant de l'eau potable par les directives nationales et internationales. L'Organisation Mondiale de la Santé fixe comme valeur tolérable 0,5 mg/L.

On s'est intéressé à l'élimination du bore par adsorption sur l'alumine activée. L'adsorption du bore dépend essentiellement du pH, de la quantité de l'adsorbant et de la force ionique. Les résultats expérimentaux montrent que le pH optimal se situe dans le domaine 8-8,5 et que la masse optimale d'alumine activée est de 3g. Dans ces conditions, les taux d'élimination du bore peuvent attendre 60 % pour une concentration initiale de 50 mg/L en bore. L'étude de l'effet de la force ionique a montre que le taux du bore éliminé diminue jusqu'à une force ionique égale à 0.1mol/L, puis reste constant au-delà.

Les isothermes d'adsorption du bore ont été tracées à deux températures. Les résultats expérimentaux sont en bon accord avec les modèles de Freundlich et les modèles de Langmuir. L'ordre de la réaction a été déterminé en appliquant le modèle du 1^{er} ordre de Lagergren et le modèle cinétique du 2^{ème} ordre. D'après les résultats trouvés l'alumine activée constitue une solution efficace pour réduire les teneurs en bore présentes dans les eaux naturelles chargées en bore.

Mots-Clés: Adsorption, bore, alumine activée, isotherme, cinétique.

EFFET DU PRETRAITEMENT SUR LA DISTRIBUTION DE H₃PO₄ LORS DE L'EXTRACTION DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE INDUSTRIEL PAR LE MIBK

HAMDI R., CHATARA C., HANNACHI A., et RATEL A.

Département de Génie Chimique-Procédés, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès, Rue Omar Ibn Elkhattab, 6029 Zrig, Gabès, Tunisie.

Le procédé dihydrate "SIAPE" utilise l'acide sulfurique pour décomposer le minerai de phosphate en Acide Phosphorique Industriel (API). La présence des impuretés dans la matière première, l'acide d'attaque, la corrosion et l'érosion des équipements des ateliers de production d'API, conduit à un acide relativement chargé en diverses impuretés. Ces substances organiques et minérales nuisent à la qualité de l'API produit. L'extraction au moyen d'un solvant adéquat est l'une des techniques utilisées pour la purification de l'acide. Cette étape est souvent précédée par un prétraitement destiné à la réduction de la charge en certaines espèces organiques et minérales. Les solvants exhibant un fort pouvoir extractant de l'acide phosphorique sont les alcools, les étheroxydes, les cétones et les organo phosphorés.

Dans cette étude, on s'est intéressé à étudier l'effet du prétraitement sur la distribution de H₃PO₄ et de certaines impuretés minérales de l'API entre l'extrait et le raffinat lors de l'extraction. Trois qualités d'acides issues de trois prétraitements différents du même API ont subi des opérations d'extractions avec le Méthyle Isobutyle cétone (MIBK) à 25°C. Pour chaque qualité d'acide des mélanges bien choisis ont été préparés puis agités pendant 20 minutes avant de séparer les phases d'extrait et de raffinat après une décantation d'une heure. Chaque phase a été analysée pour déterminer les teneurs en H₃PO₄, en eau, et en certaines impuretés de l'acide.

Ce travail nous a permis de déterminer le diagramme pseudo-ternaire du système H20-H3PO4-MIBK à 25°C ainsi que les isothermes de distribution de H3PO4 et des impuretés minérales pour les trois qualités d'API.

TRAITEMENT DES ACIDES CAFEIQUE, COUMARIQUE ET FERRULIQUE PAR LE PROCEDE ELECTRO-FENTON

Nourelhouda HMANI¹, Mehmet Ali OTURAN², Ridha Abdelhédi¹

- 1. UR Electrochimie et Environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, BPW, 3038 Sfax, Tunisie
- 2. Institut Francilien des Sciences Appliquées Laboratoire des Géomatériaux et Géologie de l'Ingénieur, Paris France

La Tunisie est classée parmi les premiers producteurs de l'huile d'olive dans le bassin méditerranéen. Cette production massive conduit à un sous produit indésirable, la margine, connue par sa nuisance pour le sol et l'eau. La toxicité des margines est attribuée essentiellement aux composés aromatiques qu'elles contiennent.

Dans ce travail nous avons entrepris l'étude du traitement de solutions aqueuses de trois molécules modèles pouvant représenter les margines par la mise en œuvre d'une technique d'oxydation avancée à savoir l'électro-fenton. Les molécules étudiées sont les acides caféique, coumarique et ferrulique, connus par leur caractère réfractaire.

Le procédé électro-fenton utilisé est basé sur l'emploi d'une cathode en feutre de carbone et des anodes en platine ou en diamant dopée au bore (DDB). Les électrolyses sont réalisées en régime intensiostatique pour différentes conditions expérimentales et suivies par des analyses chromatographiques en phase liquide (CLHP) et de mesure du carbone organique total (COT).

Il fallait déterminer les conditions expérimentales optimales conduisant à une meilleure efficacité de minéralisation des trois molécules étudiées. Dans ce cadre, nous avons évalué les constantes cinétiques apparentes et absolues de disparition de chaque molécule

Développement d'une méthode de dosage du Tyrosol dans les extraits de margine par HPLC/DAD - Validation de la méthode selon l'approche harmonisée « Profil d'exactitude »

Manel FAKHFEKH ^{1, 2}, Monem KALLEL ¹, Mohamed DACHRAOUI ²

- 1 Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Compus Universitaire, 2090 Tunis, Tunisie.
- 2 Laboratoire Eau Energie Environnement, Ecole Nationale des Ingénieurs, BP"W" 3038 Sfax-Tunisie.

Afin de mieux explorer la composition de la fraction phénolique présente dans les margines, une méthode d'analyse par HPLC/DAD permettant la séparation, l'identification et la quantification des monomères phénoliques a été mise au point.

L'objectif de ce travail consiste d'une part à déterminer les conditions chromatographiques (longueur d'onde de détection, phase mobile, température de la colonne) et d'optimiser un gradient unique qui permet de séparer les monomères des différentes classes de composés phénoliques en même temps. D'autre part, à valider cette méthode pour le dosage du **Tyrosol** (2-(4-hydroxyphenylethanol) : un antioxydant, anti-inflammatoire et cardioactif.

La validation est effectuée selon deux approches :

La première correspond à l'approche classique décrite par les normes XPT 90-210 et NF V 03-110 et celles décrites dans les guides de validation analytique de l'ICH ou des commissions SFSTP (guide de 1992 pour les analyses des spécialités pharmaceutiques et de 1997 pour les analyses en milieu biologique). Divers tests ont été effectués tel que le test d'homogénéité des variances (le test de Cochran), l'évaluation de la courbe d'étalonnage (test de Fisher), test de justesse, répétabilité (CV_r de 1,73%) et fidélité intermédiaire (CV_R de 1,87%).

La deuxième correspond à une nouvelle approche appelée profil d'exactitude. Cette approche est décrite par une commission SFSTP 2003-2006 (Société Française des Sciences et Techniques séparatives), elle est appliquée pour la première fois en Tunisie dans ce travail. Le plan d'expérience d'étalonnage consistait à préparer en triple des solutions étalons à 3 niveaux de concentration (de 50, 250 et 500 mg/L) et à les répéter sur 3 jours. La justesse, la fidélité et l'intervalle de tolérance ont été calculés pour chaque niveau de concentration. L'examen du profil d'exactitude tracé (biais relatif = f(concentration)) montre que l'intervalle de tolérance à 95% est compris dans les limites d'acceptation de \pm 15% à tous les niveaux de concentration. D'où la méthode est bien valide sur la totalité du domaine d'étalonnage et convient à l'objectif fixé.

Mots clés: Tyrosol, margine, validation de méthode, justesse, fidélité, profil d'exactitude.

ULTRAFILTRATION ASSISTÉE PAR LES POLYÉLECTROLYTES : ÉTUDE DE LA RÉTENTION DU CADMIUM ET DU ZINC

<u>Dorra Jellouli Ennigrou</u>, Lassaad Gzara et Mahmoud Dhahbi* Laboratoire Eau et Technologies Membranaires, CERTE, BP 273, Soliman 8020 Tunisie Tel: +216. 79.412.798; Fax: +216.71.430.934, -E-mail: mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn

Les procédés membranaires font partie des nouvelles technologies pour la lutte contre la pollution, ces procédés sont utilisés dans le traitement des eaux usées, la production de l'eau potable et l'exploitation des sources d'eau.

L'ultrafiltration et l'ultrafiltration assistée par les polyélectrolytes connue sous le nom de (PEUF « Polyelectrolyte Enhanced UltraFiltration ») ont été utilisée pour l'étude de la rétention des ions cadmium et zinc.

Deux types de polyélectrolytes ont été utilisés pour l'étude de la rétention des ions métalliques : le polyacrylate d'ammonium et le polyacrylique acide.

La PEUF s'est avérée une technique performante dans la dépollution des eaux contaminées par les ions cadmium. En effet, l'application de l'ultrafiltration assistée par les polyacrylates d'ammonium à la rétention du cadmium, a permis d'atteindre des taux de rétention de l'ordre de 99%.

Les résultats relatifs à la perméabilité et aux résistances au transfert du solvant montrent une diminution de la perméabilité suivie d'une augmentation de la résistance hydraulique totale lorsque la concentration en polyélectrolyte augmente pour le domaine de pression étudié. La résistance totale augmente jusqu'à ce qu'elle atteigne des valeurs quatre fois plus élevée que la résistance propre de la membrane, ceci est attribué à la formation d'une couche de polarisation de concentration observable à des pressions élevées.

L'étude de l'effet du pH et de la force ionique a révélé une rétention de 0,99 pour les deux ions métalliques utilisés.

Caractérisation physico-chimique d'une boue d'épuration déshydratée en vue de son utilisation en dépollution hydrique

H. Dhaouadi, Farouk M'henni

Université de Monastir, Faculté des Sciences, département de Chimie UR1204 – Chimie Appliquée - Environnement

Une boue d'épuration déshydratée issue d'une station de traitement des eaux usées urbaines a été caractérisée en vue de son utilisation comme matériau de rétention en dépollution hydrique. Dans un premier temps, une série de mesures physiques a permis la détermination de la surface spécifique, de la porosité, de la distribution granulométrique, du potentiel zéta et de la morphologie / minéralogie de surface (MEB¹ - WDS²) de la boue étudiée. Dans un deuxième temps, une série de mesures chimiques sur l'adsorbant utilisé a permis la détermination de l'acidité et de la basicité totale de la surface, des groupes fonctionnels selon la méthode de Boehm et par FT-IR³ et du pH_{pzc}⁴ par une méthode potentiométrique. Les résultats obtenus indiquent que le matériau étudié possède une surface spécifique de 5m² g⁻¹, une porosité de 2.52 10⁻² cm³ g⁻¹, un diamètre moyen d'environ 120 μm. La mesure du potentiel zêta effectuée pour différentes valeurs de pH indique que pour une large gamme de pH, la surface de l'adsorbant est chargée négativement. Le point isoélectrique (PIE) qui est le pH pour lequel la surface de la particule présente une charge électrique nette nulle, a été trouvé égal à 2.03. L'examen MEB montre une surface hétérogène du point de vue morphologique avec des formes très irrégulières. L'analyse WDS révèle la présence d'un certain nombre de minéraux, essentiellement le silicium et le calcium. La basicité totale de la boue est de 2.170 meg g⁻¹, quant à l'acidité totale, elle est de 1.106 meg g⁻¹. Le dosage des groupements fonctionnels acides selon la méthode de Boehm a révélé que la majorité des groupements fonctionnels acides sont de type carboxylique et ils titrent 0.98 meg g⁻¹. Les groupements lactoniques représentent 0.057 meq g⁻¹ alors que les groupements phénoliques titrent 0.069 meq g⁻¹. La présence de groupements fonctionnels acides de type carboxyliques, lactoniques et phénoliques dosés par la méthode de Boehm est en partie révélée par le spectre IR obtenu.

Employé en dépollution hydrique, ce matériau retient jusqu'à 70 mg g⁻¹ de colorant de cuve, 20 mg g⁻¹ de colorant direct et 10 mg g⁻¹ de colorant d'un effluent industriel réel.

¹ MEB: Microscopie Electronique à Balayage

² WDS: Wavelength Dispersive Spectrometer

³ FT-IR: Fourier Transform InfraRed

⁴ pH_{pzc}: pH du point de zéro charge de la surface

DETECTION DES CARBAMATES ET LEURS PRODUITS DE DEGRADATION PAR SPECTROMETRIE DE MASSE EN TANDEM : APPLICATION A LEURS RECHERCHE DANS UNE EAU DE RIVIERE

Faten BOUJELBANE¹, Fethi OUESLATI² et Najib BEN HAMIDA¹

¹Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus universitaire – 1060 Tunis, Tunisie ²Laboratoire National de Contrôle des Médicaments et de Dépistage du Dopage, 11 bis Rue Djebel Lakhdar, Bab Saadoun, 1006 Tunis, Tunisie

RÉSUMÉ

L'utilisation des pesticides tels que les carbamates dans les domaines agricoles et domestiques, a contribué à la contamination de la faune et de la flore. Ainsi, le développement de procédures analytiques permettant la détection de ces composés et de leurs métabolites à l'état de trace, dans les échantillons biologiques telle que l'eau, est primordiale pour évaluer l'impact de ces polluants dans l'environnement. Plusieurs méthodes chromatographiques, telles que la GC/MS, HPLC et HPLC/MS, ont été décrites pour l'analyse des carbamates dans diverses matrices. Toutefois, la plupart des méthodes rapportées dans la littérature ont toujours montré un manque de spécificité et/ou de sensibilité.

Le présent travail a pour objectif d'identifier des molécules ainsi que leurs éventuels produits de dégradation par spectrométrie de masse en tandem avec ionisation electrospray et le développement d'une méthode permettant leur extraction liquide-solide et leurs analyses par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse (LC-ESI-MS/MS)

La méthode, ainsi optimisée, validée en termes de spécificité, de limite de détection et de quantification, de linéarité, de reproductibilité et de rendement d'extraction a été appliquée pour la recherche de ces substances dans une eau de rivière en Tunisie, l'Oued Medjerda.

ETUDE CINETIQUE ET THERMODYNAMIQUE DE L'ADSORPTION DES DIHYDROXYBENZENES ISSUS DE MARGINES SUR CHARBON ACTIF GRANULAIRE

DBIRA.B

ISET Gabès

RÉSUMÉ

Vers un nouveau procédé séquentiel AD-OX (adsorption-oxydation) de traitement d'eau par adsorption sur charbon actif, nous avons examiné la première étape du procédé. Dans ce travail, nous présentons l'étude de l'adsorption du catéchol et du résorcinol sur un charbon actif granulaire micro-mésoporeux de surface spécifique égale à 1113 m²/g.

L'étude a été effectuée à pH acide et à différentes concentrations et températures. La quantité maximale de catéchol adsorbée est de l'ordre de 400 mg/g à la température ambiante par contre elle est de l'ordre de 192 mg/g pour le résorcinol. Les isothermes d'adsorption ont été lissées par les modèles de Langmuir et de Freundlich. Le modèle de Langmuir concorde bien avec les résultats expérimentaux. Les résultats ont montré que l'adsorption du catéchol est très élevée par rapport au résorcinol à cause de la solubilité et la position du groupement (-OH) sur le noyau aromatique. La cinétique d'adsorption est contrôlée par la diffusion intraparticulaire.

Mots clés : Charbon actif granulaire, composés phénoliques, adsorption, catéchol, résorcinol, margines.

OPTIMISATION D'UNE METHODE DE SEPARATION DES CONFORMATIONS S-cis ET S-trans DU RAMIPRIL PAR ELECTROPHORESE CAPILLAIRE DE ZONE

M. Abidi¹, N. Ben Hamida², M^{ed}.H. Louesleti¹

¹Laboratoire National de Contrôle des Médicaments et de Dépistage du Dopage, 11 bis Rue Jebel Lakhdar, 1006 Bab Saâdoun, Tunis-Tunisie

²Laboratoire de chimie analytique et Electrochimie, Département de chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 1060 Tunis-Tunisie

L'angiotensine II est une puissante hormone vasoconstrictrice c'est à dire elle contracte les vaisseaux sanguins. Elle agit de manière directe sur la tension artérielle .Cette hormone est le produit de l'action de l'enzyme de conversion sur l'angiotensine I circulant dans le sang. L'inhibition de cette enzyme permet donc d'arrêter la production de l'angiotensine II et diminuer par la suite la tension artérielle. Les inhibiteurs de l'enzyme de conversion constituent une nouvelle classe de médicaments ayant une grande importance scientifique et thérapeutique dans la pathologie de l'hypertension artérielle.

L'efficacité thérapeutique, jointe à une faible toxicité des premiers produits commercialisés, a intensifié la recherche de nouvelles molécules qui, sur le plan pharmacologique doivent se caractériser par une affinité accrue pour l'enzyme de conversion et une baisse des effets secondaires.

Le Ramipril de structure peptidique est un nouveau principe actif appartenant à cette classe d'antihypertenseurs. La présence de la fonction amide, responsable de l'équilibre conformationnel s-cis /s-trans joue un rôle important dans la dénaturation des protéines engendrant ainsi une inter conversion lente en faveur de la conformation la plus stable trans à température ambiante. D'après la littérature, diverses méthodes analytiques ont été utilisées pour séparer les deux conformères en équilibres.

Nous nous sommes proposés dans le présent travail d'étudier l'effet d'un certains nombre de paramètres physiques et physico-chimiques a savoir l'effet de la nature du tampon, du pH, de la force ionique, de la température du capillaire, du voltage, de la concentration de putrescine, d'héparine et β-cyclodextrine sur l'évolution de l'équilibre conformationnel engendré par une rotation autour de la liaison peptidique du ramipril par électrophorèse capillaire de zone.

INFLUENCE DE LA TENEUR EN NICKEL SUR LES PROPRIÉTÉS TEXTURALES, STRUCTURALES ET CATALYTIQUES DES SOLIDES ACIDES AÉROGELS À BASE DE ZIRCONE SULFATÉE ET DOPÉE AU NICKEL

N. KAMOUN, M. K. YOUNES et A. GHORBEL

Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis 2092 El Manar Tunis Tunisia

Email: nesrine_kam@yahoo.fr

La réaction d'isomérisation des n-alcanes est un processus important dans l'industrie de raffinage du pétrole pour l'obtention des isomères ramifiés ayant un indice d'octane élevé. Les catalyseurs bifonctionnels contenant une phase métallique supportée sur une matrice acide sont performants pour ce type de réaction. Dans ce cadre, notre travail consiste à l'optimisation des performances catalytiques de la zircone sulfatée dopée au nickel, métal connu par ses propriétés hydrogénante-déshydrogénante, en étudiant l'effet de la teneur en nickel.

Les catalyseurs sont élaborés par la voie sol-gel avec des rapports molaires nNi /nZr variables. Le séchage du solvant est réalisé dans ses conditions hypercritiques pour obtenir des catalyseurs aérogels. Cette méthode de préparation confère aux catalyseurs une texture développée. Tous les aérogels stabilisent les deux phases ZrO₂ quadratique et monoclinique. Cependant, on note le dévelopement de la phase d'oxyde de nickel avec l'enrichissement du catalyseur en nickel. Les résultats obtenus par spectroscopies IR et UV-visible montrent que l'enrichissement du catalyseur en nickel a un effet important sur la structure des groupements sulfate et sur la symétrie du nickel.

Les performances catalytiques des solides aérogels, testés dans la réaction d'isomérisation du n-hexane, montrent que l'addition du nickel en faible quantité améliore les propriétés catalytiques de la zircone sulfatée, alors qu'une teneur élevée en nickel n'est pas favorable pour cette réaction.

REMOVAL OF BASIC GREEN 4 FROM AQUEOUS MEDIA BY A NOVEL SORBENT, DEAD LEAVES OF PLANE TREE: KINETIC MODELING

Oualid Hamdaoui, Fethi Saoudi, Mahdi Chiha Department of Process Engineering, Faculty of Engineering, University of Annaba, P.O. Box 12, 23000 Annaba, Algeria E-mail: oualid.hamdaoui@univ-annaba.org ou ohamdaoui@yahoo.fr

Abstract

In the present study, the dead leaves of plane tree (*Platanus vulgaris*), a forest waste, were investigated as a novel biosorbent of dyes taking aqueous basic green 4 (malachite green) solutions as a model system. Kinetic data were carried out in batch process. The effect of different experimental conditions such as contact time, sorbent dosage, initial concentration of dye, agitation speed, ionic strength, and temperature on the kinetics of basic green 4 removal was studied. Modeling of kinetic results shows that sorption process is best described by the type 1 expression of the pseudo-second order model. The sorption rate constant, the sorption equilibrium capacity, and the initial sorption rate were function of the sorbent dosage, initial concentration, temperature, and ionic strength. The agitation speed showed a limited influence on the removal kinetics. The activation energy of the sorption process was also calculated.

STUDY OF THE ISOTHERMAL EVAPORATION OF REJECT BRINE PRODUCED BY A REVERSE OSMOSIS DESALINATION PLANT

F. HAJBI; H. HAMMI; A. M'NIF

Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux Pôle technologique de Borj Cédria B.P 95, 2050 Hammem Lif Tunisie E-mail: mnif.adel@inrst.rmrt.tn

Production and disposal of rejected brines are an integral part of a salt transformation process. The management of residual waters appears to be imperative for the man safety with the improvement of the cost prices for industries.

In this work we try to study the feasibility of salt production from a reject brine coming from desalination plants in Mdhilla in the south of Tunisia. This has the advantages of being environmentally friendly and producing commercial products in crystalline, slurry and liquid forms. The process involves an application of the solubility diagrams in order to valorize the reject brines. These solutions are considered as strongly concentrated brines and containing several elements such as: Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Cl⁻, SO₄²⁻. This observation leads us to consider the complete hexary system Na⁺, Mg²⁺, K⁺, Ca²⁺/ Cl⁻, SO₄²⁻// H₂O which includes four quinary systems.

On the other hand, the application of the Pitzer model is employed to simulate brine evaporation and to predict the solid phases deposited during the process. This model allows us to draw the crystallization path, applying the phase rule and performing a mass balance for each step.

At the end of an isothermal and isobaric evaporation of the studied sample, we could recover various salts (NaCl, KCl, CaSO₄.2H₂O, MgSO₄.7H₂O...) very useful for industry and agriculture.

Keywords: Hexary system, Reverse osmosis, evaporation, solubility diagrams, brines, Pitzer.

Elimination de polluants organiques (colorants textiles) et inorganique (métal lourd) par rétention sur des matériaux solides non-conventionnels

S. Dridi-Dhaouadi, N. Ben Douissa Lazreg et I. Guezguez

Faculté des Sciences de Monastir Unité Chimie Appliquée – Environnement dirigée par le Pr. Moahamed Farouk M'henni

Les rejets hydriques de l'industrie textile, fortement chargés en termes de couleur, de salinité et de composés toxiques divers (acides, métaux lourds, détergents, etc.), posent de sérieux problèmes aux professionnels de l'environnement. En effet, le traitement de ce type d'effluent à caractère mixte doit, non seulement donner une eau conforme aux normes de rejets indiquées par le législateur mais aussi répondre aux attentes des industriels qui cherchent à minimiser les coûts de traitement. L'élimination simultanée de la pollution organique (colorant textile) et inorganique (métal lourd) d'un effluent textile peut donc être envisagée par le biais d'une méthode connue pour son efficacité et la simplicité de sa mise en œuvre : la fixation de polluants sur matériaux solides. Cependant, la cherté du matériau conventionnel qu'est le charbon actif, fait que le traitement de l'eau par rétention sur un solide est très peu adopté. C'est ainsi que ce travail de recherche s'est intéressé à des matériaux naturels et abondants sur les côtes tunisiennes afin d'étudier la possibilité de leur utilisation dans la fixation de polluants organiques et inorganiques. La plante marine Posidonia oceanica, l'algue verte Ulva lactuca et la cellulose extraite de ces deux biomatériaux ont ainsi été testées en vue d'évaluer leur capacité de rétention vis-à-vis de deux différents polluants organiques : les colorants textiles acide Yellow44 et acide Yellow59 ainsi que d'un polluant inorganique : le plomb. L'efficacité du traitement d'une eau contenant simultanément le colorant et le métal a aussi été évaluée. Les résultats de ces études ont montré que les capacités de rétention varient entre 0.016 et 0.024 mole de colorants par kg de matériau (selon la nature du couple colorant/matériau) et entre 0.188 et 0.249 mole de plomb par kg de matériau (selon la nature du couple plomb/matériau). Ainsi, pour une large gamme de concentration et lorsqu'ils sont pris séparément, le métal est retenu en quantité plus importante que les colorants et ce, quelque soit le matériau utilisé. Lorsque les deux types de polluants sont présents simultanément, les résultats ont montré que d'une part la rétention de l'un diminue celle de l'autre et que d'autre part les colorants ne sont retenus que sur les sites cellulosiques alors que le métal peut l'être aussi bien sur les sites cellulosiques que sur les autres sites des biomatériaux tels que les lignines.

ÉTUDE DE LA RÉACTIVITÉ ET DU TRANSPORT DE LA TRYPSINE IMMOBILISÉE SUR DES MEMBRANES D'ULTRAFILTRATION MODIFIÉES PAR DES POLYÉLECTROLYTES.

S. Guedidi^{1, 2}, H. Majdoub¹, S. Roudesli¹, A. Deratani², C. Innocent², P. Déjardin².

1Laboratoire de Polymères, Biopolymères et Matériaux Organiques, Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'environnement 5019. Tunisie.

2Institut Européen des Membranes, UM2–CNRS –ENSCM, 2 place E. Bataillon, CC047, 34095 Montpellier. France.

E-mail: sadika.guedidi@iemm.univ-montp2.fr

Les enzymes sont des catalyseurs biologiques performants en raison de leur forte spécificité. Leur utilisation nécessite souvent leur immobilisation sur un support afin de les mettre en oeuvre dans un procédé continu et favoriser leur stabilité. Toutefois les méthodes d'immobilisation constituent un élément essentiel pour le développement de réacteurs enzymatiques.

Par ailleurs les membranes permettent par leurs propriétés de transport une large utilisation dans les procédés séparatifs. Un concept développé depuis quelques années est d'ajouter à la fonction séparative d'une membrane une autre fonction comme la réactivité. L'idée est alors d'élaborer des membranes à enzymes qui permettent à la fois de mettre en œuvre les propriétés de transport du matériau et la catalyse enzymatique.

Les travaux que nous présentons concernent l'immobilisation d'une enzyme de type protéase par adsorption physique sur des membranes d'ultrafiltration en polyacrylonitrile portant des groupes sulfonates. Nous étudions la variation de la quantité et de la stabilité de l'enzyme immobilisée en fonction de différents paramètres comme le pH et la température. Nous analysons la cinétique de réactivité de la trypsine immobilisée dans des couches de polyélectrolytes sera présentée. L'étude du couplage entre le transport à travers le matériau membranaire et la réaction enzymatique est effectuée en utilisant l'ultrafiltration comme procédé de séparation.

Les résultats de ce travail montrent l'efficacité de la méthode d'adsorption pour immobiliser des enzymes sur la surface de membranes d'ultrafiltration modifiées par des polyélectrolytes. La modification de surface par dépôt de couches alternées de polyélectrolytes a permis de conserver une activité stable sur une centaine de jours. Cette méthode est ainsi validée et peut permettre d'importants développements en biotechnologie. L'effet du couplage entre la réaction enzymatique et le transport a également été montré.

Keywords: Immobilisation des enzymes, membrane polyacrylonitrile, polyélectrolytes, ultrafiltration

ETUDE DE L'EQUILIBRE D'ISOMERISATION D'UN ANTIHYPERTENSEUR LE MALEATE D'ENALAPRIL PA HPLC ET RMN

S. Bouabdallah a, M. T. Ben Dhiab, N. Ben Hamida, M. R. Khaddarb.

a : Laboratoire de Chimie analytique et Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis, 1060 Tunis, Tunisie.
b : Laboratoire de chimie organique Structurale : Synthèse et Etude Physico-Chimique (Equipe de Chimie de Coordination) -Faculté des Sciences de Tunis, 1060 Tunis, Tunisie.

Le maléate d'énalapril ou le N-(1-carbetoxy-3-phénylpropyl)-L-alanyl-L-proline est un antihypertenseur appartenant à la classe des inhibiteurs de l'enzyme de conversion. La présence de la fonction amide responsable de l'équilibre conformationnel s-cis/ s-trans joue un rôle important dans la dénaturation des protéines engendrant ainsi une inter-conversion lente en faveur de la conformation trans la plus stable.

La variation des paramètres physique (Température, Débit) ainsi que d'autres relatif à la phase mobile (pH, nature du solvant organique et du contre ion dans la phase mobile) à mis en évidence l'équilibre conformationnel s-cis / s-trans engendré par une rotation autour de la liaison peptidique du maléate d'énalapril, par HPLC à polarité de phases inversée [1].

Ph
$$COOEt$$
 CH_3 N $COOH$ $pKa_1=3,0$

La deuxième partie est consacrée à l'étude de cet équilibre par RMN où on a confirmé la présence de cet équilibre. Une étude des spectres RMN- 1 H enregistrés en fonction de la température ont permis la détermination des grandeurs thermodynamiques de l'équilibre conformationnel s-cis / s-trans (\Box H, \Box S et \Box G). A 25°C, la proportion du conformère s-trans est de 83 %.

References:

- [1] S.Bouabdallah, H. Trabelsi, K. Bouzouita, S. Sabbah, J. of Biochemical and Biophysics, 54, 2002, 391-405.
- [2] P. A. Hart, J. P. Davis, J. Am. Chem. Soc. 91, 1969, 512 -522
- [3] H. Günther "la spectroscopie de RMN", Edition Masson, Paris, 1994, 385-391

INTENSIFICATION DE L'OXYDATION DU 4-METHYLANISOLE PAR LA MICROSTRUCTURATION

<u>A. Attour^{1,2}</u> *, S. Rode², F. Lapicque², M. Ben Amor¹et M. Matlosz²

- 1: Laboratoire des Sciences de Génie Chimique, CNRS-ENSIC, BP-451, 1 Rue Grandville, F-54001 Nancy (auteur correspondant *) anis attour@yahoo.fr
- 2 : Laboratoire d'Entartrage et de Physico-chimie des Eaux. Centre de Recherche et de technologie des eaux, Technopole de Borj Cédria, B.P.273, Soliman 8020, Tunisie.

La synthèse électroorganique est un domaine dans lequel la microstructuration est prometteuse pour l'intensification des procédés. Cette étude concerne l'étude d'un nouveau micro-réacteur pour l'électrosynthèse organique. Il s'agit d'un réacteur à micro-canaux avec une distance inter-électrode de 100 µm. Ce réacteur a été construit à l'Institut Microtechnique de Mayence (Allemagne). Il est constitué de 27 micro-canaux à électrodes parallèles. L'anode est en acier inoxydable et la cathode est en carbone vitreux. Le réacteur intègre un échangeur de chaleur et permet de travailler jusqu'à une pression de 25 bars. Une microvanne installée en aval du réacteur permet la monté en pression tout en assurant un écoulement continu du liquide. Le choix de la réaction s'est porté sur l'oxydation directe du 4-méthylanisole en 4-méthoxybenzaldéhyde diméthylacétal dans une solution de méthanol. A la contre-électrode, la réduction du méthanol entraîne la production de l'hydrogène. A concentration élevée en réactif, ce gaz provoque une forte chute ohmique entraînant le chauffage de la cellule par effet Joule, d'où l'idée de travailler sous pression afin de baisser le volume gazeux dans le réacteur. Dans cette étude, la tension, la conversion et la sélectivité ont été examinées en fonction de la pression, la température et du courant à un débit de 0,2 ml/min.

A une concentration de réactif de 0,5 M, l'augmentation de la pression permet de baisser la tension de la cellule suite à la baisse du taux de gaz dans le réacteur. Néanmoins, la conversion et la sélectivité baissent. En effet, l'hydrogène dissous n'est pas inerte mais il s'oxyde à l'anode donnant lieu à une réaction parallèle concurrente à la réaction désirée. Ainsi, la pression est utile pour pouvoir monter en concentration initiale du réactif mais elle devrait être la pression la plus basse permettant la meilleure productivité. Dans notre cas, la pression utile correspond à 5 bars.

La température n'a pas d'influence sur la conversion mais le passage de 5 à 45°C permet d'augmenter la sélectivité grâce à l'amélioration de la cinétique de la réaction désirée par rapport aux autres réactions. Dans les conditions optimales (pression de 5 bars et température de 45°C), la sélectivité atteint 97% pour une conversion de 87%.

Remerciement : Ce travail a été réalisé dans la cadre du projet européen IMPULSE (contrat n°011816-2)

Traitement des mercaptans par un plasma d'air humide : Application à la dépollution d'un effluent industriel tunisien

B. TRIFI¹, N. BELLAKHAL², M. DACHRAOUI¹

1) Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie

2) Département de Chimie et de Biologie Appliquées, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, B.P. $N^{\circ}676$, 1080 Tunis Cedex, Tunisie

E-mail: beyramtrifi@yahoo.fr

Parmi les agents polluants, les mercaptans sont très importants du point de vue pollution atmosphérique et aquatique causant de graves maladies pour l'homme et les êtres vivants. Ainsi, la dégradation de tels produits est d'une grande importance pour la préservation des milieux environnants. Dans cette optique, notre intérêt a porté sur l'étude de la dégradation de quelques composés soufrés de la famille des mercaptans par la technique du plasma d'air humide généré par le «Glidarc» et d'appliquer par la suite ce procédé à la dépollution d'un effluent liquide industriel de la Société Tunisiennes des Lubrifiants (SOTULUB). Pour ce faire, une optimisation des paramètres expérimentaux a été réalisée pour l'étude de l'abattement de la Demande Chimique en Oxygène (DCO). Au cours de cette partie, on a étudié la fidélité de la DCO afin de s'assurer de la bonne répétabilité et reproductibilité de nos analyses chimiques. En second lieu, on a essayé de suivre l'oxydation du soufre pour pouvoir prouver la dégradation des mercaptans et la rupture des liaisons C-S et S-H. Ce suivi a été effectué par le dosage des Sulfures et des Sulfates. Au cours de cette partie on a étudié aussi la reproductibilité interne du dosage des Sulfures ainsi que la spécificité pour le dosage des Sulfates. Les résultats obtenus montrent que la technique utilisée constitue une méthode efficace pour la dégradation des mercaptans présents dans les effluents industriels. En effet à part son coût peu élevé, cette technique nécessite une durée de traitement relativement courte ce qui la classe comme un moyen économique et efficace pour la dépollution des rejets industriels riche en mercaptans.

Mots clés: Plasma d'air humide, Glidarc, mercaptans, dépollution

Transport du chrome trivalent par membrane à liquide supporté contenant le D2EHPA comme transporteur

Asma Zaghbani, Rafik Tayeb, Mahmoud Dhahbi*

Laboratoire Eau et Technologies Membranaires, CERTE, BP 273, Soliman 8020 TUNISIE.

*Tel.: +216 79412798; fax: +216 71430934. E-mail address: mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn .

Les effluents industriels chargés en chrome trivalent sont des effluents très abondants dans les tanneries, la métallurgie, l'argenture galvanique et d'autres domaines industriels. Vu l'impact de ces ions métalliques sur l'environnement et leur forte bioaccumulation, leur élimination et/ou leur récupération est, par conséquent, indispensable.

L'acide de di(2-éthylhexyl) phosphorique (D2EHPA) est un transporteur commercialement disponible de pureté 97%. Il a été largement utilisé dans l'étude de l'extraction de plusieurs métaux de transition [1,2].

On se propose alors d'étudier dans ce travail, le transport facilité du chrome(III) par le biais d'une MLS contenant le D2EHPA comme transporteur spécifique. Une solution tamponnée à pH=4,5 a été utilisée comme phase source et une solution d'acide chlorhydrique (pH=1) comme phase réceptrice. Différents paramètres affectant l'efficacité du transport ont été étudiés à savoir le pH de la phase source, la concentration du transporteur, la nature du support polymère et la nature des solvants de la phase membranaire. Une diminution de pH de la phase source a été observée dû probablement à la migration des protons de la phase réceptrice (HCl à pH=1). Par conséquent, le pH de la phase source été manuellement maintenu par addition d'une solution de NaOH concentré. Après 25 heures de fonctionnement, les résultats montrent un taux d'extraction pouvant atteindre 74% en maintenant le pH de la phase source constant à 4,5 et utilisant le *n*-butanol comme solvant. Sous les conditions expérimentales optimales, la valeur du flux initial a été estimée à 4,1 x 10⁻⁶ mol.m⁻².s⁻¹. D'autre part, le transport du chrome hexavalent à travers la MLS contenant le D2EHPA a été aussi examiné et des très faibles taux d'extraction ne dépassant pas les 5% ont été transporté.

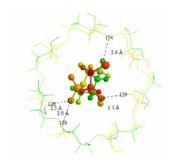
References

- [1] J. de Gyves, E. Rodríguez de san Miguel, *Ind. Eng. Chem. Res.* 38 (1999) 2182.
- [2] M. Mulder, Basic principles in membrane technology, *Kluwer Academic Publishers*, The Netherlands, (1991).

MOLECULAR MODEL OF CENS PIPYRIDINE-β CD INCLUSION COMPLEX: DFT STUDY

<u>Djameleddine KHATMI</u> (Université de Guelma, Algérie), Fatiha Madi (Université de Guelma, Algérie) et Abdou Boucekkine (Université de Rennes1, France)

Abstract: Structural aspects of the complexation of N-nitroso-N'-(2-chloroethyl)-N'-sulfamide piperidyne (CENS) with β -cyclodextrin (β -CD) were investigated using standard B3LYP and MPW1PW91 Density Functional Theory (DFT) calculations. Two orientations of the incoming CENS inside β-CD were considered to localise the lowest energy complex, namely the head and tail orientations. The calculations confirm that the tail orientation is more favorable than the head one by 5.93 kcal/mol (B3LYP) and 5.88 kcal/mol (MPW1PW91). This preference can be attributed firstly to the fact that the complexation with tail orientation of CENS occurs with a favourable anti parallel disposition of the dipolar moments of β -CD and CENS ensuring a lower energy to the interacting resulting complex. Secondly, this complexation mode leads to the formation of two intermolecular H-bonds, i.e. a conventional H-bond between the N atom of the NO bond of CENS and H-6-O group of β -CD and a weaker (C-H---O) second one between the oxygen atom of NO and the H-5-C group of the host molecule. These interactions were quantified by the calculation of the stabilisation energy interaction named E₂ using NBO method. A small transfer of charge is predicted in the formation of the conventional and weak hydrogen bond in Mulliken calculation nevertheless this transfer of charge is predicted only in the conventional hydrogen bond in NBO calculation. The proposed structure for the CENS- β -CD complex is in good agreement with mass and ¹⁵N NMR spectroscopy observations.



APPLICATION DES BASES ELECTROENGENDREES POUR LA SYNTHESE DES RHODANINES

<u>Khalil Tissaoui</u>, Noureddine Raouafi* et Khaled Boujlel*
Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Départment de Chimie,
Faculté des Sciences de Tunis, Tunis El-Manar, 2092, Tunisie. *Email:rdnnin@fst.rnu.tn;
Khaled.Boujlel@fst.rnu.tn

Récemment, les dérivés des rhodanines ont été utilisés comme agents anticancéreux ou comme précurseur pour la synthèse du LY213829 (4-thiazolidinone-5-[3,5-bis(1,1-diméthyéthyl)-4-hydroxyphényl]méthyl) qui est un fort antioxydant et un inhibiteur du 5-lipoxygénase. D'autres composés de la même série inhibent quelques enzymes tels que la sérotonine *Nacétyltransférase*, le *Plasmodium falciparum enoyl-acyl réductase* du parasite de la malaria, le HIV-1 *Integrase* et le RNA *polymerase*.

Notre intérêt premier concerne l'électrogénération et la valorisation des anions cyanométhyles en synthèse organique. Dans ce travail, nous rapportons l'utilisation des bases électrogénérées pour promouvoir l'obtention des rhodanines dans des conditions douces (schéma).

$$H_{3}C^{-}CN \xrightarrow{e (Q = 2F/md)/r.t.} H_{2}C^{-}CN \xrightarrow{EGB}$$

$$R \xrightarrow{N} S \xrightarrow{CO_{2}C_{2}H_{5}} CO_{2}C_{2}H_{5} \xrightarrow{1-EGB} R^{-}NH_{2} \xrightarrow{1-EGB} R^{-}NH_{2} \xrightarrow{1-EGB} R^{-}NH_{2}CO_{2}C_{2}H_{5} \xrightarrow{R} NH_{2}CO_{2}C_{2}H_{5} \xrightarrow{R} NH_{2}CO_{2}CO_{2}C_{2}H_{5} \xrightarrow{R} NH_{2}CO_{2}CO_{2}C_{2}H_{5} \xrightarrow{R} NH_{2}CO_{2}CO_{2}C_{2}H_{5} \xrightarrow{R} NH_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}CO_{2}C$$

Schéma

La réduction électrochimique de l'acétonitrile, sans l'ajout d'une probase, conduit à l'anion cyanométhyle. Cet anion permet de déprotoner l'amine et promouvoir l'addition du disulfure de carbone et du bromoacétate d'éthyle pour conduire aux 3-aryl-2-thioxothiazolidin-2-ones (rhodanines) (2) avec des rendements acceptables. Un substrat non cyclique peut être isolé comme intermédiaire réactionnel (1). L'utilisation du 3-bromopropionate d'éthyle permet d'accéder aux analogues non cycliques (3).

¹ a- M.M. Hansen et A.R. Harkness, *Tetrahedron Lett.*, **1994**, 35, 6971; b- M. Kawakami, K. Koya, T. Ukai, N. Tatsuta, A. Ikegawa, K. Ogawa, T. Shishido et L.B Chen, *J. Med. Chem.*, **1997**, 40, 3151; c- L.M. Szewczuk, S.A. Saldanha, S. Ganguly, E.M. Bowers, M. Javoroncov, B. Karanam, J.C. Culhane, M.A. Holbert, D.C. Klein, R. Abagyan et P.A. Cole, *J. Med. Chem.*, **2007**, 50, 5330; d- G. Kumar, P. Parasuraman, S.K. Sharma, T. Banerjee, K. Karmodiya, N. Surolia et A. Surolia, *J. Med. Chem.*, **2007**, 50, 2665; e- R. Dayam, T. Sanchez, O. Clement, R. Shoemaker, S. Sei et N. Neamati, *J. Med. Chem.*, **2005**, 48, 111; f- P. Villain-Guillot, M. Gualtieri, L. Bastide, F. Roquet, J. Martinez, M. Amblard, M. Pugniere et J.P. Leonetti, *J. Med. Chem.*, **2007**, 50, 4195.

EQUILIBRE D'ECHANGE D'IONS ENTRE LES MEMBRANES ECHANGEUSES DE CATIONS CMX ET CRP ET DES SOLUTIONS D'ELECTROLYTES A DIFFERENTES FORCES IONIQUES

CH. HANNACHI, B. HAMROUNI, M. DHAHBI

¹ U R, Traitement et Dessalement des Eaux, Faculté des sciences de Tunis, 2092 Manar II, Tunisie, Tel/Fax. +216(71)871-282 E-Mail chiraz hannach@yahoo.fr

Laboratoire Eau et Technologies Membranaires, Pole Technologique de Bordj-Cédria, BP.273, 8020 Soliman, Tunisie

L'eau « or bleu » a tendance à devenir un bien rare car la consommation ne cesse de croitre par suite de l'augmentation de la population et de l'élévation de niveau de vie. Le problème de manque d'eau est d'actualité. En Tunisie, surtout dans les régions arides du sud, où les eaux disponibles prises sur les nappes phréatique et souterraines, sont en général assez chargées en sels, en raison de la composition des couches géologiques et des conditions climatiques. Ainsi, et pour subvenir aux besoins en eau potable, on fait appel aux procédés de dessalement et de traitement de ces eaux, qui consistent à séparer l'eau de ses sels. Les procédés d'échange d'ions jouent un rôle important dans ce domaine.

Dans le présent travail on s'intéresse à l'étude de l'équilibre d'échange d'ions entre deux membranes échangeuses de cations de type CMX et CRP et des solutions d'électrolytes. Les solutions d'électrolytes sont des mélanges équimolaires des nitrates de potassium, sodium, lithium et calcium. Les expériences ont été munies à des forces ioniques (I) variant de 0,1 M à 1,5 M et à une température maintenue constante à 25°C. Les résultats expérimentaux ont permis de tracer les isothermes d'échange d'ions des cinq systèmes binaires suivants: Na^+/K^+ , Li^+/K^+ , Li^+/Na^+ , Na^+/Ca^{2+} et K^+/Ca^{2+} . Les valeurs des coefficients de sélectivité individuels $K^{K^+}_{Na^+}$, $K^{K^+}_{Li^+}$, $K^{Na^+}_{Li^+}$, $K^{Ca^{2+}}_{2Na^+}$ et $K^{Ca^{2+}}_{2K^+}$ ont été calculées. L'affinité des cations utilisés vis-à-vis des deux membranes suit l'ordre décroissant suivant: $K^+ > Ca^{2+} > Na^+ > Li^+$. L'effet de la force ionique sur les coefficients de sélectivité est important jusqu'à I = 0,2 M, au delà ils tendent asymptotiquement vers l'unité. Le diagramme d'échange d'ions ternaire a été établi pour le système $Na^+ - K^+ - Ca^{2+}$. Les valeurs expérimentales sont en bon accord avec celles prédites à partir des binaires respectifs.

Mots clés : membrane échangeuse d'ions, système binaire, isotherme d'échange d'ions, coefficient de sélectivité, diagramme ternaire, prédiction.

EFFECTS OF OPAQUE MINERAL FILLERS ON DEGREE OF CONVERSION OF DENTAL COMPOSITES

A. Amirouche-Korichi ¹⁻², M. Mouzali ², D. C. Watts ³

Polymerization degree of conversion (DC) of resin composites is closely related to the operating conditions (initiator, monomers and co-monomers, fillers...). Ideal dental composite would show an optimal degree of conversion regarding the mechanical properties. This paper aims to determine the effect of opaque mineral fillers and monomer ratios on the DC of experimental composites based on (BisGMA/TEGDMA) monomers (traditionally used monomers). The radiopacity of these experimental composites has been published in a previous paper.

Experimental resin-composites were prepared by mixing different monomer ratios of (BisGMA/TEGDMA) with Camphoroquinone and Dimethyl aminoethyle methacrylate (DMAEMA) as photo-initiator system. Five different radiopacifying filler agents: La₂O₃, BaO, BaSO₄, SrO and ZrO₂ at various volume fractions ranging from 0 to 80 wt. % were added to the mixture. The degree of conversion of experimental composites containing different opaque fillers contents was measured using FTIR/ATR spectroscopy.

The result revealed that the DC decrease slightly with the increasing of opaque fillers loadings, but this decrease is not significant. The effect of the nature and the volume of the opaque fillers on the DC of the experimental composites investigated is not significant. However, this study has confirmed the importance of viscosity of the dimethacrylate monomers.

Keywords: Restorative composites, Opaque mineral fillers, Photo-polymerization, Degree of conversion, Viscosity, BisGMA, TEGDMA

¹ CRAPC, BP 248, Alger RP 16004, Algiers, Algeria

² LPCMAE, Faculty of Chemistry, BP32 El-Alia, Algiers, Algeria, mouzali@hotmail.com ³ Biomaterials Science Research Group, School of Dentistry, University of Manchester, Manchester M15 6FH, UK

EXTRACTION DU BLEU DE METHYLENE D'UNE SOLUTION AQUEUSE AU MOYEN D'UNE MEMBRANE LIQUIDE EMULSIONNEE.

Lynda Bahloul, Mohamed El Hadi Samar, Fadhel Ismail*

Laboratoire Génie de l'Environnement, Département de Génie des procédés,

Université Badji-Mokhtar, Annaba, Algérie,

Fax: +(213)38876560; Tel: +(213)71155748;

e-mail: lyndabahloul@yahoo.fr, ismail.fadhel@univ-annaba.org

Résumé

Les colorants cationiques, forment dans l'eau des complexes qui possèdent des propriétés électrocatalytiques remarquables. Etant solubles en milieux aqueux et organique, ils sont alors utilisés en catalyse homogène. Dans le cadre de la récupération et la régénération de ces complexes, l'extraction par membrane liquide émulsionnée du colorant cationique bleu de méthylène (C₁₆H₁₈ClN₃S) a fait l'objet de ce travail. L'étude d'une membrane constituée du SPAN 80 comme surfactant et du D2EHPA comme extractant, en fonction des différents paramètres importants, a montré que la stabilité de l'émulsion E/H (eau/huile) nécessite certaines conditions opératoires. En effet; Pour des concentrations élevées de H₂SO₄, le SPAN80 perdrait ses propriétés tensioactives. L'augmentation de la vitesse d'agitation provoquerait un cisaillement entraînant la rupture de l'émulsion. L'augmentation du rapport O/A (phase organique/phase aqueuse) entraînerait une augmentation de la viscosité de l'émulsion rendant le transfert probablement lent. L'augmentation du rapport Vext/Vemul (volume de la phase externe/volume de la phase émulsionnée) provoquerait le phénomène d'osmose (gonflement). L'augmentation de la concentration de l'extractant et du tensioactif stabiliserait l'émulsion et par conséquent, cela rendrait la membrane visqueuse entraînant ainsi le ralentissement de la diffusion du soluté. En tenant compte de la stabilité de la membrane liquide émulsionnée, les conditions opératoires optimales pour un rendement d'extraction maximal de 99,9% du complexe (C₁₆H₁₈ClN₃S) ont été ainsi déterminées expérimentalement.

Mots clés: membrane liquide émulsionnée, émulsion E/H., extraction, bleu de méthylène

Préparation d'un catalyseur basique par nitruration de zéolithes Y

Mondher Srasra, Eric. M. Gaigneaux, Stéphanie Delsarte
Unité de Catalyse et Chimie des Matériaux Divisés, Université catholique de Louvain,
Croix du sud 2/17, 1348 Louvain-La-Neuve, Belgique

Une nouvelle voie de synthèse de catalyseurs aux propriétés de surface basiques a été développée dans notre laboratoire. Le principe consiste à substituer dans le réseau anionique de précurseurs oxydes l'oxygène par de l'azote. Cette substitution est réalisée par activation de l'oxyde sous flux d'ammoniac gazeux à des températures élevées et qui dépassent généralement les 500°C.

Jusqu'ici, nous avons utilisé des précurseurs oxydes amorphes comme matériaux de départ. Les sites basiques générés à la surface étaient situés donc dans des environnements géométriques mal définis, d'où l'intérêt du présent travail qui vise principalement le développement d'une nouvelle classe de catalyseurs oxynitrures cristallins et poreux. Ces solides ont été choisis parce qu'ils présentent plusieurs avantages tels que des surfaces spécifiques élevées, une porosité contrôlable et une aptitude a concentré les réactifs à l'intérieur de ces pores.

Après une étude préliminaire dans laquelle l'aptitude a incorporé de l'azote de plusieurs solides micro et mésoporeux cristallins présentant des structures et des compositions chimique variées ont été testés, nous avons choisis de continuer notre travail avec la famille des zéolithes Y: une zéolithe Y (rapport Si/Al de 2.6) et deux zéolithes Y ultrastables (rapport Si/Al de 13 et 37).

Les résultats de quantification d'azote par analyse chimique montrent l'incorporation de quantités comparables indépendamment des propriétés et des caractéristiques de la zéolithe parent. De plus, l'analyse des échantillons nitrurés par les spectroscopies des photoélectrons X (XPS) et infrarouge (IR) montre l'apparition des mêmes espèces azotées à la même température de nitruration. Cependant lorsque les performances catalytiques basiques de ces solides sont évaluées dans la réaction de condensation de Knoevenagel

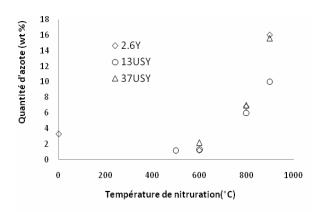


Figure 1: Evolution de la quantité d'azote incorporée en function de la température de nitruration.

des comportements différents sont observés, ainsi pour la zéolithe 2.6Y et 37USY une augmentation de la température de nitruration entraine une diminution de l'activité catalytique. Alors que pour la zéolithe 13USY l'augmentation de la température à un effet bénéfique sur l'activité. Ces observations peuvent être expliquées principalement par la perte de structure lors de la nitruration des zéolithes 2.6Y et 37USY. En fait l'effondrement de la structure mène à la perte des sites basiques et donc une diminution de l'activité de ces matériaux.

Étude cinétique de la décomposition thermique de l'hydroxyde de magnésium par ATVC

Kais Nahdi¹, Françoise Rouquerol² et Malika Trabelsi Ayadi¹

Grâce à l'intérêt fondamental et l'importance industrielle de la production de l'oxyde de magnésium MgO, de nombreux travaux en ce qui concerne l'étude de la cinétique et du mécanisme de décomposition thermique de l'hydroxyde de magnésium ont été réalisés. Bien que cette réaction (Eq1) parait simple, il n'y a pas un accord total en ce qui concerne le mécanisme de décomposition thermique et le modèle cinétique approprié.

$$Mg(OH)_2(s) \rightarrow MgO(s) + H_2O(g)$$

Eq.1

Pour cela nous avons essayé, dans une première étape de ce travail, de mettre en évidence l'influence de la nature du traitement thermique de Mg(OH)₂ sur les caractéristiques du produit final (MgO) de la réaction. Ceci a été réalisé en utilisant les techniques d'analyses thermiques conventionnelles (ATD-ATG et DSC) sous air et l'Analyse Thermique à Vitesse Contrôlée (ATVC) sous faible pression de vapeur d'eau 10⁻³ hPa.

La deuxième étape de ce travail concerne la recherche du modèle cinétique le plus probable qui pourrait décrire la déshydroxylation de Mg(OH)₂ réalisée par ATVC.

En effet, sous air Mg(OH)₂ se décompose en deux étapes. Entre 610 K - 772 K, il se forme une phase intermédiaire contenant des défauts puisque la structure hexagonale du produit de départ est conservée. Celle-ci étant non stable se décompose entre 772 K - 810 K pour donner le MgO bien cristallisé avec une structure cubique à faces centrées.

Par contre par ATVC et sous P_{H2O} =10⁻³ hPa, la décomposition conduit à la formation d'une phase solide stable et qui retient la structure hexagonale de la phase initiale même après la fin de la déshydroxylation. Ce résultat est très intéressant puisqu'il ouvre la porte sur la synthèse de nouvelles phases oxy-hydroxyde de magnésium de type $Mg(OH)_{2-x}O_{x/2}\square_{x/2}$ où \square représente un site anionique vacant.

De point de vue cinétique, nous avons montré que la déshydroxylation est contrôlée par un processus de germination et de croissance des germes en trois dimensions (A3) avec une énergie d'activation mesurée expérimentalement égale à $188 \pm 10 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

¹ Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna, Bizerte, Tunisie.

² Madirel, CNRS - Université De Provence, Centre De St Jérôme, 13397 Marseille Cedex 20, France.

NOUVEAUX POLYMERES SEMI-CONDUCTEURS A CHROMOPHORES DE TYPE DISTYRYLANTHRACENE

<u>Khaled HRIZ</u>, Nejmeddine JABALLAH, Mustapha MAJDOUB Laboratoire des Polymères-Biopolymères-Matériaux Organiques (LPBMO), Faculté des Sciences de Monastir, Bd. De l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie

La découverte de l'électroluminescence des matériaux organiques date du début des années soixante. A cette époque, la première diode électroluminescente a été élaborée à base d'anthracène. Cependant, cette structure soufre d'une conductivité électrique réduite à cause du phénomène de recristallisation de l'anthracène. Dans cette contribution nous décrivons la synthèse et l'étude des propriétés optiques et électrochimiques de nouveaux polymères à base d'anthracène :

$$O \longrightarrow CCH_{2})_{10} \longrightarrow O$$

$$R = H$$

$$PV_{2}C_{10} : R = H$$

$$PVNO_{2}C_{10} : R = NO_{2}$$

Ces polymères ont été synthétisés via la polycondensation de Wittig à partir d'un nouveau monomère bischlorométhylé à base d'anthracène. Ils sont solubles dans la plupart des solvants organiques, ils sont filmogènes et thermiquement stables. L'étude des propriétés optiques montre que ces matériaux sont photoluminescents. Le film du polymère PV₂C₁₀ émet dans l'orangé avec un maximum d'émission de 605 nm et celui de PVNO₂C₁₀ dans le vert avec un maximum de 573 nm. Les valeurs des énergies de la bande interdite sont de 2,80 et 2,25 eV pour PV₂C₁₀ et PVNO₂C₁₀, respectivement. Ces valeurs permettent de classer ces matériaux parmi les semi-conducteurs organiques.

Mots clés: semi-conducteur organique, anthracène, polymères solubles, photoluminescence.

¹D. Y. Kim, H. N. Cho, C. Y. Kim, Prog. Polym. Sci. 25 1089-1139, 2000

ETUDE DE LA CONDUCTION ELECTRIQUE DU POLYPHOSPHATE DE LANTHANE La(PO₃)₃ DANS LA GAMME INTERMEDIAIRE DE TEMPERATURES.

I. HAMMAS, K. HORCHANI-NAIFER et M. FERID

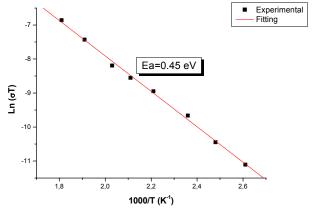
Unité de Recherches de Matériaux de Terres Rares, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, B.P. 95 Hammam-Lif, 2050, Tunisie.

Résumé

Des recherches portant sur les conducteurs ioniques ont montré que plusieurs solides intrinsèquement sans protons présentent une conduction protonique importante à une température élevée et en présence de gaz contenant de l'hydrogène. De tels matériaux sont souvent utilisés comme des électrolytes solides (dans les batteries, les piles à combustibles, les électrolyseurs, les capteurs etc..). La température de fonctionnement de telles piles étant très élevée (pouvant atteindre 1000°C) entraîne le vieillissement prématuré des matériaux constitutifs [1]. Les recherches s'orientent donc vers la prospection de nouveaux matériaux d'électrolyte, pouvant être aussi performants mais dans des gammes de températures dites intermédiaires (100 – 600°C).

L'objectif de ce travail est l'étude des propriétés électriques du polyphosphate de lanthane La(PO₃)₃ dans le domaine de température 383 K – 553 K. Une conductivité égale à 1,9 10⁻⁶ S.cm⁻¹ a été trouvée à 553K. La représentation en coordonnées d'Arrhenius de la conductivité ionique du matériau, portée sur la figure ci-dessous, nous permet de déduire une énergie d'activation de 0,45 eV pour La(PO₃)₃. En tenant compte que les mesures des conductivités de notre matériau ont été réalisées à l'air et puisque la structure de La(PO₃)₃ contient des canaux, l'incorporation de l'hydrogène (ou encore la vapeur d'eau) provenant de l'humidité de l'atmosphère dans ce composé est à l'origine de cette propriété de conduction. Ainsi, les porteurs de charge mis en jeu sont les protons de l'humidité et la conduction est de type protonique.





[1] **Norby T.,** The promise of protonics, *Nature* (2001) 877.

CARACTERISTIQUES CRISTALLOGRAPHIQUES ET OPTIQUES DES POLYPHOSPHATES M^ILn(PO₃)₄

 $(M^{I} = Li \text{ et } NH_4; Ln = La, Nd, Eu, Gd, Tb, Ho, Er \text{ et } Yb)$

Emna Ben Zarkouna^{1,*}, Ahmed Driss¹, Mokhtar Férid ², Bernard Moine ³, Karima Horchani-Naifer² et Léna Beauzamy ³

¹Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie.

²Unité de Matériaux de Terres Rares, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, B. P. 95 Hammam-Lif, Tunis 2050, Tunisie.

³Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Luminescents, Université Claude Bernard Lyon 1, Villeurbanne, France.

* E-mail: emna_benzarkouna@yahoo.fr

Les travaux antérieurs relatifs aux phosphates de terres rares, montrent que ces composés sont susceptibles de présenter des propriétés optiques intéressantes, qui permettent leur utilisation dans de nombreuses applications, notamment en tant que luminophores, matériaux lasers et scintillateurs [1-4].

À titre de contribution à l'étude de ces matériaux, nous exposons dans la présente communication, les caractéristiques cristallographiques et optiques des polyphosphates de formule M^ILn(PO₃)₄ (M^I = Li et NH₄; Ln = La, Nd, Eu, Gd, Tb, Ho, Er et Yb).

Les techniques de caractérisation que nous avons utilisées sont la diffraction des rayons X sur monocristal et la spectroscopie UV.

Cette étude nous a permis d'acquérir une certaine compréhension des processus qui interviennent dans les phénomènes de luminescence et grâce à la sensibilité extrême de la fluorescence des ions Eu³⁺ et Gd³⁺ au champ cristallin, il nous a été possible de mettre en évidence la corrélation entre les propriétés structurales et les propriétés optiques au sein de nos composés.

Références

- [1] N. Hashimoto, Y. Takada, K. Sato et S. Ibuki, J. Lumin. 48-49, 893 (1991).
- [2] A. F. Obaton, C. Parent, G. Le Flem, P. Thony, A. Brenier et G. Boulon, *J. Alloys Compd.* **300–301**, 123 (2000).
- [3] K. Horchani, J. C. Gâcon, C. Dujardin, N. Garnier, M. Férid et M. Trabelsi-Ayadi, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res.* A 486, 283 (2002).
- [4] M. Férid, « Etude des Propriétés Cristallochimiques et Physiques de Phosphates Condensés de Terres Rares », Paris : Publibook (2006).

APPLICATION DE DIAGRAMME DE SOLUBILITE POUR CALCULER LA SEQUENCE DE CRISTALLISATION DE LA SAUMURE DE CHOTT EL JERID

S. Attia-Essaies, L. Zayani, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi Laboratoire d'Applications de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement. Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna

L'eau de mer et les saumures sont des systèmes réciproques faisant intervenir un grand nombre d'éléments. Seul les éléments majeurs précipitent au cours d'une évaporation, les autres augmente constamment mais restent négligeables. Le système décrivant ces solution peut être représenté pendant la plus grande partie de la séquence de cristallisation par le système quinaire Na⁺, K⁺, Mg²⁺ / Cl⁻, SO₄²⁻ - H₂O. L'étude expérimentale de l'évaporation d'une saumure est une opération longue (100 jours par expérience), coûteuse et pause plusieurs problèmes pratiques comme la variation de température, le grand nombre d'analyses chimiques effectuées.

L'objectif de cette étude est la mise au point d'une méthodologie de calcul d'un cheminement dans un système complexe. Elle constitue un préalable à des travaux à finalité appliquée et en particulier à l'optimisation des rendements d'extraction d'un constituant.

Dans cette optique une détermination assistée par ordinateur de la séquence de cristallisation de la saumure de Chott El Jerid a été effectuée. Le cheminement a été calculé pas à pas en appliquant la règle des moments et les bilans ont été obtenus à partir des conditions de conservation de la matière. Le calcul permet de simuler une évaporation naturelle, sans agitation ou un procédé de laboratoire où le mélange est agité constamment de façon à réaliser un équilibre permanant entre solide et liquide. De nombreux équilibres métastables ou des précipitations hors d'équilibre liées aux cinétiques de cristallisation sont susceptibles d'être observés au cours d'une évaporation naturelle, ils n'ont pas été pris en considération.

CARACTERISATION SPECTROSCOPIQUE ET STRUCTURALE DU COMPLEXE BIS(ACETATO) PORPHYRINE A PIQUETS DE FER(III)

<u>Harhouri Wafa^(a)</u>, M. S. Belkhiria^(a), Besma Hamdi^(b) Abdelhamid Ben Salah^(b) et Habib Nasri^a

a : Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux, Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir

b : Laboratoire des Sciences de Materiaux et d'Environnement Faculté des sciences de Sfax

E-mail: wafashdoul@yahoo.fr

Résumé:

L'intérêt suscité par l'étude des porphyrines de fer provient de leur rôle très important dans les systèmes biologiques. Ces complexes peuvent servir comme modèles pour les sites actifs des hémoprotéines.

Les complexes porphyriniques de fer(III) possédant comme ligand axial l'anion acétate sont peu connus dans la littérature. Le nouveau dérivé bis-acétato porphyrine à piquets de fer(III) a été caractérisé par spectroscopie UV-visible, RMN et IR. La spectroscopie RMN du proton montre que notre produit de synthèse est spin-fort (S = 5/2). Ce composé de coordination de formule : [Na(2,2,2-crypt)][Fe^{III}(TpivPP)(OAc)₂].0,55THF. 0,45CH₃OH. 1,79H₂O cristallise dans le chlorobenzène pour donner des monocristaux de taille acceptables pour une étude cristallographique sur monocristal. Cette étude a été effectuée sur un diffractomètre automatique Kappa CCD Bruker- APEX II. Le produit cristallise dans le système triclinique (groupe d'espace P-I) dont les paramètres de la maille sont : a =13,3008(4) Å; b = 18,0438(6) Å; c = 20,3709(6) Å; α =87,581(2)°; β =71,763(2)°; γ =72,794(2)°. Les valeurs finales de facteurs de véracité sont : R_I = 0,047 pour 8409 réflexions avec F_o > $4\sigma(F_o)$, wR_2 = 0,2547 pour l'ensemble des 29595 réflexions et S = 1,017 pour la totalité des réflexions.

Cette étude structurale confirme l'état de spin (S = 5/2) de ce composé et montre que le cycle porphyrinique adopte essentiellement les conformations tordue et sellée.

INCIDENCE DES EAUX FLUOREES DU SUD ALGERIEN SUR LA CROISSANCE DE L'OXALATE DE CALCIUM : PRINCIPAL CONSTITUANT CHIMIQUE DU CALCUL URINAIRE

Hadja Mebarka Djellouli^a, <u>Zohra Bengharez</u>^b et SafiaTaleb^a

^a Laboratoire de Matériaux & Catalyse, Faculté des Sciences, Université

Djilali Liabès, Sidi-Bel-Abbès 22000 Algérie.

^b Laboratoire de Chimie Organique Physique et Macromoléculaire, Université

Djilali Liabès, Sidi-Bel-Abbès, Algérie

E-mail: dzbengharez@yahoo.fr

Résumé

Les fluorures jouent un rôle inhibiteur dans la prévention des calculs rénaux formés majoritairement d'oxalate de calcium. L'eau de boisson est la principale source d'apport du fluor dans le corps humain. L'ingestion d'une quantité importante d'eau (2 à 3 litres par jour) peut réduire la sursaturation urinaire en substances lithogènes comme l'oxalate et prévenir, ainsi, la formation de tous les types de calculs rénaux.

Notre étude se propose d'évaluer l'incidence des eaux de boisson du Sud algérien riches en fluorures sur la cinétique de cristallisation oxalo-calcique, in vitro.

Les teneurs en fluor de 16 échantillons d'eaux provenant de la région de BISKRA (Sud-Est Algérien) ont été déterminées par la méthode potentiométrique à l'aide d'une électrode spécifique aux ions fluorures.

Le pouvoir inhibiteur I% de ces échantillons d'eaux sur la cinétique de cristallisation d'une solution sursaturée en oxalate de calcium, dans des conditions expérimentales physiologiques, est mesuré par la méthode conductimétrique.

Les résultats obtenus font apparaître que la majorité des eaux analysées sont fluorées : 2, $62 \pm 0.05 \le [F -] \le 7.5 \pm 0.05$ mg/l dépassant largement la valeur guide publiée par l'OMS :

1.5 mg/l et exercent un effet inhibiteur moyen sur la croissance cristalline : 37,737 à 53,064 avec CV%< 10%, R> 0,99, p<0,0001. Ce pouvoir augmente avec la concentration en ions fluorures.

Mots clés/ Keywords:. Fluorures, eaux de boisson, Sud Algérien, inhibiteur, oxalate de calcium, calcul urinaire

SYNTHESE, CARACTERISATION ET ETUDE STRUCTURALE DES HYDROXYAPATITES MIXTES Ca_(10-x)Zn_x(PO₄)₆(OH)₂

<u>T. Thouraya</u>^a, A. Abdallah^a, D. Mongi^a, G. Michel^b et Th. René^b Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux

a: Faculté des Sciences de Monastir, 5019 Monastir, Tunisie

b : Laboratoire de Chimie Inorganique et Matériaux moléculaires, UMR-CNRS 7071, FR 1269, Université Pierre et Marie Curie, 75252 Paris, France tourkithouraya@yahoo.fr

Les hydroxyapatites mixtes calcium-zinc de formule chimique $Ca_{(10-x)}Zn_x(PO_4)_6(OH)_2$ ont été préparées par la méthode de double décomposition en milieu aqueux à pH=11.

Ces phases apatitiques mixtes ont été caractérisées par différentes techniques telles que : diffraction des rayons X sur poudre, spectroscopie IR, RMN-MAS du ³¹P et du ¹H et analyses élémentaires.

La diffraction des RX montre que la phase apatitique est limitée jusqu'à une proportion de 20% en zinc. Pour les phases les plus riches en zinc, on note une diminution de la cristallinité avec un léger déplacement des raies.

La spectroscopie IR révèle l'apparition des bandes caractéristiques des hydroxyapatites telles que celles du groupement tétraédrique PO₄ (v_1 , v_2 , v_3 , v_4) et du groupement hydroxyle OH⁻ (v_s et v_l).

La spectroscopie RMN-MAS du ³¹P montre la présence d'un seul signal isotrope vers 2,7 ppm. Ce signal s'élargit et se déplace légèrement en fonction de la teneur en zinc. Ce qui prouve l'hétérogénéité de l'environnement métallique du phosphore.

L'étude structurale par affinement Rietveld en utilisant le programme Fullprof des hydroxyapatites mixtes Ca-ZnHAp montre une variation sensiblement linéaire uniquement pour le paramètre c ainsi qu'une distribution quasi-statistique du zinc dans les deux sites cationiques S(I) et S(II).

SYNTHESE PAR COMBUSTION DU MONOPHOSPHATE LaPO₄ :Eu(5%) ET ETUDE DE SA PHOTOLUMINESCENCE

M. Ferhi, K. Horchani-Naifer and M. Férid.

Unité de Recherches de Matériaux de Terres Rares, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, B.P. 95 Hammam-Lif, 2050, Tunisie.

Le développement de la technologie des dispositifs optiques tel que les écrans, les lampes fluorescentes et les sources de rayonnement laser sont à l'origine de la recherche de nouveaux matériaux luminescents, tels que les monophosphates et les polyphosphates de terres rares, synthétisés par diverses méthodes [1,2]. La combustion est l'une des méthodes que nous avons choisie pour synthétiser le monophosphate dopé avec l'europium LaPO₄: Eu(5%) afin d'étudier ses propriétés de photoluminescence. Ce produit est obtenu à partir d'une solution aqueuse acide (pH=1) contenant des quantités appropriées de La(NO₃)₃.6H₂O, EuCl₃.6H₂O et (NH₄)₂HPO₄ et en utilisant la glycine comme "combustible". Le mélange est chauffé à 120°C puis stabilisé par calcination à 1000°C. La microscopie électronique à balayage montre que la poudre obtenue est formée de grains sphériques de taille micrométrique (de 0.5 à 3μm). Cette poudre, identifiée par diffraction des rayons X et spectroscopie d'absorption infrarouge, est formée du monophosphate LaPO₄: Eu(5%) de structure monoclinique avec le groupe d'espace P2₁/n.

L'excitation à 254 nm de LaPO₄: Eu(5%) nous a permis d'enregistrer une émission rouge caractéristique de l'ion europium (Eu³⁺). Les raies d'émission sont attribuées aux transitions $^5D_0 \rightarrow ^7F_{0,1,2,3,4}$ qui dépendent de la structure cristallographique du composé. Le spectre d'émission indique que l'ion Eu³⁺ occupe un site unique. Les coordonnées chromatiques, la longueur d'onde dominante et la pureté de la couleur ont été déterminées et comparées à celles d'autres matériaux luminescents ; elles indiquent une bonne performance de ce produit comme luminophore rouge.

- [1] A. M. Srivastava, Sommerer T. J., Electrochem. Soc. Inter. Sum. 7 (1998) 28.
- [2] M. Z. Su, J. Zhou, Journal of Alloys and Compounds, 207/208 (1994) 406.

APPLICATION DU MODELE DE PITZER AU CALCUL DES COEFFICIENTS D'ACTIVITE DANS LES SAUMURES NATURELLES DU SUD TUNISIEN

Raoudha ZINOUBI, Halim HAMMI, Adel M'NIF

Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération
Centre de Recherche en Sciences des Matériaux
Pôle Technologique de Borj Cedria
B.P.95 - 2050 Hammam-Lif. République Tunisienne
e-mail: raoudhac4@yahoo.it

Les saumures sont des électrolytes forts et les solutions d'électrolytes jouent un rôle très important dans beaucoup de processus. Le modèle de Debye-Hückel fut un succès théorique pour représenter l'écart à l'idéalité des solutions électrolytiques très diluées. Afin d'étendre sa validité à des solutions plus concentrées plusieurs modèles sont conçus pour la description des propriétés thermodynamiques des solutions aqueuses électrolytique de dilution infinie. Les écarts à l'idéalité sont les résultats visibles des interactions qui existent entre les différentes espèces pressentes en solutions. Ces interactions restent faibles tant que l'on se trouve en milieu extrêmement dilué, il va tout autrement en milieu concentré ce qui pose de nombreux problèmes qui imposent le recours à d'autres théories plus avancées.

Dans ce cadre, le modèle le plus sollicité actuellement est le modèle de Pitzer (1973), Les équations de Pitzer peuvent être considérées comme une extension empirique à la fois du modèle de Debye-Hückel et de Guggenheim. Ceci simplifie beaucoup les calculs puisqu'il n'y a plus d'effectuer des interactions pour obtenir la force ionique effective I. on peut calculer l'activité des ions majeurs de l'eau de mer par les formules de Pitzer. Pour les sels dont les coefficients d'activité ont été mesurés, on constate un très bon accord avec l'expérience. Dans cette optique, on a réussi à mettre au point un programme qui calcule les coefficients d'activité ioniques en se basant sur le modèle préconisé par deux logiciels différents. Cette étude a été effectuée sur différentes forces ioniques allant des solutions diluées vers des solutions très concentrées comme les saumures naturelles. $(0.01 \le I \le 15)$. A la suite de ce travail, on a suivi expérimentalement l'évolution de la concentration des différents ions majeurs présents dans la saumure naturelle provenant de Sebkha El Melah de Zarzis lors de son évaporation isotherme à 35° C. Les résultats trouvés ont été comparés à ceux obtenus par le modèle afin de prévoir une corrélation qui permet de délimiter les séquences cristallines susceptibles de cristalliser dans ce type de solutions.

ETUDE DU SYSTEME Er-Cu-In à 700°C

Besma BELGACEM ^{a,b}, Olivier TOUGAIT ^b, Henri NOEL ^b, Rached BEN HASSEN ^a

"Unité de Recherche de Chimie des Matériaux, ISSBAT,

Université de Tunis ElManar 9, Avenue Dr. Zoheir Safi, 1006 Tunis, Tunisie

bSciences Chimiques de Rennes, Equipe Chimie du Solide et Matériaux, UMR CNRS 6226,

Université de Rennes 1, 263 Avenue de Général Leclerc, 35042 Rennes, France

Les ternaires Er-Cu-In ont déjà fait l'objet de nombreux travaux, mais l'étude systématique de ce diagramme de phases ternaires n'a jamais été effectuée. Un total de neuf phases binaires et une solution solide sont annoncés comme existant à 700°C dans les systèmes erbium- cuivre, erbium- indium et cuivre- indium. Le système Er-Cu est issu de précédentes études. On y trouve trois composés ErCu, ErCu₂ et ErCu₅. Le diagramme Er-In est connu et a été décrit par Okamoto et al. Dans ce système cinq composés se forment : ErIn₃ (AuCu₃-type), Er₃In₅ (Pu₃Pd₅-type), ErIn (CsCl-type), Er₅In₃ (Mn₅Si₃-type) avec une solution solide et Er₂In (Ni₂In-type). A cette température le système Cu-In[3] ne comprend qu'un seul composé stable Cu₄In (W-type) ainsi que la solution du cuivre qui présente une dissolution dans l'indium pour un domaine allant jusqu'à 23.6%.

La section isotherme a été construite à partir des résultats expérimentaux obtenu de la comparaison entre diagramme de diffraction des rayons X et des observations en Microscopie Electronique à Balayage couplées à des analyses par Spectroscopie en Dispersion d'Energie (MEB- EDS). Les données déjà publiées sont confirmées et leurs analyses cristallographiques sont en accord avec les données de la littérature. Une zone liquide riche en indium s'étend de façon significative dans le système ternaire. Trois extensions des composés binaires, ErCu₅, ErIn et ErIn₃ dans le système ternaire ont été détectées et leurs domaines d'homogénéité ont été délimités. Les autres phases binaires présentent des extensions négligeables. Deux composés définis ErCu₂In et Er₂Cu₂In et trois solutions solides intermédiaires de compositions générales ErCu_xIn_{2-x}, ErCu_{12-x}In_x et ErCu_{1-x}In_{1+x} ont été identifiées.

La phase ErCu_xIn_{2-x}, cristallise dans une maille hexagonale dans le groupe d'espace *P6*₃/mmc avec un étendue de la solution solide 0.25≤x≤0.66. L'existence. Dans la partie riche en cuivre du système ternaire, une solution intermédiaire ErCu_{12-x}In_x type ThMn₁₂ est stable à 700°C. Cette phase s'étend de ErCu₅In₇ à ErCu₆In₆. La troisième solution solide ErCu_{1-x}In_{1+x} type ZrNiAl se forme dans les limites 0<x<0.13.

SYNTHESE ET CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIE DU COMPLEXE PORPHYRINIQUE ACETATO DE COBALT(II)

<u>Mansour Anissa</u>^a, Belkhiria Mohamed Salah^a, Besma Hamdi, ^b Abdelhamid Ben Salah ^b et Nasri Habib^a

^aLaboratoire de Physico-chimie des matériaux Faculté des sciences de Monastir ^b Laboratoire des Sciences de Materiaux et d'Environnement Faculté des sciences de Sfax e-mail : anissa_mansour@yahoo.fr

Résumé:

Les complexes porphyriniques de cobalt sont très étudiés étant donné qu'ils sont des modèles éventuelles pour les hémoprotéines. Ces composés synthétiques sont de plus en plus utilisés en catalyse homogène et hétérogène dans la synthèse des composés organiques et des polymères. Ces dernières années on a commencé à utiliser certains dérivés porphyriniques de cobalt comme « senseurs d'oxygène ». Dans cet exposé, on décrit la synthèse et la caractérisation d'un nouveau porphyrinate de cobalt(II) avec le ligand acétato. Ces synthèses ont été effectuées en utilisant la porphyrine à piquets (TpivPP). Le bilan de la réaction de synthèse est donné ci-dessous :

$$\begin{array}{c}
\stackrel{\text{CH}_{3}}{\longrightarrow} \stackrel{\text{CH}_{3}}{\longrightarrow} \stackrel{\text{CH}_{3}}{\longrightarrow} \\
\text{R} & \stackrel{\text{CH}_{3}}{\longrightarrow} \stackrel{\text{CH}_{3}}{\longrightarrow} \\
+ \text{KOAc} + \text{Cryptand } 222 \xrightarrow{\text{PhCI}} \stackrel{\text{CI}_{3}}{\longrightarrow} [\text{K}(2,2,2\text{-crypt})][\text{Co}^{\text{II}}(\text{TpivPP})(\text{OAc})]
\end{array}$$

Ce porphyrinate de cobalt(II) a été caractérisé par spectroscopie UV-visible, IR et RMN

¹H. Le spectre électronique de ce dérivé présente une bande de Soret déplacée vers le rouge ce qui montre qu'il s'agit d'un dérivé porphyrinique de cobalt(II) anionique de type

[Co^{II}(TpivPP)(OAc)]⁻. Les bandes porphyriniques et celles du ligand axial ainsi que celles du contre ion ont été caractérisées par spectroscopie IR.

Des cristaux de ce complexe ont été obtenus par diffusion lente de pentane. L'étude cristallographique de ce métalloporphyrinate a été effectuée sur un diffractomètre automatique Kappa CCD Bruker- APEX II. Le produit cristallise dans le système monoclinique (groupe d'espace $P2_1/n$) dont les paramètres de la maille sont : a =18,1962(4) Å; b =21,6174(4) Å; c = 22,9058(4) Å; β =100,007(1)°. Les valeurs finales de facteurs de véracité sont : R_1 = 0,0716 pour 6869 réflexions , wR_2 = 0,2398 pour l'ensemble des 12217 réflexions et S = 1,026 pour la totalité des réflexions.

Etude de la Thermolyse de HHoP₂O₇.3H₂O par Analyse Thermique Conventionnelle et Analyse Thermique à vitesse de Transformation Contrôlée

A. Amami, S. Hraiech, F. Chehimi-Moumen, K. Nahdi, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi

Les phosphates de lanthanides sont largement étudiés en raison des propriétés optiques intéressantes qu'ils peuvent présenter. Parmi ces phosphates nous pouvons citer les diphosphates d'éléments monovalents et de lanthanides de formulation M^ILnP₂O₇^[1-2]

Les monocristaux de diphosphates acides de lanthanides HLnP₂O₇.xH₂O (Ln = La-Lu, x = 3 ; 4) ont été synthétisés dans notre laboratoire et leurs structures cristallines ont été dévoilées^[3-5]. L'étude de leurs comportements thermiques a été réalisée par différentes méthodes d'analyse thermique et sous différentes conditions expérimentales dans le but de chercher les conditions optimales d'obtension de monohydrogénodiphosphates anhydres pouvant présenter de bonnes propriétés optiques.

Dans ce cadre, le monohydrogénophosphate d'holmium trihydraté est préparé, et étudié par différentes techniques. L'étude de son comportement thermique a été réalisée par analyse thermique conventionnelle (ATD-TG) et par analyse thermique à vitesse de transformation contrôlée (ATVC) sous une pression résiduelle de vapeur d'eau de 5hPa. Les résultats obtenus permettent de confirmer les résultats de la résolution de la structure^[5].

Références

- [1] Mahiou, R., Metin, J., Fournier, M. T., Cousseins, J. C., Mater. Res. Bull., 23: 1389 (1988).
- [2] R. Ternane, M. Ferid, Y. Guyot, M.Trabelsi-Ayadi, G. Boulon, Journal of Alloys and Compounds 464 (2008) 327.
- [3] F. Chehimi-Moumen, D.Ben Hassen-Chehimi, M. Férid, M. Trabelsi-Ayadi, Mater. Res. Bull. 36 (2001) 365.
- [4] Z. Anna-Rabah, F. Chehimi-Moumen, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi. Solid State Sci, 8 (2006) 932.
- [5] S.Hraiech, F. Chehimi-Moumen, C. Goutaudier., D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi, Solid State Sci.., **10**: (2008).991.

NANOMATERIAUX D'OXYDES DE TUNGSTENE

S. Salmaoui^a, F. Sediri^{a, b} et N. Gharbi^a

^aInstitut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Tunis, Université de Tunis 2, rue Jawaher Lel Nehru 1008, B. P. 229 Montfleury Tunis (Tunisia). ^bFaculté des Sciences de Tunis, Université, Tunis-Elmanar, 2092 Elmanar, Tunis (Tunisia).

L'utilisation d'objets de plus en plus petits permet l'accès à des nouvelles propriétés physiques et physico-chimiques [1]. Ceci a nécessité le développement des méthodes d'élaboration des matériaux nanométriques et l'étude des relations structures-propriétés [2-4].

Le présent travail rapporte l'élaboration par voie hydrothermale d'oxydes de tungstène nanométriques WO_3 . $1/3H_2O$ orthorhombique et WO_3 monoclinique. Ceux-ci sont obtenus en faisant réagir le tungstate de sodium dihydraté avec deux amines aromatiques C_6H_5 -(CH_2)_n- NH_2 (n = 0 et 1), dans des conditions expérimentales que nous avons déterminées.

Les échantillons ont été caractérisés par diffraction des rayons X, spectroscopie d'absorption infrarouge, analyses thermiques et microscopies électroniques.

Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence l'influence du précurseur organique et du temps de séjour sur la formation des deux oxydes précédemment cités. En effet, dans le cas de l'aniline (n = 0), des agglomérats de nanoaiguilles de WO₃.1/3H₂O d'épaisseur moyenne 100 nm sont obtenus pour des temps de séjour allant de 1 à 6 jours. En revanche, dans le cas du benzylamine (n = 1), cette phase de morphologie fibreuse, est obtenue que pour 1 et 2 jours, tandis que pour 3 et 6 jours, WO₃ monoclique sous forme de nanoplaquettes, d'épaisseur moyenne de l'ordre de 77 nm, est obtenu.

L'analyse thermique a mis en évidence le passage de o-WO₃.1/3H₂O à h-WO₃ métastable puis à m-WO₃ stable.

Références

- [1] R. Delamare, M. Gillet, E. Gillet, P. Guaino, Surface Science 601(2007) 2675–2679.
- [2] C.G. Granqvist, J. Solid State Ionics 70/71 (1994) 678–685.
- [3] M. Hepel, H. Redmond, I. Dela, J. Electrochemica Acta 52 (2007) 3541–3549.
- [4] A.I. Gavrilyuk, J. Electochimica Acta 44 (1999) 3027–303.

ELABORATION ET CARACERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES DE COMPOSES LiNi $_y$ Mn $_y$ Co $_{1-2y}$ O $_2$ (0,25 \leq y \leq 0,5) - APPLICATION COMME ELECTRODES POSITIVES DANS LES BATTERIES AU LITHIUM

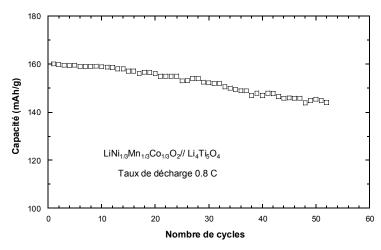
K. Ben Kamel¹, N. Amdouni¹, H. Zarrouk¹, C.M. Julien²
¹U. R. Physico-Chimie des Matériaux Solides, Faculté des Sciences de Tunis, 1060 – Tunis - Tunisie

⁴INSP, UMR7588, Université Pierre et Marie Curie, Campus Boucicaut ,140 rue de Lourmel, 75015 Paris, France

Les batteries au lithium sont aujourd'hui de plus en plus présentes dans notre environnement. Elles alimentent déjà de nombreux équipements portables et intéressent chaque jour de nouveaux champs d'applications (électroménager, bricolage...) sans compter l'application véhicule électrique qui reste un domaine attractif.

Deux familles de matériaux sont actuellement activement étudiées pour remplacer l'oxyde de cobalt (LiCoO₂), coûteux et toxiques, utilisé commercialement depuis 1992. Ce sont les composés à structure olivine (LiFePO₄) et les composés lamellaires Li(Ni,Mn)O₂.Ces recherches tentent d'améliorer le comportement électrochimique des matériaux d'électrodes.

Nous présentons et discutons dans cette communications les résultats concernant les études structurale et électrochimique des oxydes $\text{LiMn}_y \text{Ni}_y \text{Co}_{1\text{-}2y} \text{O}_2$ (0,25 \leq y \leq 0,5). Ces composés ont été préparés par voie de chimie douce. Les techniques RX, IR et RPE ont été employées afin de caractériser leur structure. Les propriétés électrochimiques, en termes de charge/décharge et cyclabilité (Figure 1), ont été étudiées en utilisant ces matériaux d'intercalation comme électrodes positives dans des batteries au lithium.



Figure(1): Cyclabilité de la Batterie ion-lithium Li₄Ti₅O₁₂//LiNi_{1/3}Mn_{1/3}Co_{1/3}O₂

PREPARATION DE BRITHOLITES AU STRONTIUM PAR MECANOSYNTHESE

Nadia Gmati^a, Mohieddine Abdellaoui ^b et Khaled Bouzouita^a

^aU.R. Matériaux Inorganiques, Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur Monastir, Tunisie.

^bINRAP Pole technologique de Sidi Thabet, 2020 Tunisie.

Résumé

Les apatites phosphosilicatés, appelées aussi britholites, dont plusieurs études ont montré qu'elles peuvent être utilisées pour le confinement des déchets nucléaires [1-4], sont généralement obtenues par réaction à l'état solide à des températures élevées de l'ordre de 1450 °C [5]. C'est pourquoi, il nous a paru intéressant d'envisager leur préparation par mécanosynthèse. En effet, Ce procédé, utilisé depuis les années 70 [6] permet d'élaborer des matériaux difficiles à synthétiser par d'autres procédés [7, 8] ou nécessitant des températures de réaction élevées.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à la préparation de britholites de formule générale $Sr_{10-x}La_x(PO_4)_{6-x}(SiO_4)_xF_2$ avec $0 \le x \le 6$. Les mélanges des réactifs de départ, broyés pendant des temps variant entre 30 min et 20h, ont été caractérisés par diffraction des rayons X, spectroscopie infrarouge et analyses thermiques.

Références Bibliographiques :

- [1] J. Carpena, J. R. Kienast, K. Ouzegane, C. Jehano Geol. Soc. Amer. Bull. 100 (1988) 1237.
- [2] H. Hikada, P. Holliger, A. Masuda, Earth and Planetary Science Letters 114 (1993) 391.
- [3] H. Hikada, T. Sugiyama, M. Ebihara, P. Holliger, Earth and Planetary Science Letters 122 (1994) 173.
- [4] J. Carpena, V. Sère, in: Proceeding Fourth Joint EC-CEA Final Meeting, Saclay, (1995) 225.
- [5] R. El Ouenzerfi, G. Penczer, C. Goutaudier, M.T. Cohen-Adad, G. Boulon, M. Trabelsi Ayadi, N. Kbir-Ariguib, Optical materials 16 (2001) 302.
- [6] J. S. Benjamin, Metall. Trans. Vol. 1(1970) 2943.
- [7] T. J. Tianen, R. B. Schwartz, J. Less-Common Met. 140 (1988) 99.
- [8] M. S. Kim, C. C. Koch, J. Appl. Phys. 62 (1987) 3450.

PRÉPARATION DE BISCHOFITE (MgCl₂.6H₂O) À PARTIR DE LA SAUMURE NATURELLE DE SEBKHA EL MELAH DE ZARZIS

R. FEZEI; H. HAMMI; A. M'NIF

Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération
Centre de Recherche en Sciences des Matériaux
Pôle Technologique de Borj Cedria
B.P.95 - 2050 Hammam-Lif. République Tunisienne
e-mail : radouanne.fezei@yahoo.fr

Partout dans le monde les ressources naturelles jouent un rôle important dans le secteur économique. Cette importance est principalement due au fait que ces ressources peuvent être valorisées par la récupération de différents types de produits présentant des applications industrielles et/ou agricoles. Cette étude s'inscrit parmi les thèmes de recherche dans le domaine de valorisation des ressources naturelles et plus précisément des saumures naturelles. Elle concerne la mise au point d'un procédé de récupération du chlorure de magnésium hexahydraté (MgCl₂.6H₂O) à partir de la saumure naturelle de Sebkha el Melah de Zarzis situé au sud tunisien. Ce procédé est basé sur des séquences successives d'évaporation pour précipiter premièrement le chlorure de sodium puis les sels double magnésien et potassique. Ensuite, la solution mère obtenue est refroidie pour en éliminer le sulfate de magnésium heptahydraté, epsomite (MgSO₄.7H₂O). Cette étape est essentielle avant la précipitation du sel double, carnallite (KCl.MgCl₂.6H₂O). À la fin de cette étape, la solution récupérée renferme encore des ions sulfate ce qui pourrait gêner l'extraction du chlorure de magnésium. Pour surmonter cette difficulté on a fait appel à une autre étape de désulfatation en utilisant une solution de chlorure de calcium. Ainsi la solution traitée est devenue pauvre en ions sulfate et par conséquence adéquate pour la préparation de la bischofite (MgCl₂.6H₂O).

Toutes les phases solides récupérées lors des différentes étapes de traitement ont été caractérisées par analyse chimique et diffraction des rayons X. En plus, le produit cible qui est supposé obtenu à partir de la dernière étape de traitement, à fait l'objet d'analyse MEB et ATD-ATG. Le procédé envisagé a permis de récupérer du chlorure de magnésium hexahydraté (MgCl₂.6H₂O) de pureté supérieure à 90% et des sous produits tel que le chlorure de sodium, le gypse (CaSO₄.2H₂O) et l'epsomite (MgSO₄.7H₂O). Aussi, il est à mentionner que la solution finale résultante du procédé est encore riche en ions chlorure et magnésium.

Mots clés: Saumure, évaporation isotherme, récupération, bischofite.

ELECTROSYNTHESE ET ETUDE STRUCTURALE DE LA CALIX[4]ARENEDIQUINONE

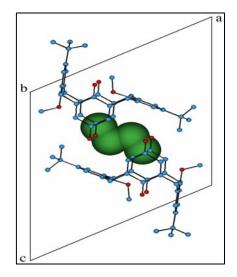
Sondes Meddeb-Limem^{1,2}, Salma Besbes-Hentati¹, Hechmi Said¹, Bernard Malézieux², Lise-Marie Chamoreau², Marcel Bouvet²

¹Laboratoire de Thermodynamique et d'Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte. Zarzouna 7021, Bizerte, Tunisie

Les calixarènes sont des macrocycles issus de la réaction de condensation du *p-tert*-butylphénol avec le formaldéhyde en présence d'une base.

La génération de la quinone est due à l'oxydation des phénols. Beaucoup de travaux ont montré que selon les sites phénoliques libres, se trouvant dans le calixarène, il est possible d'obtenir les calix[4]arènes mono-di-tri et tetra-quinone. Récemment, des études ont décrit, pour la première fois, la génération de la calix[4]arènediquinone par électrosynthèse du calix[4]arène correspondant.

Dans ce présent travail nous étudions l'oxydation électrochimique du calix[4]arène sur une électrode de platine, par voltampérométrie cyclique et par électrolyse à potentiel constant. Nous présenterons une étude par diffraction des rayons X de la calix[4]arènediquinone obtenu par électrosynthèse du calix[4]arène.



Calix[4]arènediquinone, ½ CH₂Cl₂.

²Laboratoire de Chimie Inorganique et Matériaux Moléculaires, Université Pierre et Marie Curie – Paris 6, CNRS-UMR 7071, 4 place Jussieu, Case courrier 42, 75252 Paris cedex 05, France

Elaboration et étude des propriétés spectroscopiques des oxydes de terres rares de type pérovskite

Imèn BEN TAAZAYET, Faiçal KHLISSA et Mokhtar FERID

Unité des Matériaux de Terres Rares, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, B.P. 95 Hammam-Lif, 2050, Tunisie.

Les oxydes à base de terres rares présentent actuellement un intérêt particulier dans plusieurs domaines industriels. Parmi les diverses applications de ces oxydes on peut citer les piles à combustibles, classées parmi les sources d'énergie dites renouvelables, qui trouvent leurs applications dans le domaine des automobiles, les téléphones mobiles, la production d'électricité domestique (2 à 7 kW) etc....

C'est dans ce cadre que nous avons entrepris la synthèse et la caractérisation de l'oxyde de strontium et du cérium tétravalent $SrCeO_3$ de type pérovskite, qui cristallise dans le système orthorhombique avec les paramètres de maille : a = 5,997, b = 12,308, c = 8,615 Å, V = 635,88 Å 3 et Z = 8.

La substitution du cérium (IV) par différents taux d'europium (III) donne des oxydes dopés notés $SrCe_{1-x}Eu_xO_{3-1/2 x}$ (avec x le taux de dopage).

Dans une atmosphère humide et à des températures élevées, les oxydes de terres rares dopés avec des cations de valence inférieure deviennent des conducteurs protoniques.

L'étude de la conductivité ionique par spectroscopie d'impédance complexe montre que $SrCe_{0,92}Eu_{0,08}O_{2,96}$ présente une conductivité de l'ordre de 2 $10^{-4}~\Omega^{-1}cm^{-1}$ à 929 K avec une énergie d'activation de 0,71 eV (Fig.1).

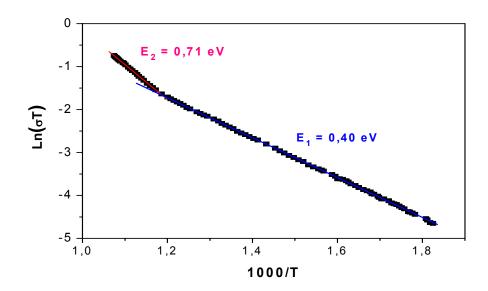


Figure 1. Variation de Ln(σT) en fonction de 1/T pour SrCeO₃ dopé avec 8 % d'europium.

MODELISATION DE LA CRISTALLISATION DU SULFATE DE POTASSIUM (K₂SO₄) PAR AJOUT D'UN ANTISOLVANT

K. DJEBALI; H. HAMMI; A. M'NIF

Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération Centre de Recherche en Sciences des Matériaux Pôle Technologique de Borj Cedria B.P.95 - 2050 Hammam-Lif. République Tunisienne

e-mail: kais.djebali@gmail.com

Le sulfate de potassium (K₂SO₄) est un engrais chimique très apprécié par les agricultures pour les cultures sensibles aux chlorures. Il a été produit par des réactions partielles. Une méthode de cristallisation a été mise en œuvre en utilisant un antisolvant (éthanol) afin de minimiser sa solubilité dans l'eau et sa récupération à des températures relativement faibles (25 à 40°C). Cette technique fort efficiente a été évaluée en utilisant la méthodologie des plans d'expériences et des plans mélanges. Dans une première partie, un plan factoriel a permis d'identifier les facteurs influents sur la masse volumique et sa modélisation et sur la masse dissoute de sulfate de potassium. Et dans une deuxième partie, La méthodologie de plan mélange combinée avec le plan d'expériences , qui tient compte des composants du mélange (eau, K₂SO₄ et l'éthanol) comme variables internes et la température et le temps de séjour comme variables externes a permis la modélisation de la masse du K₂SO₄ dissous qui est utilisé par la suite dans le traçage du diagramme ternaire K₂SO₄-eau-éthanol à 25°C et la prédiction de celui-ci à 35°C.

Mots-clés : cristallisation, antisolvant, solubilité, plans factoriel, plan de mélange, modélisation, diagramme ternaire.

EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LA PRECIPITATION DU CARBONATE DE CALCIUM EN PRESENCE DES IONS Mg²⁺ ET SO₄²⁻

MEJRI Wided, KORCHEF Atef, TLILI Mohamed, BEN AMOR Mohamed

Laboratoire d'Entartrage et de Physico-Chimie des Eaux Centre de Recherches et de Technologies des Eaux RP. 237 Soliman 8020, Tunisie Email: atef.korchef@inrst.rnrt.tn

La formation des dépôts de tartre sur les surfaces en contact avec l'eau naturelle, constitue un problème industriel de grande importance. En effet leur formation peut provoquer des pertes énergétiques considérables dans les unités de dessalement thermique et le remplacement des canalisations d'eau potables. Le principale constituant du tartre est le carbonate de calcium (CaCO₃). Sa précipitation est contrôlée par plusieurs paramètres telles que la température, la composition de l'eau, la nature des parois, etc.

Dans le présent travail, l'effet de la température sur la cinétique de précipitation et la microstructure du CaCO₃ en présence des ions Mg²⁺ et SO₄²⁻ a été étudié. La précipitation du carbonate de calcium est provoquée par dégazage du CO₂ dissous. Les précipités obtenus ont été caractérisés par diffraction des rayons X et microscopie électronique à balayage.

A faible température (<40°C), l'augmentation de la concentration des ions magnésiums influence la germination et la nature de la phase précipitée. L'aragonite formée est majoritairement secondaire. A haute température (60°C), le carbonate de calcium précipite sous forme d'aragonite primaire dans laquelle les ions magnésiums ont été insérés. Cette insertion affecte la croissance cristalline de l'aragonite. Les sulfates inhibent la précipitation du CaCO₃ et favorisent la calcite et la vatérite.

DETERMINATION DE L'ENTHALPIE DE FORMATION DU DISODIUM HYDROGENOPHOSPHATE DODECAHYDRATE NA₂HPO₄,12H₂O ET DU PYROPHOSPHATE DE SODIUM NA₄P₂O₇

H. Gmati, I. Khattech, M. Jemal

Laboratoire de thermodynamique appliquée, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, 2092 El Manar, Tunisie

La liaison P-O-P du pyrophosphate joue un rôle essentiel dans la biologie. C'est la forme structurale principale par laquelle l'énergie est transmise dans les cellules vivantes. Les pyrophosphates inorganiques sont les composés les plus simples contenant cette entité, et ils semblent de plus en plus jouer un rôle central dans les procédés bioénergétiques. L'objectif du présent travail est d'effectuer une étude thermodynamique du pyrophosphate de sodium de formule Na₄P₂O₇ en vue de calculer son enthalpie de formation.

Pour préciser la température de formation du Na₄P₂O₇, une analyse thermogravimétrique du disodium hydrogénophosphate dodecahydraté de formule Na₂HPO₄,12H₂O a été effectuée. Cette étude a permis de mettre en évidence la présence de quatre composés : deux hydrates intermédiaires, le disodium hydrogénophosphate anhydre et le pyrophosphate de sodium. La caractérisation de ce dernier a été réalisée par spectroscopie infrarouge et diffraction des Rayons X.

Tout comme le pyrophosphate de sodium, on s'est proposé de déterminer l'enthalpie de formation du disodium hydrogénophosphate dodecahydraté, qui à notre connaissance cette grandeur fait défaut dans la littérature. Pour ce faire, une étude calorimétrique de dissolution de ces deux phosphates, est réalisée à l'aide d'un microcalorimètre type CALVET C-80. L'acide phosphorique H₃PO₄ à 3,85% en masse de P₂O₅ est utilisé comme solvant. Toutes les expériences ont été menées en mode isotherme à 25°C. Deux cycles thermochimiques distincts ont été proposés, pour chacun de ces produits, mettant en jeu des réactions de synthèse de ces produits, des réactions de dissolution et des réactions de mélange.

La combinaison des valeurs mesurées et celles tirées de la littérature ont permis de remonter aux enthalpies de formation de ces produits dont les valeurs sont :

 $\Delta_{\rm f}$ H°(Na₂HPO₄,12H₂O) = -5264 kJ/mol, $\Delta_{\rm f}$ H°(Na₄P₂O₇) = -3330 kJ/mol.

et

ETUDE THERMODYNAMIQUE COMPARATIVE DE L'ADSORPTION SUR DEUX ARGILES TUNISIENNES de Cd (II) et Cr (III) en SOLUTION AQUEUSE

I. Ghorbel-Abid¹, C. Vagner², R. Denoyel², M. Trabelsi-Ayadi¹

- 1. Laboratoire des Applications de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement (LACReSNE). Faculté des Sciences de Bizerte. Tunisie (ibtissem.ab@planet.tn)
- 2. Laboratoire Chimie Provence Université Aix-Marseille1. France

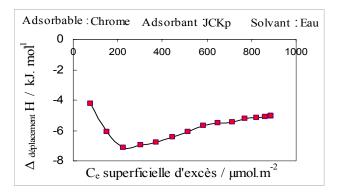
Résumé

Ce travail constituent une contribution à l'étude des mécanismes d'**adsorption** / **fixation** de métaux lourds polluants par les adsorbants solides.

Les résultats présentés concernent l'adsorption de deux métaux lourds polluants typiques, le cadmium divalent ^[1] et le chrome trivalent ^[2] sur l'argile purifiée de Jebel Chakir (nord-ouest de Tunis -Tunisie) notée JCKp et sur l'argile purifiée de Jebel Tejra (région de Médenine située au sud-est tunisien), notée (JTCp). L'approche macroscopique de l'étude s'appuie sur un suivi de la cinétique d'adsorption et sur le tracé des isothermes d'adsorption, en étudiant tout particulièrement l'influence du pH.

Les mesures microcalorimétriques des chaleurs d'adsorptions sont réalisées à 298 K et pH 3,5 à l'aide d'un microcalorimètre du type TIAN – CALVET afin de calculer les enthalpies de déplacement du solvant par les ions métalliques.

Les résultats montrent que les phénomènes d'adsorption sont peu énergétiques, les enthalpies de déplacements varient entre -16 et + 0,9 kJ.mol⁻¹. Toutefois ces dernières dépendent de la nature du cation adsorbé et de la concentration de la solution métallique à l'équilibre.



Mots-clés

Argile; Smectite; illite; Métaux lourds; Adsorption liquide-solide; Ion Cd II; Ion Cr III. **Références**

- [1] Sorption of chromium (III) from aqueous solution by bentonitic clay. I.GHORBEL-ABID, A. Jrad, K. Nahdi, M. Trabelsi-Ayadi. Desalination.
- [2] Retention of chromium (III) and cadmium (II) from aqueous solution to illitic clay as low-cost adsorbent. I. Ghorbel-Abid, K. Galai, M.Trabelsi-Ayadi. Desalination.

SYNTHESE DE TiO₂ PAR MICROEMULSION VIA LA VOIE SOL-GEL

Kh. Haouemi, F. Touati et N. Gharbi

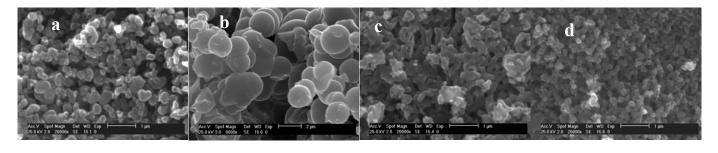
Laboratoire de Chimie de la Matière Condensée (99/UR/12-16), Université de Tunis., Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Tunis, 2 rue Jawaher Lel Nehru 1089 Montfleury-Tunis (Tunisie)

TiO₂ nanostructuré a été préparé en utilisant la méthode sol-gel dans un milieu micellaire inverse. En effet, l'hydrolyse et la polycondensation de l'alcoxyde de titane se fait dans des réacteurs constitués des microgouttelettes d'eau entourées par des monocouches de molécules de surfactants et dispersées au sein d'un solvant organique apolaire.

Les produits obtenus sont caractérisés par différentes techniques telles que l'infrarouge, les analyses thermogravimétrique et différentielle, la diffraction des rayons X, la microscopie électronique à balayage et la technique BET.

La DRX révèle que les différents échantillons sont amorphes à la température ambiante et se transforment, après traitement thermique sous air, en TiO₂ anatase vers 450 °C puis à la forme Rutile vers 700°C.

La MEB a montré que le rapport $\mathbf{W_0} = [Eau]$ / [surfactant] affecte énormément la taille et la forme des particules de TiO_2 . Les résultats du BET ont mis en évidence l'influence du rapport $\mathbf{W_0}$ et du rapport $\mathbf{h} = [\mathbf{H_2O}]$ / $[Ti(OiPr)_4]$ sur les propriétés texturales (S_{BET} , V_P et D_P) des produits finaux.



	$S_{BET} (m^2/g)$	Dp(A°)	Vp(cm ³ / g)	$\mathbf{W_0}$
a	259.7	31.47	0.20	6.8
b	7.0	34.02	0.008	14
С	271.7	47.26	0.32	20.5
d	389.0	44.78	0.43	639

SYNTHESE, CARACTERISATION ET ETUDE STRUCTURALE DU COMPOSE HYBRIDE

[DICHLOROMANGANESE(II)) CYCLAM] TERTIOBUTANOL: [MnCl₂(C₁₀H₂₄N₄)].C₄H₉OH

(CYCLAM= 1,4,8,11 TETRAAZACYCLOTETRADECANE)

Donia ZAOUALI ZGOLLI & Habib BOUGHZALA

Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Tunisie habib.boughzala@ipein.rnu.tn

Résumé

Les composés hybrides organiques-inorganiques, suscitent aujourd'hui un grand intérêt à cause de leurs propriétés pouvant être valorisées aussi bien sur le plan appliqué que sur le plan fondamental. Nous avons entrepris dans notre laboratoire un nouvel axe orienté vers la synthèse et la cristallochimie des composés hybrides à base de manganèse et de molécules organiques aminées. Dans ce cadre, nous rapportons la synthèse et l'étude d'un nouveau composé [MnCl₂(C₁₀H₂₄N₄)].C₄H₉OH à ligand polyazamacrocyclique (C₁₀H₂₄N₄) ayant beaucoup d'applications dans les domaines de la chimie, la biologie et de la médecine [1].

Ce composé cristallise dans le système orthorhombique, groupe d'espace P2₁2₁2₁ avec les

paramètres de maille a=6,566(2); b=13,376(3); c=19,585(4) (Å); V=1720 (1) Å³ et Z=4. Sa structure a été résolue et affinée jusqu'aux facteurs de reliabilitté non pondéré et pondéré $Rw(F^2)=0,1662$ et $R(F^2)=0,0528$

La structure cristalline est constituée d'octaèdres (MnCl₂N₄) isolés entre les quelles s'intercalent des molécules organiques (C₃H₉OH). La cohésion du structure assurée par de liaisons hydrogène de type N-H...Cl; C-H...O et C-H...N (Fig.1).

Ce composé a été caractérisé par MEB, IR, UV Visible. La méthode de préparation, les résultats de l'étude structurale ainsi que la comparaison avec d'autres complexes similaires seront détaillés et discutés dans cette communication.

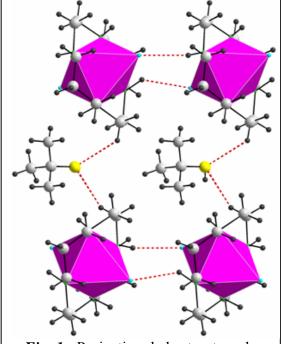


Fig. 1: Projection de la structure du composé de formule [MnCl₂(C₁₀H₂₄N₄)].C₄H₉OH dans le plan (a,c)

OPTIMISATION OF EPSOMITE TRANSFORMATION INTO PERICLASE USING EXPERIMENTAL DESIGN METHODOLOGY

S. BEHIJ; K. DJEBALI; H. HAMMI; A.H. HAMZAOUI; A. M'NIF

Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération
Centre de Recherche en Sciences des Matériaux
Pôle Technologique de Borj Cedria
B.P.95 - 2050 Hammam-Lif. République Tunisienne
e-mail: mnif.adel@inrst.rnrt.tn

The exceptional proprieties of MgO as a catalytic material, or as additives in building supplies (Sorel cement, lightweight building panels) and superconductor products has been attracting both fundamental and application studies.

In literature, MgO was prepared mainly by calcination of Mg(OH)₂ obtained either by precipitation or by MgO hydration. In our case, the magnesium oxide was manufactured from magnesium sulphate (MgSO₄.7H₂O) by precipitation of Mg(OH)₂ using a strong base (NH₄OH) in a first step and then calcined in a programmable furnace under controllable conditions to produce MgO in a second step.

These considerations altogether led us to apply the experimental design methodology in order to maximise synthesis yield: this allowed us to search for the optimum experimental conditions while performing a low number of experiments.

In a previous work, implemented in our laboratory, the sensitivity of the present double decomposition reaction to several parameters was carried out. Consequently, the main purpose of the current work is their optimisation by means of experimental design methodology.

For the first step, a fractional factorial design and a centered composite one are used in order to establish appropriate experimental conditions for Mg(OH)₂ obtention. The most favourable conditions for the second step to obtain MgO were determined using only a fractional factorial design. The decomposition of the optimal precipitated Mg(OH)₂ was analysed by DTA/TGA and the crystallisation process was observed by XRD. The morphological proprieties of the MgO agglomerates were examined by SEM.

SYNTHESE ET ETUDE STRUCTURALE DU COMPOSE (C₅ClN₂H₆)₂Mo₄O₁₃

M. DRISS, R. KSIKSI, M. F. ZID & A. DRISS.

Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Manar I, Tunis, Tunisie.

Le composé $(C_5ClN_2H_6)_2Mo_4O_{13}$ a été préparé par voie hydrothermale à partir d'un mélange de molybdate d'ammonium $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ et de la base: 2 amino-5 chloropyridine.

L'étude par diffraction des rayons X sur monocristal montre que ce composé cristallise dans le système triclinique, groupe d'espace P-1, avec les paramètres de maille suivants:

a=9,719(3)Å; b=10,744(5)Å; c=12,235(7)Å; α =92,47(4)°; β =102,14(4)° et γ =116,57(4)°, avec deux groupements formulaires par maille. La résolution et l'affinement de la structure ont conduit aux facteurs de reliabilité non pondéré R(F²)=0,041 et pondéré Rw₂(F²)=0,127.

La structure du composé étudié est formée par les groupements Mo_8O_{28} partageant des arêtes, de manière à former des rubans $(Mo_8O_{26}^{4-})_n$ entre lesquels s'insèrent des cations organiques de type $(C_5ClN_2H_6)^+$ (Fig.1).

Un groupement Mo₈O₂₈ est constitué par huit octaèdres MoO₆ partageant des arêtes (Fig.2). La cohésion de ces entités organique-inorganiques est assurée par des liaisons hydrogène de type N-H...O.

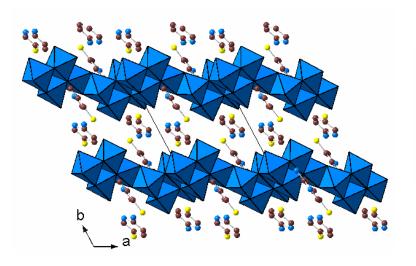






Fig. 2: Représentation d'un groupement Mo₈O₂₈

Etude de la Corrélation entre la structure cristalline et le comportement thermique du monohydrogénodiphosphate de dysprosium trihydraté

S. Khlifi, F. Chehimi-Moumen, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi

Laboratoire d'Application de la Chimie Au Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna-Bizerte, Tunisie.

Dans le cadre d'une étude systématique des propriétés physico-chimiques des phosphates de terre rares, entreprise dans notre laboratoire, le monohydrogénodiphosphate de dysprosium trihydraté HDyP₂O₇,3H₂O a été synthétisé et caractérisé par différentes techniques.

Ce sel cristallise dans le groupe centrosymétrique $P\bar{1}$ avec les paramètres de maille suivants : a=6,4585(4), b=6,976(1), c=9,803(1) Å, $\alpha=98,48(1), \beta=9,44(1),\gamma=88,39(1)^\circ$. Son arrangement atomique est un empilement de couches formées par l'association de groupements diphosphates, de polyèdres de coordination du dysprosium et de deux molécules d'eau de cristallisation. Ces couches sont reliées l'une à l'autre par l'intermédiaire de liaisons hydrogène fortes pour former un réseau tridimensionnel.

L'étude thermique de ce composé a été conduite dans un premier temps par analyse thermique différentielle et gravimétrique (ATD-TG) sous balayage d'argon et par analyse calorimétrique différentielle (DSC). Dans une seconde étape la décomposition du diphosphate a été réalisée par analyse thermique à vitesse de transformation contrôlée (ATVC) et sous une pression de vapeur d'eau constante maintenu égale à 5hPa.

Une différence entre le nombre des étapes de décomposition décelés par les deux techniques, les températures des accidents thermiques et la qualité des produits intermédiaires est observée. Ceci montre l'influence de la nature de l'atmosphère régnant au dessus de l'échantillon au cours de sa décomposition.

Les résultats de l'étude thermiques obtenus sont corrélés avec les résultas structuraux.

ACTIVITÉ CATALYTIQUE DES OXYDES MIXTES CoMgAI, CoAI ET MgAI DANS LA RÉACTION DE RCS DE NO PAR NH₃

Neila.NAJAI LABIDI^a, Abdelhamid.GHORBEL^a, Didier.TICHIT^bet Gérard.DELAHAY^b. a Laboratoire de chimie des matériaux et catalyse, Département de chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis II, Campus Universitaire 2092 Tunis, Tunisie

Résumé : Des hydroxydes doubles lamellaires (hydrotalcites) calcinés ont été synthétisés puis testés dans la réduction catalytique sélective (RCS) de NO par NH₃. La calcination des hydrotalcites à 650°C a mené à la formation d'oxydes mixtes avec une surface spécifique variant entre 54 et 99 m²/g. L'addition du cobalt au système MgAl améliore ses propriétés catalytiques d'une manière d'autant plus appréciable que la quantité de cobalt est faible, ce qui conduit à la fois à une sélectivité en N₂ et une conversion de NO importantes.

Méthodes expérimentales: Les synthèses des hydrotalcites ont été effectuées par coprécipitation d'une solution contenant des quantités appropriées de Co(NO₃)₂.6H₂O, Mg(NO₃)₂.6H₂O et de Al(NO₃)₃.6H₂O par une solution de NaOH (1M) et de Na₂CO₃ (0,01M) à un pH de 9. Les solides issus de ces préparations ont été caractérisés par DRX, par physisorption de N₂. ATG, RTP et analyse chimique par ICP.

Résultats: Les analyses chimiques ont permis la détermination de la composition et par conséquent de la formule des solides synthétisés. Les analyses par DRX ont confirmé la structure hydrotalcite pour tous les échantillons préparés. Les analyses thermogravimétriques ont montré une décomposition en deux étapes des hydrotalcites. Le second pic thermique est décalé vers les hautes températures pour une teneur en Mg croissante dans les échantillons. La physisorption de N₂ a révélé une augmentation des valeurs de surface spécifique après calcination des hydrotalcites. Les échantillons calcinés ont été testés dans la Réduction Catalytique et Sélective (RCS) de NO par NH₃ en présence de O₂. Pour l'échantillon exempt de cobalt (Mg(3)Al), l'oxydation de NH₃ est évitée quoique la conversion de NO est relativement faible (41%) à haute température. L'addition du cobalt au système MgAl améliore ses propriétés catalytiques d'une manière d'autant plus appréciable que la quantité de cobalt est faible, ce qui conduit à la fois à une sélectivité en N₂ et une conversion de NO importantes. D'où l'intérêt de synthétiser l'échantillon Co imprégné sur MgAl. Ce dernier atteint en fait les meilleures performances catalytiques avec une conversion de NO de 79% à 583K et une sélectivité en N₂ entre 80 et 90%, tout en produisant la plus faible quantité de N₂O qui est un produit non désirable.

^b Equipe MACS, Institut Charles Gerhardt - UMR 5253 CNRS/ENSCM/UM2/UM1, 8, rue de l'Ecole Normale 34296 Montpellier cedex 5, France

Isothemal section of the Er-Fe-Al ternary system at 800°C

M. Jemmali ¹, S. Walha ², O. Tougait³, H. Noël ³ and R. Ben Hassen¹

- 1 : Unité de Recherche de Chimie des Matériaux, ISSBAT. Université de Tunis ElManar. 9, Avenue Dr. Zoheir Safi 1006 Tunis, Tunisia.
- 2 : Laboratoire des Sciences des Matériaux et d'Environnement, Faculté des Sciences de Sfax, Sfax, Tunisia.
- 3 : Laboratoire de chimie de solide et matériaux, Sciences chimiques de Rennes, UMR 6226 CNRS-Université Rennes 1, Avenue du Général Leclerc 35042 Rennes, France

Physico-chemical analysis techniques, including X-ray diffraction and Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, were employed to construct the isothermal section of the Er-Fe-Al system at 800°C. At this temperature, the phase diagram is characterized by the formation of five intermediate phases, ErFe_{12-x}Al_x with $5 \le x \le 8$ (ThMn₁₂-type), ErFe_{2-x}Al_x with $0.75 \le x \le 1.2$ (MgZn₂-type), ErFe_{3-x}Al_x with $0.5 < x \le 1$ (DyFe₂Al type), Er₂Fe_{17-x}Al_x with $4.74 \le x \le 5.7$ (TbCu₇ –type) and Er₂Fe_{17-x}Al_x with $5.7 < x \le 9.5$ (Th₂Zn₁₇ –type), seven extensions of binaries in to the ternary system; ErAl_{3-x}Fe_x with x < 0.5 (Au₃Cu-type), ErFe_xAl_{2-x} with $x \le 0.68$ (MgCu₂-type), Er₂Al_{1-x}Fe_x with $x \le 0.25$ (Co₂Si .type), ErFe_{2-x}Al_x with $x \le 0.5$ (MgCu₂-type), ErFe_{3-x}Al_x with $x \le 0.5$ (Be₃Nb -type), Er₆Fe_{23-x}Al_x with $x \le 8$ (Th₆Mn₂₃-type), and Er₂Fe_{17-x}Al_x with $x \le 4.75$ (Th₂Ni₁₇-type) and one intermetallic compound, ErFe₂Al₁₀ (YbFe₂Al₁₀- type), with cell parameters, x = 8.948(2) Å , x = 8.948(2) Å , x = 8.948(2) Å , x = 8.948(2) Å .

EFFET D'UN POLYACRYLATE SODIQUE SUR LA CRISTALLISATION DU SULFATE DE CALCIUM: ETUDE CINETIQUE ET MINERALOGIQUE.

S. Ben Ahmed, M. M. Tlili, M. Ben Amor

Laboratoire d'Entartrage et de Physico-Chimie de l'Eau, Centre de Recherches et Technologies des Eaux, BP 273 Soliman 8020 – Tunisia. Tel./fax: +216 71 430 470/ 79 412 802 ; E-mail: benahmed.samia@gmail.com

<u>Résumé</u>

Le gypse est le constituant unique du tartre précipité lors du dessalement thermique de l'eau qui alimente la station de dessalement UTAIM - Sfax. La solution la plus adaptée pour lutter contre la précipitation de ce type de tartre est l'inhibition chimique. Des études antérieures [1,2] ont montré que le polyacrylate (RPI2000) présente un pouvoir inhibiteur important contre la précipitation de ce sel. Afin de mieux comprendre le mode d'action de cet inhibiteur, nous avons mené une étude cinétique et minéralogique détaillée.

Les analyses DRX et par spectroscopie Raman des cristaux, formés en présence de différentes concentrations de RPI, montrent que ce dernier n'a pas le même effet selon le degré de saturation de l'eau. Pour les cristaux formés en solutions sursaturées, la présence du polyacrylate n'a pas changé la variété du sulfate de calcium précipité qui est le gypse. Lorsque les cristaux sont formés en solutions sous-saturées, l'analyse Raman montre que cet inhibiteur inhibe la formation du gypse et oriente la précipitation vers les variétés moins hydratées du sulfate de calcium, hémihydrate et anhydre [³].

L'étude cinétique montre que l'ajout du RPI, prolonge le temps d'induction, diminue la vitesse de germination et augmente la tension de surface. Le mode d'addition du RPI (dans la solution de calcium ou dans celle de sulfate) a été trouvé comme étant un paramètre important pour l'inhibition chimique de la cristallisation de gypse [⁴].

L'étude cinétique et minéralogique montrent que cet inhibiteur influence la précipitation par adsorption : i) sur les amas du sulfate de calcium en cours de l'étape de germination en les empêchant d'atteindre une taille critique et ii) sur les sites actifs à la surface du cristal pendant l'étape de la croissance cristalline limitant ainsi la vitesse de précipitation.

^[1] S. Ben Ahmed, M. M. Tlili, M. Ben Amor, H. Ben Bacha, B. Elleuch; "Calcium sulphate scale prevention in a desalination unit using the "SMCEC" technique", Desalination 167 (2004) 311-318.

^{[&}lt;sup>2</sup>] S. Ben Ahmed, M. M. Tlili, M. Ben Amor; "Optimization of an antiscale treatment to prevent scaling of a solar desalination unit using evaporation-condensation principle", Inter. Sci. J. Alternative Energy and Ecology (ISJAEE), acceptée.

^[3] S. Ben Ahmed, M. M. Tlili, M. Ben Amor; Etude de l'effet d'inhibiteurs de précipitation sur la morphologie et la minéralogie du sulfate de calcium, J. Phys. IV 122 (2004) 141–147.

^[4] S. Ben Ahmed, M. M. Tlili, M. Ben Amor; "Influence of a polyacrylate antiscalant on gypsum nucleation and growth", Crys. Res. Tech. 43 (2008) 935.

SYNTHESE DES NOUVEAUX COMPLEXES HYDRURES NEUTRES A LIGANDS β-CETOIMINES

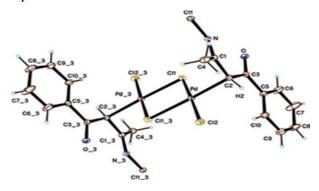
NAJOUA BELHAJ MBAREK ELMKACHER et FAOUZI BOUACHIR Laboratoire de Chimie de Coordination, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Monastir Avenue de l'environnement 5019 Monastir, Tunisie

Les hydrures des métaux de transition occupent une place essentielle dans la chimie des composés organométalliques en raison de la particularité du ligand H et de la grande utilité des réactions d'insertion dans la liaison M-H en synthèse et dans la majorité des cycles catalytiques. Cette réaction est très importante puisqu'elle conduit à la dimérisation, à l'oligoméristaion et à la polymérisation des alcènes. D'un autre côté les ligands β-cétoamines ont été largement employés sous leurs formes anioniques, leurs utilisations en tant que ligand neutre ont été rarement décrites¹.

Au vu de l'importance de ces deux classes des ligands, nous avons synthétisés une nouvelle série des complexes de palladium qui renferment à la fois un ligand hydrure et un ligand β-cétoimine et ceci à partir des ligands β-cétoamines neutres selon le schéma suivant :

H₃C Ar
N +
$$(CH_3CN)_2PdCl_2$$
 CH₂Cl₂
O 6
1-5 $(7): Ar = C_6H_5, (8): Ar = 2-CH_3O-C_6H_4, (9): Ar = 4-F-C_6H_4$
(10): $Ar = 2,4,6-(CH_3)_3-C_6H_2, (11): Ar = 2,6-(iPr)_2-C_6H_3$

Tous les produits obtenus sont stables à la température ambiante. Ils ont été caractérisés par spectroscopie RMN et IR. Une diffraction des rayons X sur un monocristal a permis de résoudre la structure du complexe 11.



1.(a) A. Panda, M. Stender, R. J. Wright, M. M. Olmstead, P. Klavins, et P. P. Power, *Inorganic Chemistry*, 2002, 41, 3909 (b) J. Kim, J.W. Hwang, Y. Kim, M. H. Lee, Y. Han et Y. Do, *J. Organomet. Chem.*, 2001, 620, 1 (c) D. Jones, A. Roberts, K. Cavell, W. Keim, U. Englert, B. W. Skelton et A. H. White, *J. Chem. Soc.*, *Dalton.*, 1998, 255 (d) W. Y. Lee, H. H. Hsieh, C. C. Hsieh, H. M. Lee, G. H. Lee, J. H. Huang, T. C. Wu et S. H. Chuang, *J. Organomet. Chem.*, 2007, 692, 1131.

Thermal and spectroscopic changes in bitumen modified by the addition of polymeric waste

M. Benbouzid, S. Hafsi

Laboratoire de Chimie Appliquée et Technologie des Matériaux Centre Universitaire Larbi Ben M'hidi Oum-El-Bouaghi 04000, Algérie E.mail: mbenbouzi@yahoo.fr

Abstract

The development of new bituminous materials for the road coating, with better resistance to thermal cracking and ageing is undergoing considerable advances. The present work studied the thermal and spectroscopic behavior of a road bitumen with a penetrability 40/50 modified by the incorporation of 4% of three different polymeric wastes (PET, PP, pneumatic rubber). The techniques used in this work are the DSC under inert atmosphere and the diffuse reflectance infrared Fourier transform. The rate of the crystallizable fractions and the temperature of vitreous transition of the prepared materials were determined by DSC. The infrared spectroscopy studies using the DRIFT technique determined the effect of the polymeric waste introduced on the spectrum of vibration of the bitumen mixtures.

Keywords: Bitumen, PET, PP, pneumatic rubber, DSC, DRIFT

PREPARATION D'UN CHARBON ACTIF A PARTIR D'UN BITUME ROUTIER. ACTIVATION PAR KOH

Hafsi Said et Benbouzid Mohammed

Laboratoire de Chimie Appliquée et Technologie des Matériaux Centre Universitaire Larbi Ben M'hidi Oum-El-Bouaghi E.mail: shafsi@yahoo.fr

Résumé

L'Algérie est le quatrième producteur de pétrole en Afrique, après le Nigeria, la Libye et l'Angola. Cette richesse lui a permis de mettre en place une industrie pétrochimique importante. l'Algérie traite actuellement 22 millions de tonnes de pétrole brut par année. Par conséquent, des quantités énormes de résidus bitumineux issus du raffinage du pétrole sont produites. Ces résidus qui sont un mélange très complexe d'hydrocarbures lourds (asphaltènes et maltènes), sont principalement utilisés dans le revêtement routier et matériaux d'étanchéité. Des travaux de recherche récents ont montré qu'il est possible de transformer ces résidus bitumineux par voie chimique et physique en charbon actif de qualité meilleure sinon similaire à celle de ses homologues préparés à partir de la biomasse végétale et d'autres matériaux polymériques. Les charbons actifs sont très demandés sur le marché national et international, vue leur utilisations comme matériaux de haute de porosité qui sont largement employés pour la séparation des gaz, le régénération de solvants, l'élimination des polluants organiques et inorganiques des eaux, décontaminant de catalyseurs, extraction de l'or des minerais, stockage de l'hydrogène, aigreurs d'estomac, aérophagies, flatulences...etc.

Nous avons à travers ce travail de recherche préparé un charbon actif à partir d'un bitume routier. L'activation est réalisée par KOH. Une étude comparative montre que la surface spécifique du charbon actif préparée est nettement supérieure à surface spécifique de certains charbons actifs qu'on trouve dans le commerce.

Mots clés: bitume, charbon actif, activation

Références bibliographiques

- 1. Mohammed Benbouzid, Said Hafsi. Thermal and kinetic analyses of pure and oxidized bitumens. Fuel 87 (2008) 1585–1590.
- 2. V.A. Yakovlev, P.M. Yeletsky, M.Yu. Lebedev, D.Yu. Ermakov, V.N. Parmon. Preparation and investigation of nanostructured carbonaceous composites from the high-ash biomass. Chemical Engineering Journal 134 (2007) 246–255.
- 3. Md. Azhar Uddin, Yosuke Shinozaki, Naoya Furusawa, Toru Yamada, Yuki Yamaji, Eiji Sasaoka. Preparation of activated carbon from asphalt and heavy oil fly ash and coal fly ash by pyrolysis. J. Anal. Appl. Pyrolysis 78 (2007) 337–342.
- 4. Munther Issa Kandah, Reyad Shawabkeh, Mahmoud Ar'ef Al-Zboon. Synthesis and characterization of activated carbon from asphalt. Applied Surface Science 253 (2006) 821–826.
- 5. D. Lozano-Castello, M.A. Lillo-Rodenas, D. Cazorla-Amoros, A. Linares-Solano. Preparation of activated carbons from Spanish anthracite. I. Activation by KOH. Carbon 39 (2001) 741–749.
- 6. M.A. Lillo-Rodenas, D. Lozano-Castello, D. Cazorla-Amoros, A. Linares-Solano. Preparation of activated carbons from Spanish anthracite. II. Activation by NaOH. Carbon 39 (2001) 751–759.
- 7. M.A. Lillo-Rodenas, J. Juan-Juan, D. Cazorla-Amoros, A. Linares-Solano. About reactions occurring during chemical activation with hydroxides. Carbon 42 (2004) 1371–1375.

Liste des
Communications
par Poster par ordre
alphabétique
des auteurs



P 01	J. Abdelhak, S. Namouchi Cherni, M.F. Zid, A. Driss
1 01	Synthèse, caractérisation et étude structurale du composé [(H ₂ C ₂ O ₄)(C ₄ H ₅ N)](H ₂ C ₂ O ₄)
P 02	S. Abid, H. Hemissi, M. Rzaigui
	Synthèse et étude Physico-chimique et structurale d'un nouveau cyclotétraphosphate [o-
	$C_2H_5C_6H_4H_3]_4P_4O_{12}.2H_2O$
P 03	M. Abid, R. El Gharbi
	Valorisation de la biomasse végétale: Polyesters et copolyesters
	B. Abida, L. Chirchi, H. Kochkar, A. Ghorbel
P 04	Préparation d'électrodes Pt/TiO ₂ nanotubes/C pour la réaction d'électro oxydation du méthanol dans une pile DMFC
	A. Addoun, L. Temdrara
P 05	Charbons actifs à base d'un composé lignocellulosique: propriétés texturales par adsorption de gaz et calorimétrie d'immersion
	A. Afli, S. Abid, R. El Gharbi
P 06	Polyacylhydrazones furaniques, 1. Polycondensation de dialdehydes aromatiques avec
	diverses dihydrazides bifuraniques
	H. Agougui, A. Aissa, M. Debbabi, M. Gruselle, R. Thouvenot
P 07	Fonctionnalisation de la surface de l'hydroxyapatite $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ par greffage de méthylène bisdichlorophosphonate.
P 08	T. Ahmed-Zaid, A. Harichane
1 00	Formulation et évaluation d'agents fluxants
D 00	S. Akriche, A. Selmi, M. Rzaigui
P 09	Synthèse et étude structurale de deux nouveaux diphosphates d'orthotoluidinium
D 40	N. Allouche, N. Damak, M. Damak
P 10	Etudes chimique et structurale de deux nouveaux secoiridoïdes isolés des margines
	C. Amairia, S. Fessi, A. Ghorbel
P 11	Optimisation des propriétés catalytiques des catalyseurs Pd/Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ utilisés pour la
	combustion du méthane
P 12	M. Ammami, F. Jlaiel, P. Strobel, A. Ben Salah
1 12	Synthesis and physical Properties of Ag- and Cu-based Delafossite Ceramics
P 13	H. Ammar, S. Abid, R. El Gharbi
Г 13	Reaction of iminocoumarins with dihalogenated compounds
	S. Amokrane-Nibou, A. Krobba, H. Mekatel, D. Nibou
P 14	Dosage des ions de sodium par potentiométrie a ions selectifs dans la récuperation des ions Cu^{2+} et Zn^{2+} sur des Zéolites A et X.
	O. Amri, S. Abid, M. Rzaigui
P 15	Synthèse et étude structurale de deux cyclohexaphosphates de 4-chlorobenzylanilinium

P 16	A. AOUNI, C. Fersi, M. Dhahbi
	Etude des performances du couplage électrocoagulation/ nanofiltration dans le traitement des rejets textiles
P 17	<u>I. Aribi</u> , A. Haj Saïd, S. Roudesli
	Oxydation électrochimique des phényl styryl cétones: Application à l'électrosynthese d'oligomères de type polyacétylènes substitués
	L. Aroua, A. Baklouti
P 18	Synthèse de bis (nitrile α , β -insaturé) polyoxyéthylènes
	A. Attia, O. Dkhil, A. Elhaj Belgacem, T. Legouil, J. Belghaieb
P 19	Analyse énergétique et exergétique d'une unité industrielle de fabrication de l'acide nitrique
	F. Ayari, L. Bousselmi, E. Srasra
P 20	Evaluation of local clay as low-cost adsorbents for a dye uptake from contaminated water Modelisation of adsorption isotherms: Langmuir and Freundlich models
	F. Ayari, M. Mhamdi, A. Ghorbel
P 21	Réduction catalytique sélective de NO en présence d'ammoniac sur des zéolithes échangées au chrome
	F. Ayed, O. Jemmali, M. A. Mahjoub, I. Cheraif et Z. Mighri
P 22	Composition chimique et activité antioxydante de l'extrait volatil de la plante aquatique cymodocea nodosa de Tunisie
P 23	I. Baccar, H. Feki, Y. Abid, F. Zouari
1 23	Etude structurale, DSC et mesures optiques du composé [C ₈ H ₉ N ₂] ₃ BiCl ₆ .H ₂ O
P 24	S. Barbouchi-Ouni, L. Aroua, M. Beji
1 24	Synthèse de bis(aminotosylates) polyoxyéthylène
	T. Barhoumi-Slimi, M.A.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia, M.R. Khaddar
P 25	Etude de l'interaction du 2-chloro-3-formylacrylate d'alkyle avec SnCl ₄ par RMN à température variable
	S. Bchir, S. Hammami, A. Zardi-Bergaoui, Z. Mighri
P 26	Isolement et Elucidation structurale par RMN mono et bidimensionnelle de constituants chimiques de l'Extrait butanolique de la plante médicinale <i>Anacyclus cyrtolepidioides</i> poussant en Tunisie
	B. Bejaoui Kéfi , F. Ammari, M. Ben Attia, H. Zarrouk
P 27	Détermination des composés mineurs d'huiles d'olives tunisiennes selon la variété, le degré de maturité et l'origine géographique des olives
	D. Bejaoui
P 28	Etude Théorique du Mécanisme de l'Alcoolyse de la Liaison P-N Extra cyclique des Phospholanes
D 20	W. Belam
P 29	Synthesis, X-ray Diffraction Study and Physico-Chemical Characterizations of KLaP ₄ O ₁₂
D 20	K. Belgacem, P. Llewellyn, K. Nahdi, M.Trabelsi-Ayadi
P 30	Quality control of mineral impurities in industrial tales

D 21	H. Belgaroui, M. Loukil, R. Karray, A. Kabadou
P 31	Caractérisation physico-chimique et structurale du composé substitué [rb _{0,94} (Nh ₄) _{0,06}] ₂ TeCl ₆
	J. Belghaieb, Tlijani F., Tabib A., Zine Elabidine R., Legouil T., Hajji N.
P 32	Simulation et optimisation de la colonne d'absorption d'une unité industrielle de fabrication de l'acide nitrique
	N. Bellakhal, J.L. Brisset, M. Dachraoui
P 33	Préparation du nitrure de titane TiN en milieu plasmgène azoté: Application à l'augmentation de sa résistance à la corrosion
	F. Ben Abdallah-Zribi, R. Abdelhédi
P 34	Traitement électrochimique des eaux contenant le thyrosol
	H. Ben Ammar, C. Fischmeister, C. Bruneau
P 35	Synthèse de ligands chiraux et de catalyseurs moléculaires pour la catalyse énantiosélective
	G. Ben Amor, K. Ferchichi, N. Amdouni, H. Zarrouk, C.M. Julien
P 36	Synthèse et caractérisations physico-chimiques de composés de structure olivine L_x FePO4 $(0.9 \le x \le 1.1)$ - Application comme électrode positive dans les accumulateurs au lithium
	H. Ben Amor, Z. Omri, M.R. Jeday
P 37	Oxydation de la matière organique dans l'acide phosphorique dilué (28% P_2O_5) par le couple H_2O_2 /argile
D 20	H. Benboubaker, A. Ghorbel
P 38	Mécanisme d'échange du catalyseur Co-ZSM-5
D 20	R. Ben Chaabane, A. Hedhli
P 39	4-fluoropyrazoles: Synthèse et caractérisation
P 40	<u>S. Ben Chaabene</u> , L. Bergaoui, A. Ghorbel, M.A. Vicente Rodriguez, R. Trujillano Hernandez, V. Rives
	Délamination des smectites naturelles par broyage mécanique
	M.T. Ben Dhia, M.A.K. Sanhoury, L.C. Owono Owono, M.R. Khaddar
P 41	Complexes d'addition du tetrabromure d'étain avec les ligands (NMe ₂) _{3-n} Cl _n P(O) [n = 1, 2] - Etude par RMN multinucléaire [119 Sn, 31 P, 1 H, 13 C] et par DFT
D 42	S. Ben Hlila, M.F. Zid, A. Driss
P 42	Préparation et étude structurale du composé NaMoO ₂ AsO ₄ (forme □)
	L. Ben Mohamed, A. Jelassi, I. Hassen
P 43	Total phenolics, Flavonoids and antioxidant activity in stems and flowers of <i>Euphorbia helioscopia</i> L.
	A. Ben Othman, R. Abidi, K. Jong Seung, J. Vicens
P 44	Etudes des propriétés complexantes et extractantes de trois calix-amido-pyrène vis-à-vis d'une série de lanthanides et de métaux de transition
	R. Ben Othmane, T. Bousquet, A. Fousse, M. Othman, Vincent Dalla
P 45	N-acyliminium ion chemistry: Triflimidic acid $HNTF_2$ is a powerful catalyst for the highly efficient α amidoalkylation of silyl enol ethers

	N. Ben Rahal, J.K. Chérif, D. Barth, M. Trabelsi-Ayadi
P 46	Etude et Identification des acides gras de l'huile des graines du chardon-marie (Silybum marianum)
	A. Ben Salem, M. Salem, J.B. Regnouf-De-Vains
P 47	Synthèse et caractérisation de podants calixareniques distributeurs de plusieurs principes actifs
	M. Ben Sik Ali, B. Hamrouni, M. Dhahbi
P 48	Défluoruration des eaux par électrodialyse
	O. Ben Youchret, S. Besbes-Hentati, M. Bouvet, H. Said
P 49	Electrooxidation of the calix[4]dihydroquinone Mechanistic investigation and Electrodeposition of the oxidised form on platinum electrodes
P 50	T. Ben Zid, I. Khedher, A. Ghorbel
F 50	Préparation et caractérisation de catalyseurs chiraux à base de Vanadium
	H. Bendaoud, J. Bouajilla, M. Romdhane
P 51	Etude phytochimique des extraits par solvants de deux espèces de schinus et étude de leurs séparations par chromatographie sur couche mince
	<u>F. Bendebane</u> , L. Bouziane, F. Ismail
P 52	Modélisation de l'extraction du naphtalène d'une phase organique. Application de la méthode de surface de réponse (Plan de BOX-BEHNKEN)
D 52	L. Benmaktouf, H. Ammar, S. Abid, R. El Gharbi
P 53	Nucleophilic addition-cyclization reactions on 7-diethylamino, 3-cyanoiminocoumarin
P 54	A. Beyaoui, H. Ghouila, F. Hosni, M.H. Oueslati, H. Ben Jannet, Z. Mighri
1 34	Structure of New Phenolic derivatives from the Tunisian Salsola tetrandra Folsk.
	C. Bouasla, M.E.H Samar, M.S. Lachgar, F. Ismail
P 55	Etude de l'effet des différents sels sur la cinétique d'oxydation du colorant cationique « ACID YELLOW 99 » en milieux aqueux
	A. Bouaziz, R. Jarraya, M. Damak
P 56	Hémisynthèse d'alcaloides bis-indoliques
	I. Bouaziz, M.A.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia, M.R. Khaddar
P 57	Complexes du cation Cd ²⁺ par les ligands n-Bu ₃ P(E) (E= S, Se): Synthese et caracterisation par RMN multinucleaire (¹ H, ¹³ C, ³¹ P, ¹¹³ Cd) en solution
D 50	<u>I. Boudabbous</u> , J. Kasperek, N. Bellakhal, B. Hannoyer
P 58	Caractérisation physico-chimique des matériaux non ferreux
P 70	N. Boudouaia, L. Belarbi, A. Mesli
P 59	Etude de couplage des poly (ε-caprolactone)s biodégradable
D 60	W. Bouguerra, B. Hamrouni
P 60	Élimination de la silice par adsorption et coagulation/floculation
	A. Boukhari, R. Blida, F. Ismail
P 61	Synthèse purement regiosélective de 1,2-aminoalcools par l'intermédiaire d'acides de
	Lewis

P 62	H. Bouraoui, K. Horchani-Naifer, M. Férid
	Caractérisation structurale et vibrationnelle du polyphosphate NaSm(PO ₃) ₄
P 63	N. Bourguiba, N. Ouerfelli, M.F. Zid, A. Driss
	Nouvelle phase $Na_7Al_3(As_2O_7)_4$: Etude structurale et simulation des chemins de conduction des cations sodium par le modèle BVS
P 64	M. Bouzid, M. Kammoun, M. Damak
1 04	Synthèses et réactivités de deux nouvelles oxaziridines
	N. Bouzouita, F. Kachouri, I. Essaidi, M.M. Chaabouni
P 65	Contribution à l'étude physicochimique et biologique d'une plante halophile « Salicornia europeae »
P 66	S. Chaalia, B. Ayed, A. Haddad
F 00	Synthèse et étude structurale d'un nouvel organosilicotungstate
P 67	H. Chaker-Gargouri, M. Ceretti, R. Ben Hassen
P 67	Structural studies of a new oxide type K ₄ PtCl ₆ : YbSr ₃ Ni _{0.8} Cu _{0.2} O ₆
	E. Chebil, S. Touil
P 68	Action du réactif de Lawesson sur les hydrazones de cétoesters: Synthèse de nouveaux dérivés de la Δ^5 -3-thioxo-1,2,3-diazaphospholine
D (0	I. Chehidi, H. Zoghlami, A. Baklouti
P 69	Action de F-alkylthiophénylalcools sur les isocyanates
	F. Chehimi-Moumen, M. Ferid, M. Trabelsi-Ayadi
P 70	Synthèse et Caractérisation d'une série de cyclotriphosphates de terres rares et de sodium: Na ₃ Ln(P ₃ O ₉) ₂ .9H ₂ O
	M. Chemli, A. Haj Saïd, M. Majdoub, J.L. Fave, C. Barthou
P 71	Synthèse et étude des propriétés optiques de nouveaux copolymères dérivés du polyparaphénylène
	J.K. Cherif, I. M'rabet, N. Fethi, S. Jemei, M. Trabelsi-Ayadi
P 72	Evaluation du pouvoir antiradicalaire de cinq fruits et légumes tunisiens par le radical DPPH
D 72	F. Chouaibi, A. Rekik, N. Hajji, M.R. Jeday
P 73	Etude énergétique d'une unité de production des GPL
D 74	M. Dammak, M. Halouani, L. Ktari, W. Paulus, T. Mhiri
P 74	Synthèse et caractérisation physico-chimique d'un nouvel oxyde de néodyme nickel
D 75	A. Dhahri, B. Issaoui, N. Khmiri, N. Hajji
P 75	Optimisation de la consommation du gaz naturel dans une unité de séchage du DAP
	Z. Djeghaba , F. Benamia, A. Tahar
P 76	Etude de l'influence des solvants organiques sur l'activité lipasique dans des réactions d'alcoolyse
D 77	O. Dridi, S. Kallel-Trabelsi
P 77	Oxydation Electrochimique de l'Acide Syringique sur des Oxydes d'Or en milieu aqueux

P 78	N. El Guesmi, T. Boubaker, R. Goumont
P /8	Influence du solvant sur la réactivité du 2,4,6-tris(trifluorométhylsulfonyl) anisole
P 79	M. Elati - Hellal, F. Hellal, M. Dachraoui, A. Hedhili
	Optimisation de l'analyse de l'étain dans les algues par SAA-E
P 80	A.A.M. El Mahdi, M. F. Farhat, M. A. Makhlouf, A. M. El-Saghier, A. B.A. Mezoughi, S. M.M. Awhida
1 00	Utilization of 2-Ylidene-4-Thiazolidinones in the Synthesis of Heterocyclic Compounds Part I: Synthesis of Pyrazole
	I. Elmannoubi
P 81	Chemical analysis of the lipid fraction of two cactus pear varieties peels (Opuntia ficus indica)
D 02	N. Ennaceur, K. Jarraya, T. M'hiri
P 82	Etude structurale d'un nouveau composé l'hydrogénophosphate-arséniate de sodium
	N. Ennaji, F. Zribi, M. Salem
P 83	Action du cyanomalonate d'éthyle sur les iminoesters simples, N-acyles et N-éthoxycarbonyles en milieu basique
D 04	W. Essafi, J. Bibette
P 84	Encapsulation par des émulsions doubles solides
	K. Essid, M. Trabelsi, M.H. Frikha
P 85	Influence of the Neutralization Step on the Oxidative and Thermal Stability of Acid Olive Oil
D 06	S. Ezzine, M.F. Zid, A. Driss
P 86	Préparation et étude structurale du compose: K ₃ VO ₂ (V ₂ As ₂ O ₁₂)
	I. Feddal, Z. Bengharez, S. Taleb, B. Bestani, N. Benderdouche
P 87	Traitement d'un colorant d'eau de rejet industriel par adsorption sur des algues de la côte méditerranéenne mostaganémoise
	F. Ferkous, A. E. Azzouzi , Y. Saihi, N. Braia
P 88	Synthèse et réactivité d'un nouvel oxyde organostannique polaire
D 00	O. Ferroukhi, S. Guermouche, M.H. Guermouche
P 89	HPLC study of a new bonded liquid crystal stationnary phase
	C. Fessi, A. Ghorbel
P 90	Effet de l'ordre d'ajout des précurseurs sur la texture, la structure et l'activité des catalyseurs Pd _x Zr _y -ZSM-5 préparés par imprégnation
D 04	W. Frigui, C. Falah, M.F. Zid, A. Driss
P 91	Préparation et étude structurale du composé: KMn ₆ (As ₂ O ₇) ₂ (As ₃ O ₁₀)
	I. Garrouch, M. Askri, M.B. Rammah, M. Knorr, C. Strohmann
P 92	Synthèse des composés hétérocycliques par cycloaddition 1,3-dipolaire d'arylnitriloxydes et des nitrones sur des énamines d'a-tétralone

T 0-	R. Gatri, I. Ouerfelli, N. Dua, S. Gohlen, L. Toupet, J.L. Fillaut
P 93	Design, synthesis and characterisation of ruthenium-acetylides as self complementary supramolecular units
P 94	H. Ghodbane, O. Hamdaoui
P 94	Elimination d'un colorant antraquinonique (Acid Blue 25) par ultrasons de haute fréquence
	I. Ghorbel, A. Afli, S. Abid, R. El Gharbi
P 95	Application de la catalyse par transfert de phase à l'élaboration de nouveaux polyacylsemicarbazides
D 06	N. Graaya, A. Hedhli
P 96	Les Thiols Monoperfluoroalkylés : Obtention et Application
	D. Grioune-Chikhaoui , A. Benaboura, A. Aqil, C. Jérome
P 97	Etude cinétique de la polymérisation radicalaire contrôlée en solution du monomère N-vinylphthalimide
	M. Hadjel, S. Ben Soltane, A. Benmoussat
P 98	Etude de la corrosion dans le milieu environnant des gazoducs API-5L X-60 dans l'industrie énergétique
D 00	B. Hajem, A. M'nif
P 99	Type d'adsorption de Cd ²⁺ au cours de l'interaction d'un effluent industriel avec le sable
P 100	M. Hajji, M.F. Zid, A. Driss
F 100	Synthèse et étude structurale du composé Li ₃ AlAs ₂ Mo ₂ O ₁₄
	<u>N. Hajji</u> , I. Mejri, R. Saadi, B. Guesmi
P 101	Application de la methode du pincement thermique au réseau d'échangeurs de chaleur de l'unité de distillation atmospherique « TOPPING » de la STIR
	A. Haloui, S. Monteverdi, J. L Pellegatta
P 102	Nickel nanoparticles supported on silica prepared by Ni ⁰ (cyclooctadiene) ₂ decomposition Characterization and reactivity in the hydrogenation of benzene
	A. Hamed, I. Zoauri, A.Hannachi, H Elfil
P 103	Décarbonatation des eaux entartrantes par germination secondaire couplée au dégazage à l'air atmosphérique
	F. Hamidi, L. Cherif, K. Saidi, F.Z. Elberrichi, A. Bengueddach
P 104	Oxydation du cyclohexane sur matériaux mésoporeux de type sba-15 échanges par les métaux de transition
P 105	S. Hammami, N. Oturan, N. Bellakhal, M. Dachraoui, M.A. Oturan
L 102	Dégradation d'un colorant azoïque (orange acide 7) par les procédés d'oxydation avancée
	H. Hammouda, J.K. Chérif, S. Guyot, A. Baron, M. Trabelsi-Ayadi
P 106	Identification et caractérisation des composés phénoliques des jus de pomme frais et de commerce - Evaluation du leurs pouvoirs antioxydant
D 107	H. Hamzaoui, K. Ben Sâad, M. Ferid, A. M'nif
P 107	Etude conductimétrique de Na ₃ FSO ₄

	A. Hannachi, H. Hchaichi, A. Ouederni
P 108	Effet du barbotage d'un gaz oxydant sur l'extraction de l'acide phosphorique industriel avec le MIBK
D 100	H. Harzali, O. Louisnard, F. Espitalier, A. Mgaidi
P 109	Cristallisation assistée par ultrasons : étude expérimentale et étude microscopique
P 110	L. Hedhili, S. Zrira, M. Romdhane, M. Abderrabba
1 110	Contribution à la valorisation du laurier provenant du Maroc et de la Tunisie
P 111	<u>D. Helali</u> , D. Boa, H. Zamali, M. Jemal, J. Rogez
	Contribution a l'étude thermodynamique du système ternaire AgNO ₃ -LiNO ₃ -NaNO ₃
	<u>H. Hemissi</u> , S. Abid, M. Rzaigui
P 112	Synthèse et étude physico-chimique et structurale d'un nouveau cyclotétraphosphate [o - $C_2H_5C_6H_4H_3$] $_4P_4O_{12}.2H_2O$
	K. Horchani-Naifer, M. Férid
P 113	Crystal structure and DFT calculations of the energy band and optical properties of dysprosium monophosphate DyPO4
P 114	K. Hosni, E. Srasra
P 114	Nouvelle méthode de synthèse d'une argile anionique
P 115	S. Hraiech, K. Horchani-Naifer, M. Férid
1 113	Elaboration, propriétés structurales, optiques et spectroscopiques de Gd ₂ O ₃ dopé Eu ³⁺
	C. Hrizi, H. Feki, Y. Abid, S. Chaabouni
P 116	Caracterisations physico-chimiques et structurale d'un nouveau organobismuthate $[C_6H_4(NH_3)_2]_2Bi_2I_{10}$
	H. Ilikti, T. Benabdallah, S. Boukreris, M.R. Aouad, E.S.H. El Ashry
P 117	Electrocatalytic hydrogenation and hydrogenolysis of aromatic halides by Raney nickel in the presence of different surfactants
	N. Jaballah, S. Chelly, M. Majdoub, J. L. Fave.
P 118	Nouveau polymère semi-conducteur à base de distyrylbithiophène: Synthèse, propriétés et application
	K. Jaouadi, N. Zouari, T. Mhiri
P 119	Growth, X-ray single crystal and Vibrational study of a new Rubidium - Bismuth polyphosphate $RbBi(PO_3)_4$ - Comparison with the polyphosphate $NaBi(PO_3)_4$
	H. Jaziri, H. Hammi, A. M'nif, M.S. Romdhane
P 120	Bioaccumulation des métaux lourds par l'Artémia salina sur deux populations de Sebkha Moknine et Sebkha Sidi El Heni
D 121	N. Jelaiel, M.L. Efrit
P 121	Synthèse de quinoléines phosphonatées
	H. Jerbi, K. Trad, M. Ben Amara
P 122	Synthèse et caractérisation structurale par DRX et RMN 31 P des phosphates Na _{2.5} Mg ₇ M _{0.5} (PO ₄) ₆ (M = Y, Er, Yb) à structures type fillowite

P 123	H. Jlizi-Bouzgarrou, M. Askri, M.B. Rammah, M. Knoor, C. Strohmann Etude structurale de la regiosélectivité des cycloadditions dipolaire-1,3 d'arylnitriloxydes sur les énamines d'indanone substituées
P 124	A. Kaabi, B. Ould Elemine, R. Besbes, M.R. Ennigrou
	Synthèse stéréospécifique des 1-alkyl-2-éthoxycarbonyl-3-phénylaziridines
	W. Kallel, S. Bouattour, A.W. Kolsi
P 125	Effect of hexanoic acid catalyst on the synthesis of TiO ₂ co-doped by Rb ⁺ and Y ³⁺ using sol–gel process
D 126	M. Kammoun-Jallouli, H. Turki, R. El Gharbi
P 126	Une nouvelle voie d'accès aux benzopyrano[2,3-c]isoxazoles
	M. Kamoun, N. Besbes, M.L. Efrit
P 127	Etude cinétique de l'hydrolyse en milieu acide de la n-propanoyl-2,2-diméthylaziridine
	H. Karoui, M.M. Tlili, B. Riffaut, O. Gil, M. Ben Amor
P 128	Les courants d'hydrogène mis en jeu lors la déposition du tartre par voie électrochimique
	dans l'eau de mer: Effet de la température et du potentiel de polarisation
D 120	A. Kasraoui, N. Bellakhal, N. Oturan, M.A. Oturan, M. Dachraoui
P 129	Traitement d'un mélange de pesticides par différents procédés d'oxydation avancée
	A. Khabthani, H. Ben Romdhane, R. Mercier
P 130	Nouveaux copolyéthers thermostables synthétisés sous micro-ondes
	A. Khalfallah, A. Ayari, A. Hedhli
P 131	Synthèse et étude du comportement en milieu aqueux de tensioactifs dérivés de succinate
	éthers couronne
P 132	A. Khalidi, K. Elmerzouki, I. Bimagra, R. Abdelhedi, P. Taxil, B. Lafage, A. Savall
F 132	Etude de l'élimination du Chrome(VI) et du Plomb(II) par adsorption sur charbon actif
	N. Khellafi-Khaldi, G. Tabak
P 133	Synthesis, characterization and studies of poly electrolyt effect of aromatic and semi-
	aromatic polyamides
	M. Khitouni, M. Azabou, M. Ghrib, T. Ghrib, N. Yacoubi, A.W. Kolsi
P 134	Study of microstructural, thermal and mechanical properties of cold consolidated nanocrystalline Al alloys
	I. Koubaa, H. Feki, M. Damak
P 135	Révision de la structure de la tabernéamontanine
	N. Kouki, R. Tayeb, M. Dhahbi
P 136	Transport de l'acide salicylique à travers une membrane à liquide supportée contenant les
	liquides ioniques comme transporteur
	S. Kraim, M.H. Loueslati, N. Ben Hamida
P 137	Contribution de la spectrométrie de masse multiétages à piégeage d'ions dans la
	détermination des origines de fragmentation des stéroïdes

P 138	L. Ktari, M. Abdelhedi, M. Dammak, A. Cousson, A.W. Kolsi
	Synthesis, calorimetric and X-ray powder characterization of the mixed solid solution Rb ₂ (SO ₄) _{0.5} (SeO ₄) _{0.5} Te(OH) ₆
P 139	S. Lakhdar, R. Appel, H. Mayr
	Iminium Activation in Organocatalysis : A Look Inside the "Black Box"
P 140	S. Lebaili, F. Lekouara, D. Nibou
	Adsorption de l'ion uranyle UO22 ⁺ sur un matériau microporeux
P 141	A. Limam, Terence P.N. Talorete, A. Benrejeb-Jenhani, A. Ghrabi, H. Isoda
	Estrogenic and stress induction potentials of tunisian water and wastewater as determined by in vitro bioassays
P 142	Y. Litaiem, R. Zarrougui, M. Dhahbi
	Etude de la viscosité et de conductivité d'un liquide ionique (nitrate d'éthylammonium) dans deux solvants organiques différents
D 4 42	R. Mahboub
P 143	Utilisation des complexes salen pour la préparation de molécules optiquement enrichies
P 144	H. Mallek, H. Ammar, S. Abid, R. El Gharbi
F 144	Bleaching of alfa pulp using a mixture of hydrogen peroxide and carboxylic acids
P 145	D. Mansour, E. Bel Hadj Hmida, N. Bellakhal, M. Dachraoui
1 143	Dépollution du lixiviat par électrocoagulation
P 146	H. Marouani, L. Elmi, M. Rzaigui
	Synthèse et études physico-chimique et structurale d'un nouveau diphosphate [2,3-(CH ₃) ₂ C ₆ H ₃ NH ₃] ₂ H ₂ P ₂ O ₇
P 147	<u>I. Mejri</u> , M.K. Younes, A. Ghorbel, P. Eloy, E.M. Gaigneaux
	Etude comparative des propriétés texturales et structurales et de la réactivité des solides aérogel et xérogel à base de zircone sulfatée et dopée au cérium
P 148	N. Mekni, A. Baklouti
	Cycloaddition intramoleculaire 1,3-dipolaire d'azido-alcynes: Synthèse de nouveaux polyhétérocyclique 1,2,3-triazolo-1,4-oxazines
P 149	N. Meksi, S. Saadallah, M.F. Mhenni
	Préparation de matériaux carbonés nanoporeux fibreux ou pulvérulents : Etude des applications potentielles
D 150	M. Mezni, A. Hamzaoui, E. Srasra
P 150	Synthèse des zéolithes à partir d'une argile illitique
D 151	K. Mkaouar, F. Chabchoub, M. Salem
P 151	Synthèse de nouveaux naphtopyrano[2,3-d]pyrimidines
P 152	A. M'nif, K. Trabelsi, H. Hammi
	Application des plans composites centres pour la détermination du domaine de validité du dosage direct du strontium dans les saumures par SAAF

P 153	F. Mraihi, J.K. Chérif, M. Trabelsi-Ayadi
	Eude physicochimiques de trois varietes de graines de <i>Nigella sativa L</i> . et de leurs extraits huileux
P 154	O. Mzani, H. Ben Romdhane, R. Mercier
	Influence de la température sur la décarboxylation d'adduits obtenus par cycloaddition de Diels- Alder d'une monopyrone avec le N-benzylmaléïmide
P 155	H. Naili, S. Walha, S. Yahyaoui, T. Mhiri, T. Bataille
	Synthèse et caractérisation physico-chimique du composé (C ₅ H ₉ N ₃)ZnCl ₄ •H ₂ O
P 156	R. Naouel, F. Touati, N. Gharbi
	Synthèse de dioxyde de molybdène par voie hydrothermale
P 157	S. Nasr, K. Bouzouita
	Frittage de fluorapatites substituées au magnésium synthétisées par voie hydrothermale
P 158	I. Nehdi, H. Zarrouk
	A study on the lipid fraction extracted from <i>Phoenix canariensis</i> date seeds during the ripening process
	D. Nibou, K. Lazar
P 159	contribution à l'étude de la caractérisation physico-chimique du sable du grand erg oriental Algérien.
D 170	H. Omri, N. Batis
P 160	Purification de l'acide phosphorique tunisien par utilisation d'adsorbants
P 161	Z. Omri, H. Ben Amor, M.R. Jeday
	Oxydation de la matière organique contenue dans l'acide phosphorique industriel concentré (54%P2O5) par le couple H ₂ O ₂ /argile
D 163	M. Ouannene, B. Chaouachi
P 162	Conception et réalisation d'un cuiseur solaire parabolique
P 163	F. Oueslati, Z. Osman, H. Loueslati, N. Ben Hamida
	Identification des métabolites du clomifène dans les matrices urinaires par LC-ESI-MS/MS
P 164	S. Oueslati, F. Oueslati, S. Ben Rejab
	Contribution à l'étude de l'ionisation des hypolipidemiants par LC-ESI-MS/MS
	S. Raissi, M.K. Younes, A. Ghorbel
P 165	Study of the impact of the solvent evacuation mode on the physico-chemical properties and reactivity of n-hexane isomerisation catalysts
P 166	A. Ramdani, S. Taleb, A. Benghalem
	Réduction de l'excès d'ions fluorures des eaux saumâtres sur divers matériaux actives par la méthode potentiométrique
P 167	M. Rammah, M. Othman, M.B. Rammah
	Spirocyclisation électrophile. Accès a de nouvelles spirosuccinimides-γ-butyrolactones
P 168	N. Raouafi, D. Genovese, E. Maisonhaute, B. Schöllhorn, C. Amatore, K. Boujlel
	Une sonde contrôlée électrochimiquement pour le relargage de nanoquantités de calcium

P 169	Z. Regainia, N. Khettache, S. Hessainia
	A convenient access to substituted cyclic sulfamides in nucleophylic ring-opening of chiral 1,1'-sulfonyl bis-aziridines
P 170	R. Rekik, N. Chaabane, R. Abdelhedi
	Electrodéposition du fer et cobalt sur cuivre
P 171	M. Romdhane, N. Chabir, N. Ben Brahim, M. Mars
	Contribution à la valorisation du Melaleuca armillaris: Extraction et analyse de ses huiles essentielles
P 172	M. Romdhani-Younes, M.M. Chaabouni
	Synthèse de nouveaux dithioetherdithiols disubstitués
P 173	N. Salah, A. Ben Akacha, M.L. Efrit
	Synthèse et réactivité des cycloacoxyphosphonallénes vis-à-vis des dérivés de l'hydrazine
P 174	M.E.H. Samar, C. Bouasla, T. Chouchane, F. Ismail
	Etude des paramètres influençant la constante de vitesse apparente d'oxydation du colorant méthyle violet dans les eaux de rejets textiles et détermination des modèles cinétiques de dégradation
	Y. Samet, M. Ayadi, M. Khlif, R. Abdelhedi
P 175	Application des procédés d'oxydation avancée: Réaction de Fenton et photo-Fenton pour la dégradation du 4-chloroguaiacol
	M. Sanhoury, M.T. Ben Dhia, M.R. Khaddar
P 176	Complexes de chlorures d'étain(IV) avec R ₂ NP(O)(OCH ₂ CF ₃) ₂ : Synthèse et étude structurale par RMN multinucléaire (¹ H, ¹⁹ F, ³¹ P ET ¹¹⁹ Sn) en solution
	F. Sebai, N. Mekni, H. Ben Romdhane, R. Mercier
P 177	La"CLICK CHEMISTRY", une nouvelle approche pour la synthèse de nouveaux polymères aromatiques et hétérocycliques
P 178	E. Sellami, K. Serrano, R. Abdelhédi
	Comportement Electrochimique et Activité anti-radicalaire du BHT seul et en présence d'acide ascorbique
P 179	F. Sidaoui, J.K. Chérif, J. Hadj Salem, D. Barth, M. Trabelsi-Ayadi
	Les molécules bioactives de l' <i>Urtica dioica</i> L. Evaluation de son pouvoir antiradicalaire par l'ABTS [□]
D 100	H. Slimani, S. Touil
P 180	Nouvelle voie d'accès a des β-imino et énaminophosphineoxydes et sulfures
D 101	W. Smirani - Sta, M. Rzaigui
P 181	Synthèse, étude structurale et caractérisation du piperazine-1,4-diium triphosphate
P 182	<u>N. Souissi</u> , E. Triki
	Contribution a l'étude du comportement à la corrosion du cuivre dans le sol tunisien
P 183	A. Souizi, M. Saadouni, L. Adlani, S. Boukhris, N. Habbadi, A. Hassikou
	Synthèse de nouveaux hétérocycles dérivés de l'hydantoine

P 184	<u>L. Tebourski</u> , A. Hedhli
	Synthèse de nouveaux tensioactifs et étude de leurs propriétés physico-chimiques
P 185	R. Ternane, M. Trabelsi-Ayadi, M. Ferid, G. Panczer, G. Boulon
	Polyphosphates de terres rares Ln(PO ₃) ₃ (Ln= La, Ce, Eu): Relation structure-proprietes optiques
P 186	M. Toumi, M. Bordeau, K. Boujlel
	Etude conformationnelle par RMN de quelques dithiocarbamates synthétisés
P 187	H. Tounsi, S. Djemel, A. Ghorbel, G. Delahay
	Réduction catalytique sélective de NO par C ₁₀ H ₂₂ en atmosphère oxydante sur des catalyseurs zéolithiques Cu-ZSM-5 échangés au Samarium
P 188	L. Trabelsi-Harbi
	Etude théorique de la réactivité du complexe Bis-Hydrogéne [RuH ₂ (CH ₂) ₂ (PCH ₃)] avec les Hétérocycles Aromatiques, Hydrogénation catalytique du Thiophène
P 189	R. Triki, M. Abid, R. El Gharbi
	Synthèse et caractérisation de nouveaux poly(ester-amide)s furano-aliphatiques
D 100	H. Turki, R. El Gharbi
P 190	Hetérocyclisation des 3-cyano imincoumarines par action des hydrazides
	S. Wacharine Antar, G. Coquerel
P 191	Resolution of the (\pm) -2.4-dichlorophenyl acetate-bm methanol solvates by preferential crystallisation in methanol. Study of the productivity system [(+)-2.4-dichlorophenyl acetate-bm - (-)-2.4-dichlorophenyl acetate-bm - methanol]
P 192	K. Walha, P. Bourseau, P. Jaouen
	Performance des procédés membranaires pour le traitement du jus de cuisson de thon
	N. Zaghbani, A. Hafiane, M. Dhahbi
P 193	L'Etude de l'interaction entre le Noir de Bleu d'Eriochrome R et les bromures de n- alkyltriméthyl-ammonium
P 194	A. Zaouak, F. Mattousi, M. Dachraoui
	Etude électrochimique de quelques herbicides appartenant à la famille des ethers aromatiques.
	R. Zarrougui, M. Taggougui, M. Dhahbi, D. Lemordant
P 195	Étude de la solvatation et les propriétés de transport des mélanges d'un liquide ionique protique avec un dissolvant aprotique : nitrate d'ethylammonium / γ– butyrolactone
	H. Zendah, I. Khattech, M. Jemal
P 196	Etude comparative de l'attaque acide à 18% et 10% en masse de P ₂ O ₅ d'une fluorapatite carbonatée par microcalorimétrique
	C. Zidi, R. Tayeb, M. Ben Sik Ali, M. Dhahbi
P 197	Extraction du phénol par membrane liquide supportée contenant le TOPO ou le TBP comme transporteur
P 198	R. Zouari, N. Karâa, B. Hamdi, A. Ben Salah
	Préparation chimique, caractérisation et étude structurale d'un Bromo-plombate (II) organique

	R. Zrelli, F. Chehimi-Moumen, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi
P 199	Synthèse, Caractérisation et Comportement Thermique du monohydrogénophosphate de Néodyme: HNdP ₂ O ₇ ,3H ₂ O

Résumés des Communications par Posters

Synthèse, caractérisation et étude structurale du composé $[(H_2C_2O_4)(C_4H_5N)](H_2C_2O_4)$

Jawher Abdelhak, Sawssen Namouchi Cherni, Med Faouzi Zid & Ahmed Driss

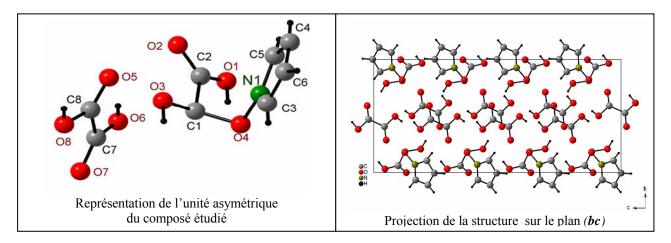
Laboratoire des Matériaux et Cristallochimie, Département de chimie, Faculté des Sciences, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie.

La recherche de matériaux à structure ouverte représente actuellement un domaine d'intense activité en chimie de l'état solide, du fait que ces composés sont dotés de propriétés physiques ou chimiques importantes.

Les oxalates, connus pour leur flexibilité, sont des candidats de choix pour l'obtention de tels matériaux, par l'association (greffage ou insertion) de sous réseaux organiques ou inorganiques. Ils connaissent une grande expansion et font l'objet de nombreux travaux dans différents domaines, surtout dans les domaines médical et pharmaceutique, ou encore dans les industries électrique et aéronautique.

C'est dans ce contexte que nous nous sommes intéressés à ce type de composés. Ce travail est une contribution à la synthèse et l'étude d'une nouvelle phase : $[(H_2C_2O_4)(C_4H_5N)](H_2C_2O_4)$.

Le produit étudié a été préparé à la température ambiante sous forme de monocristaux. Il cristallise dans le système orthorhombique, du groupe d'espace $P2_1 \ 2_1 \ 2_1$, avec les paramètres $a = 5,530(1) \mbox{Å}$, $b = 6,799(1) \mbox{Å}$ et $c = 26,863(1) \mbox{Å}$. La structure a été déterminée à partir de 1775 réflexions indépendantes. En fin d'affinement, les facteurs de reliabilités R(F) et $wR(F^2)$ convergent respectivement aux valeurs 0,043 et 0,121.



Le groupement $[(H_2C_2O_4)(C_4H_5N)]$ et l'acide oxalique s'organisent en couches parallèles au plan (010) respectivement à b=0 et b=1/2 (figure). La cohésion structurale est assurée uniquement par des liaisons hydrogène fortes de type O–H...O formant ainsi une structure tridimensionnelle. En plus cet empilement laisse libre des tunnels vides parallèles à l'axe **a**.

L'étude structurale de ce matériau est complétée par la caractérisation au moyen d'autres techniques, telle que la dispersion des rayons X (EDX), la diffraction des rayons X sur poudre et la spectroscopie IR.

SYNTHESE ET ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE ET STRUCTURALE D'UN NOUVEAU CYCLOTETRAPHOSPHATE [o-C₂H₅C₆H₄H₃]₄P₄O₁₂.2H₂O

H. Hemissi, S. Abid et M. Rzaigui

Laboratoire de chimie des Matériaux, Faculté des sciences de Bizerte 7021-Zarzouna-Bizerte, Tunisie.

La synthèse des phosphates associés aux molécules organiques est en plein essor pour l'intérêt que portent de nombreux domaines d'applications à ce type de matériaux. A titre de contribution à l'étude de ces composés hybrides, nous rapportons dans la présente communication la synthèse et l'étude d'un nouveau cyclotétraphosphate organique $[o\text{-}C_2\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{H}_3]_4\text{P}_4\text{O}_{12}.2\text{H}_2\text{O}$. L'étude par diffraction des rayons X sur monocristal révèle que ce composé cristallise dans le système monoclinique $P2_1/a$ avec les paramètres de maille a=15,625(8), b=8,479(3), c=15,899(8) Å, $\beta=111,46(4)^\circ, Z=2$ et V=1960(2) Å 3 . Sa structure est résolue aux facteurs de reliabilité R=0,049 et $R_w=0,055$ en utilisant 2860 réflexions indépendantes. L'arrangement atomique est décrit par une organisation des chaînes anioniques formées par les anions phosphoriques $P_4O_{12}^{\ 4^-}$ et les molécules d'eau qui s'étendent suivant la direction \vec{b} . Les cations organiques se fixent de part et d'autre de ces chaînes à travers des liaisons hydrogène N-H...O pour assurer la cohésion et la stabilité de l'édifice cristallin. En plus de l'étude par diffraction des rayons X, une caractérisation par spectroscopie d'absorption IR et analyse thermique du composé élaboré est également rapportée.

VALORISATION DE LA BIOMASSE VEGETALE: POLYESTERS ET COPOLYESTERS

Majdi ABID et Rachid EL GHARBI

Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, Tunisie

La recherche de nouvelles structures polymérisables pouvant se substituer à celles d'origine pétrochimique présente aujourd'hui un intérêt considérable. C'est dans ce contexte que notre laboratoire s'est intéressé à l'élaboration de divers matériaux polymères à partir de monomères bifuraniques.

Nous rapportons dans cette communication nos résultats concernant la synthèse et la caractérisation de nouvelles séries de polyesters et copolyesters utilisant à la fois des monomères d'origine pétrochimique (DMT et EG) et des monomères d'origine agrochimique (DEF et IS):

L'objectif de ce travail est d'aboutir à des PET modifiés par des furaniques et de dianhydro-D-glucitol. L'incorporation de ces unités présente plusieurs avantages, dont principalement la conservation des propriétés mécaniques et thermiques du PET, la valorisation de la biomasse végétale et fort probablement la biodégradabilité du copolymère.

PREPARATION D'ELECTRODES Pt/TIO₂ NANOTUBES/C POUR LA REACTION D'ELECTRO OXYDATION DU METHANOL DANS UNE PILE DMFC

Abida Bochra, Chirchi Lotfi, Hafedh Kochkar et Abdehamid Ghorbel

Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse. Faculté des Sciences de Tunis. Campus
Universitaire El-Manar 2092, El-Manar, Tunis.

Les piles DMFC (Direct Methanol Fuel cell) représentent un type de pile à part: à la différence des autres piles où l'hydrogène est oxydé à l'anode, elles sont alimentées en méthanol, l'un des rares réactifs avec l'hydrogène qui a des caractéristiques d'oxydation suffisamment intéressantes pour pouvoir être utilisé dans les piles à combustible fonctionnant à basse ou moyenne température. Dans le but de l'abaissement du coût de cette pile, (à cause de l'utilisation du platine, aussi bien du côté cathodique que du côté anodique), nous procédons à la réduction des quantités de platine utilisées, en gardant les mêmes performances, et ceci peut être atteint en augmentant la dispersion métallique et par conséquent la réactivité du catalyseur. Dans ce cadre l'apport des nanotechnologies peut être considérable.

Ce travail consiste en un premier temps à l'élaboration du support le dioxyde de titane nanotubes par le traitement hydrothermal, suivie de l'imprégnation du platine sur du dioxyde de titane nanotubes. Les catalyseurs ainsi préparés sont caractérisés par physisorption de N₂, DRX, TEM et voltammétrie cyclique.

Deux types d'électrodes ont été fabriquées et testées pour mettre en évidence les caractéristiques du solide et la possibilité de l'électro oxydation du méthanol sur les sites actifs des catalyseurs à base de platine préparés. Dans un premier temps nous avons utilisé l'électrode à pâte de carbone qui s'avère présenter le double inconvénients de conduire à un courant d'oxydation trop faible et d'adsorber continuellement du liquide de la solution par capillarité, ce qui rend délicat la définition de la surface de contact. Compte tenu de ces difficultés nous avons utilisé un autre type d'électrode qui permet une meilleure reproductibilité associée à une maitrise de la quantité de catalyseur en contact avec la solution pour pouvoir faire des comparaisons objectives ; c'est l'électrode à surface modifiée par un film contenant le catalyseur. Il s'agit de déposer un film contenant une dispersion du catalyseur sur une surface exacte de carbone graphite. De meilleurs résultats sont obtenus par emploi de cette dernière.

CHARBONS ACTIFS A BASE D'UN COMPOSE LIGNOCELLULOSIQUE: PROPRIETES TEXTURALES PAR ADSORPTION DE GAZ ET CALORIMETRIE D'IMMERSION

Abdelhamid ADDOUN* et Larbi TEMDRARA Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumédiène, B.P. 32 El-Alia, 16 111 Bab-Ezzouar, Alger, Algérie

Des charbons actifs obtenus successivement par activation physique d'un composé lignoc ellulosique (noyaux d'olive) au dioxyde de carbone, par activation chimique par le chlorure de zinc et par activation combinée, montrent des textures poreuses relativement différentes: les deux premiers types d'activation donne des matériaux microporeux et la dernière méthode un matériau fortement mésoporeux; ces résultats, obtenus par adsorption d'azote, sont parfaitement corrélés aux valeurs des enthalpies d'immersion dans le cyclohexane et le phosphate de trixylyl. Par ailleurs, l'activation combinée est une voie intéressante de préparation de charbons actifs parce qu'elle développe une proportion importante de mésopores; les applications de ces charbons actifs sont très importantes dans le traitement de l'eau contaminée par des composés organiques.

Mots clés: charbons actifs, adsorption, porosité, calorimétrie d'immersion.

(*) Correspondance: addboudz@yahoo.fr

POLYACYLHYDRAZONES FURANIQUES, 1. POLYCONDENSATION DE DIALDEHYDES AROMATIQUES AVEC DIVERSES DIHYDRAZIDES BIFURANIQUES

Aljia Afli, Souhir Abid, Rachid El Gharbi

Laboratoire de Chimie Appliquée HCGP, Faculté des sciences de Sfax, 3038 Sfax, Tunisie. Fax: 0021674274437

L'élaboration de nouveaux polymères intégrant dans leur structure l'hétérocycle furanique a fait l'objet de divers travaux de recherche depuis un bon nombre d'années.

Nous rapportons dans la présente communication la synthèse d'une nouvelle série de polyacylhydrazones furaniques non décrits dans la littérature. Ces matériaux sont obtenus par polycondensation de dihydrazides bifuraniques avec des dialdéhydes aromatiques selon le schéma réactionnel suivant:

Nous avons examiné dans ce travail l'efficacité de deux techniques: polycondensation en solution homogène et polycondensation interfaciale. Les meilleures résultats ont été obtenus lorsque la polymérisation est réalisée en milieu biphasique liquide / liquide en présence d'un catalyseur de transfert de phase.

Les polyacylhydrazones ainsi obtenus présentent des structures régulières, confirmées par les techniques spectroscopiques, et des masses molaires acceptables. L'étude de leur comportement thermique montre qu'ils sont stables jusqu'à environ 300°C.

Fonctionnalisation de la surface de l'hydroxyapatite Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ par greffage de méthylène bisdichlorophosphonate.

H. Agougui a, A. Aissa a, M. Debbabi a, M. Gruselleb, R. Thouvenotb

^a Laboratoire de Physico-chimie des Matériaux
Faculté des Sciences de Monastir, 5019 Monastir, Tunisie
^b Laboratoire de Chimie Inorganique et Matériaux Moléculaires, UMR-CNRS 7071, FR 1269,
Université Pierre et Marie Curie, 75252 Paris, France
E-mail: hassenagougui@yahoo.fr

Dans ce travail, nous avons préparé une hydroxyapatite par voie humide à pH basique et nous avons tenté la modification de sa surface par greffage de méthylène bisdichlorophosphonate dans un milieu organique (acétonitrile).

Le composé hybride organique - inorganique préparé a été caractérisé par différentes techniques tels que DRX sur poudre, spectroscopie IR, analyses chimiques, RMN-MAS (³¹P et ¹H), surface spécifique (SSA) et porosité.

L'étude par diffraction des rayons X sur poudre montre que la cristallinité a été légèrement affectée par la présence de la partie organique à la surface apatitique.

Sur les spectres d'absorption IR, on note l'apparition des bandes de vibrations attribuables au fragment organique telles que : δCH_2 (780 cm⁻¹). νP -O-P (800 cm⁻¹), νPO_3^{2-} (960 cm⁻¹) et νP =O (1200 cm⁻¹).

L'identification des spectres RMN-MAS ¹H, montre la présence de plusieurs signaux isotropes conformément à la présence de différents types de proton. Les spectres RMN-MAS ³¹P présentent quatre signaux, un signal isotrope vers 2,8 ppm, caractérisant la structure apatitique et trois autres signaux attribués au groupement phosphonate greffé à la surface de l'apatite.

Les différentes techniques de caractérisation permettent de suggérer la formation de deux types de liaisons covalentes Ca-O- P_{org} et P-O- P_{org} . Du fait, de la présence de deux sites actifs \equiv Ca-OH et \equiv P-OH à la surface de l'apatite

Mots clés: Hydroxyapatite, Phosphonate

FORMULATION ET EVALUATION D'AGENTS FLUXANTS UTILISES POUR LE BRASAGE TENDRE

A. HARICHANE, <u>T. AHMED ZAÏD</u>, Ecole Nationale Polytechnique, Dép^t de Génie Chimique, Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles 10, Ave Pasteur, Hassen Badi, El-Harrach, ALGER, ALGERIE

Résumé:

Ce travail porte sur la formulation de quelques agents fluxants à base de colophane activée utilisés pour le brasage des métaux. Les produits formulés ont été caractérisés du point de vue de la brasabilité en faisant appel à l'expérience d'un technicien qualifié dans le domaine. L'influence des différents ingrédients sur la performance des produits formulés a été recherchée. Les résultats montrent qu'il est difficile de prévoir cette performance d'autant plus que les réactions de fluxation qui ont lieu aux températures de brasage sont encore peu connues.

Mots-clés : Agents fluxants, soudage, brasage tendre, formulation.

SYNTHESE ET ETUDE STRUCTURALE DE DEUX NOUVEAUX DIPHOSPHATES D'ORTHOTOLUIDINIUM

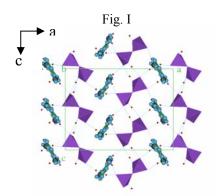
Samah Akriche, Ahmed Selmi et Mohamed Rzaigui

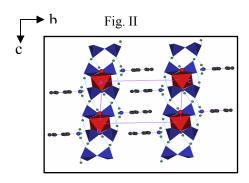
¹Laboratoire de Chimie des Matériaux, Faculté des Sciences de Bizerte 7021, Bizerte, Tunisie

L'alliance entre les composantes organique et inorganique dans les matériaux hybrides leur ouvre des perspectives prometteuses dans de nombreux domaines d'applications. Dans ce contexte, nous rapportons dans le présent travail, la préparation chimique et l'étude structurale de deux nouveaux diphosphates d'ortho-toluidinium: $[o-CH_3C_6H_4NH_3]_2H_2P_2O_7$ (I) et $[o-CH_3C_6H_4NH_3]_2[Co(H_2P_2O_7)_2(H_2O)_2]$ (II).

Le composé (I) cristallise dans une maille monoclinique $P2_1/c$ de paramètres $a=15.258(3),\ b=19.696(4),\ c=11.578(5)$ Å, $\beta=89.935(2)^\circ,\ V=3479(3)$ Å³ et Z=8 et le composé (II) cristallise dans une maille triclinique avec le groupe d'espace P-1 de paramètre $a=7.439(6),\ b=7.455(3),\ c=11.747(5)$ Å, $\alpha=91.92(3),\ \beta=94.09(6),\ \gamma=104.67(6)^\circ,\ V=627.7(6)$ Å³ et Z=1.

L'examen de la géométrie de la partie anionique ainsi que la topologie du réseau de liaison hydrogène des deux structures, montre une différence dans l'agencement des différentes entités inorganiques. En effet, dans la structure (I), les groupements diphosphates forment des chaînes infinies $[H_2P_2O_7]_n^{2n-}$ qui s'allongent le long de l'axe \mathbf{c} alors que la deuxième structure est organisée en couches inorganiques de formule $[Co(H_2P_2O_7)_2(H_2O)_2]_n^{2n-}$. Par ailleurs, la molécule organique dans les deux structures est localisée dans l'espace inter-couche (Fig. I et II) de manière à former diverses interactions (électrostatique, liaison hydrogène , Van Der Waals...) assurant la cohésion du réseau cristallin et la stabilité des deux composés.





ETUDES CHIMIQUE ET STRUCTURALE DE DEUX NOUVEAUX SECOIRIDOÏDES ISOLÉS DES MARGINES

Nahla DAMAK, Noureddine ALLOUCHE et Mohamed DAMAK*

*Laboratoire de chimie des substances naturelles, Faculté des Sciences de Sfax, Tunisie

Les margines sont des effluents liquides qui résultent de l'extraction de l'huile d'olive. Elles sont constituées essentiellement de polyphénols tels que les tannins, les flavonoïdes et les monomères phénoliques simples. Ces derniers sont dotés d'importantes activités biologiques en particulier l'activité antioxydante. Le présent travail constitue la continuité de nos travaux de recherche visant l'isolement et l'identification de composés chimiques à partir de l'olivier et de ses dérivés.

Dans ce cadre deux nouveaux secoiridoïdes épimères: Olénoside A (<u>1</u>) et Olénoside B (<u>2</u>) ont été isolés des margines en utilisant différentes méthodes de séparation (C.C, C.C.M, C.C.E et la recristallisation). L'identification de ces composés a été réalisée moyennant les techniques spectrales: la RMN 1D (¹H et ¹³C), la RMN 2D avec ses techniques COSY, HMQC, HMBC et NOESY, la spectrométrie de masse et la spectroscopie infrarouge.

OPTIMISATION DES PROPRIETES CATALYTIQUES DES CATALYSEURS Pd/Al₂O₃-ZrO₂ UTILISES POUR LA COMBUSTION DU METHANE.

<u>C. Amairia</u>, S. Fessi et A. Ghorbel Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus universitaire Tunis ElManar 1060 Tunis Email. Chahra.amairia@laposte.net

Ce travail entre dans le cadre de l'optimisation des performances catalytiques des solides à base de palladium supporté sur alumine dopée au zirconium utilisés comme catalyseurs dans la réaction de combustion du méthane. Cette optimisation est effectuée en jouant sur le rapport Pd:Zr. En effet, suite à des travaux antérieurs, nous avons observé une baisse de l'activité des catalyseurs Pd/Al₂O₃-ZrO₂ lorsque le rapport Pd:Zr est égal à 1:2 tandis que une très bonne activité est obtenue lorsque ce rapport est égal à 1:4. De ce fait, une série des catalyseurs a été préparée en variant en même temps la teneur en zirconium et en palladium de telle sorte à avoir un rapport Pd:Zr égal à 1:4.

L'élaboration de ces catalyseurs a été effectuée en utilisant la méthode sol-gel en raison de ses avantages en utilisant comme précurseurs, l'acétylacétonate de palladium et les alcoxydes de zirconium et d'aluminium. Une fois préparés, les gels ont subi un séchage ordinaire à l'étuve (70°C) puis une calcination sous un flux d'oxygène jusqu'à 500°C. Les solides ainsi obtenus ont été caractérisés par physisorption de N₂ et par chimisorption de H₂ avant d'être testés dans la réaction de combustion du méthane.

Comme il apparaît des résultats du tableau ci-dessous, une nette amélioration des propriétés texturales et de la dispersion métallique est obtenue au fûr et à mesure que les teneurs en zirconium et en palladium augmentent.

Catalyseur	$S_{BET} (m^2/g)$	Dp (Å)	%D	TTG (400°C)
Pd _{0.5} -Al-Zr ₂	267	94	10	37
Pd_1 - Al - Zr_4	210	94	25	44
Pd_2 -Al- Zr_8	271	70	35	73
Pd_4 -Al- Zr_{16}	281	51	48	89

Testés dans la réaction de combustion du méthane, ces catalyseurs ont montré des performances catalytiques très intéressantes. En effet, comparés à Pd/Al₂O₃ et Pd/ZrO₂, ces catalyseurs sont très actifs avec une meilleure stabilité dans le temps.

Synthesis and physical Properties of Ag- and Cu-based Delafossite Ceramics

M. Amami a; F. Jlaiel a; P. Strobel b and A. Ben Salah a

- ^a : Laboratoire de Sciences des Matériaux et d'Environnement Faculté des Science de Sfax-Tunisie
- b : Département CMFC institut Néel- CNRS Grenoble. 25 avenue des Martyrs Grenoble- France

Abstract:

Delafossite ceramics have the potential for high conductivity and high transparency, thus they are of interest for use as transparent conducting oxide materials. An overview of experimental work performed to date in the area of Ag- and Cu-based delafossite ceramics will be presented. AgMO₂ was synthesized via solid-state reaction and cation exchange. Cu-based delafossite ceramics investigated were doped and undoped CuGaO₂ and CuCrO₂

The single or double doping of divalent cations for Ga^{3+} ions was carried out to introduce hole carriers. Polycrystalline samples of the Ga delafossite oxide $CuGa_{1-x}Mg_xO_2$ were investigated to clarify its transport properties. $Cu_{1-x}Ag_xCrO_2$

Bulk samples were characterized based on their structural, electrical, and Magnetic properties. Structural properties were examined using powder x-ray diffraction, electrical properties were examined using impedance spectroscopy, and Magnetic properties were examined using Squid measurements at temperatures in the range from 2 to 300K.

The lattice parameter, c, linearly increases with increasing Ag concentration. This increase is mainly caused by the shrinking of O-Cu-O dumbbells which connect the CdI₂-type CrO₂ slabs. Divalent substitution dramatically influences the receptivity.

Magnetic susceptibility measurements indicate that Cr^{3+} is in the high spin state in the paramagnetic phase above 25 K.

REACTION OF IMINOCOUMARINS WITH DIHALOGENATED COMPOUNDS

Houcine AMMAR, Souhir ABID, Rachid EL GHARBI

Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, Tunisie

Bichromophoric compounds are very interesting systems for the study of the photophysical and photochemical properties of the respective chromophores [1]. Theses compounds [2] are widely used in many applications: energy transformers in biological systems, in pharmacology, for frequency conversion of light, etc...

This communication reports our recent work on the synthesis of new bichromophoric compound incorporating two iminocoumarin unites. To do so, iminocoumarins derivatives were condensed with dihalogenated compounds. Two paths were suited:

$$R_{1} = H, N(Et)_{2} \qquad R_{2} = CN, C_{6}H_{5}$$

$$Path A \qquad Path B$$

$$R_{1} = H, N(Et)_{2} \qquad R_{2} = CN, C_{6}H_{5}$$

$$R_{2} = CN, C_{6}H_{5}$$

$$R_{3} = C_{6}H_{4}, (CH_{2})_{2}, (CH_{2})_{4}, (CH_{2})_{8}$$

Path A: The condensation of iminocoumarin derivatives with diacyl chlorides in chloroform used as solvent in the presence of piperidine and leaded to corresponding bis-iminocoumarin in good yields and in high state of purity.

Path B: when using α,α' -dibromo-p-xylene as reagent in presence of basic resin IRA 900, no bis-iminocoumarin was obtained and an O-alkylation take place.

The structures of theses compounds were confirmed by ¹H, ¹³C NMR, FTIR and MS.

References:

- [1] B. Valeur, J. Pouget, J. Bourson, J. Phys. Chem. 1992, 96, 6545.
- [2] H. Ammar, M. Fakhfakh, Y. Le Bigot, R. El Gharbi, Synt. Commun. 2003, 33, 11, 1821.

DOSAGE DES IONS DE SODIUM PAR POTENTIOMETRIE A IONS SELECTIFS DANS LA RECUPERATION DES IONS Cu²⁺ ET Zn²⁺ SUR DES ZEOLITES A ET X.

A. Krobba, H. Mekatel, S. Amokrane et D. Nibou

Université des Sciences et Technologie Houari Boumediène, *Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, Département Génie Chimique et Cryogénie/Lab. phénomènes de transfert et Département Sciences des Matériaux. B.P. 32, El-Alia, Bab-Ezzouar, Alger, Algérie (dnibou@Yahoo.fr).

Résumé

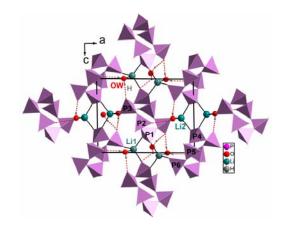
Dans ce présent travail, il s'agit de préparer des matériaux à base de zéolites de types A et X selon une méthode de cristallisation hydrothermale de gels amorphes composés de solutions de silicium, d'aluminium et de sodium. Les élaborations ont été réalisées dans des autoclaves en acier chemisés en téflon sous différentes conditions opératoires de température de chauffage, temps de contact et agitation du milieu réactionnel. Après cristallisation des échantillons, ces derniers ont subi différentes caractérisations telles la diffraction des rayons X, la microscopie électronique et la spectroscopie infrarouge. La méthode utilisée nous a permis l'obtention de matériaux solides purs. Ces derniers ont permis la récupération des éléments métalliques de cuivre (Cu²⁺) et de zinc (Zn²⁺) par procédé d'échange d'ions. Les ions de sodium libérés des zéolithes ont été dosés par une méthode potentiométrique en utilisant une électrode de sodium à ions sélectifs. Quelques paramètres telles la concentration des ions, la température d'échange, le rapport solide liquide et le pH ont été étudiés. D'après les résultats obtenus, les matériaux à base de zéolites élaborés ont fixé les ions de cuivre et de zinc à des taux d'échange appréciables.

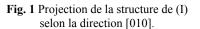
Mots clés: Matériau zéolithe, échange d'ions, éléments cuivre et zinc faujasite X, zéolithe A

SYNTHESE ET ETUDE STRUCTURALE DE DEUX CYCLOHEXAPHOSPHATES DE 4-CHLOROBENZYLANILINIUM

O. Amri, S. Abid et M. Rzaigui. Laboratoire de Chimie des Matériaux, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna. Tunisie.

L'alliance entre les composantes organiques et inorganiques des matériaux hybrides leur ouvre des perspectives particulières dans de nombreux domaines d'applications tels que l'échange ionique, la catalyse, la conductivité ionique, l'optique non linéaire,...etc [1, 2]. Nous rapportons dans la présente communication, la synthèse et l'étude structurale de deux phosphates hybrides à base d'anions cyclohexaphosphoriques et de 4-Chlorobenzylanilinium : $[4-C1C_7H_6NH_3]_4Li_2P_6O_{18}.4H_2O$ (I) et $[4-C1C_7H_6NH_3]_9[Nd(P_6O_{18})_2].9H_2O$ (II) [3]. Une étude par diffraction des rayons X sur monocristaux, a permis de déterminer leurs formules chimiques et leurs structures cristallographiques. Dans la structure (1) les entités inorganiques (P₆O₁₈, H₂O, Li) forment des couches infinies qui se éveloppent paraléllement aux plan (a, c) (Fig. 1). Alors que dans la structure (II), les complexes [Nd(P₆O₁₈)₂] sont interconnectés par des liaisons hydrogène des molécules d'eau OW1 et OW2 pour former des chaînes infinies le long de l'axe a. Ces chaînes sont liées entre elles par des liaisons hydrogène des sept molécules d'eau restantes pour construire des couches bidimensionnelles (Fig. 2). Entre ces couches, les cations 4-Chlorobenzylanilinium sont également arrangés de manière à performer des interactions diverses (électrostatiques, liaisons hydrogène, Van Der Waals,...) assurant la cohésion du réseau tridimensionnel et la stabilité des composés.





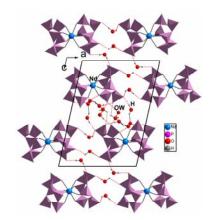


Fig. 2 Projection de la structure de (II) selon la direction [010].

- [1] I. V. Tananav, H. Grunze et N. N. Chudinova, Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater., 20, 887, (1984).
- [2] G. Le Flem, Eur. J. Solid. State Inorg. Chem., 28, 3(1991).
- [3] O. Amri, S. Abid, et M. Rzaigui, Cryst. Res. Technol., 1, 7 (2007)

ETUDE DES PERFORMANCES DU COUPLAGE ELECTROCOAGULATION/ NANOFILTRATION DANS LE TRAITEMENT DES REJETS TEXTILES

Anissa Aouni, Cheïma Fersi et Mahmoud Dhahbi* Laboratoire Eau et Technologies Membranaires, CERTE, BP 273, Soliman 8020 TUNISIE Tel.: +216. 79.412.798; Fax.: +216.71.430.934, *E-mail: mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn

La dépollution des eaux usées est l'un des grands défis planétaires à relever pour éviter la dégradation des équilibres écologiques et répondre aux besoins humains en eau douce, quantitatifs et qualitatifs. Des industries aussi diverses que l'industrie textile produisent des effluents très divers qui nécessitent chaque fois des investigations nouvelles et la mise au point de procédés spécifiques.

La sélection du procédé et des conditions opératoires de fonctionnement sont des critères importants pour optimiser techniquement et économiquement le traitement d'effluent textile.

Le procédé de nanofiltration a été utilisé avec succès pour améliorer la qualité des rejets textiles traités biologiquement, mais ce procédé a présenté quelques limitations dans le traitement d'effluent brut à cause des problèmes de colmatage de la membrane. Ainsi, le procédé de nanofiltration a exigé une étape de prétraitement efficace.

Le présent travail contribue à l'étude des performances d'un couplage entre un procédé électrochimique (électrocoagulation) et un procédé membranaire (nanofiltration) dans le traitement des rejets textiles dans le but d'améliorer leur qualité et d'envisager un éventuel recyclage.

Les résultats de cette étude montrent que le procédé d'électrocoagulation semble être une méthode efficace dans le prétraitement des effluents textiles quand des conditions optimales sont satisfaites. Les résultats obtenus montrent que la densité de courant optimale à imposer au cours du procédé d'électrocoagulation est de 40 mA.cm⁻² et que 60 minutes sont suffisantes en tant que temps d'électrolyse. Dans le cas de la nanofiltration, une optimisation de la pression transmembranaire a été effectuée et la valeur de 10 bar a été retenue. Plus que 92 % de taux de rétention ont été observés pour la turbidité, la conductivité, la DCO, le sodium, le magnésium, le potassium, les chlorures et les sulfates. Pour toute la gamme étudiée du facteur de réduction volumique (FRV), une décoloration quasi-totale a été obtenue (R > 99 %). La qualité de l'effluent textile traité par le couplage étudié est assez bonne pour pouvoir, non seulement rejeter ces effluents dans le réseau de l'ONAS sans risques de contamination mais aussi recycler le perméat récupéré et le réutiliser au cours du process de fabrication du tissu.

OXYDATION ELECTROCHIMIQUE DES PHENYL STYRYL CETONES : APPLICATION A L'ELECTROSYNTHESE D'OLIGOMERES DE TYPE POLYACETYLENES SUBSTITUES

Imen Aribi, Ayoub Haj Saïd, Sadok Roudesli

Laboratoire des Polymères, Biopolymères et Matériaux organiques, Faculté des Sciences de Monastir, Boulevard de l'environnement, 5000 Monastir, Tunisie

E-mail: imen_aribi2005@yahoo.fr

Les phényl styryl cétones (chalcones) représentent une classe très importante de produits naturels. Sur le plan synthétique, elles peuvent être obtenues par une simple condensation aldolique. Bien que la réduction de ces composés a été largement étudiée par plusieurs méthodes chimiques ou électrochimiques [1-3], leur oxydation anodique est très peu décrite.

Le présent travail est constitué de deux parties. La première partie décrit le comportement électrochimique du **1,3-di(p-méthoxy)prop-2-ènone** (Fig.1) à l'échelle de la voltammétrie linéaire et cyclique.

Fig.1: Structure chimique du 1,3-di(p-méthoxy)prop-2-ènone

Cette technique permet d'identifier les étapes de l'oxydation et de la réduction du composé (potentiel, réversibilité) et de déterminer la stœchiométrie électronique de chaque étape. Par ailleurs, l'étude de l'effet des paramètres expérimentaux sur la réponse électrochimique peut nous renseigner sur le mécanisme de l'oxydation.

La deuxième partie a été consacrée à l'étude de l'oxydation anodique de ce composé à l'échelle préparative par électrolyse à potentiel imposé. Cette étude a mis en évidence la formation d'oligomères de type polyacétylènes substitués. Ces derniers ont été caractérisés par différentes techniques d'analyse spectroscopiques : RMN ¹H, ¹³C, UV, IR-TF...

L'ensemble de ces résultats montre que l'oxydation anodique des chalcones peut constituer une nouvelle voie pour la préparation de polymères de la famille des polyacétylènes substitués.

Keywords: phényl styryl cétones, voltammétrie, électrolyse potentiostatique, polyacétylène.

^[1] S.R. Annapoorna, M.P.Rao, B.Sethuram, *J. electroanal. Chem*, 2000, 490, 93-97. [2] J.Y.Alston, A.J.Fry, *electrochimica Acta*, 2004, 49, 455-459. [3] L.D.Hicks, A.J.Fry, V. C. Kurzweil, *electrochimica Acta*, 2004, 50, 1039-1047.

SYNTHESE DE BIS (NITRILE α, β-INSATURE) POLYOXYETHYLENES

Lotfi Aroua, Ahmed Baklouti

Laboratoire de Chimie Structurale Organique : Synthèses et Etudes physicochimiques, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, Compus Universitaire, El Manar I 2092, Tunis, Tunisie, e-mail: aroua.lotfi@yahoo.com

Les cyanhydrines sont utilisées dans l'élaboration d'une large variété de dérivés naturels et à intérêts biologiques. En effet, elles sont décrites dans la littérature comme étant des précurseurs à de nombreux composés possédant des applications dans les domaines pharmacologique, et agrochimique. Sur le plan synthétique, ces dérivés sont utilisés comme auxiliaires chiraux dans la synthèse asymétrique et peuvent être convertis facilement en α -aminoacides, α -hydroxyacides, α -aminoalcools, 1,2-diols et α -hydroxycétones.

Le présent travail traite de la synthèse des bis-cyanhydrines **2a-e** à partir d'éthers diglycidiques de polyoxyéthylène glycols **1a-e** par action du cyanure de sodium dans l'eau et à température ambiante (schéma 1).

NaCN/H₂O NC On CN OH 2 OH
$$n = 2-6: 1a-e$$
 NaCN/H₂O NC On $n = 2-6: 2a-e$

Schémas 1

Les cyanhydrines **2a-e** obtenues sont converties en nitriles α , β -insaturés de polyoxyéthylène **3a-e** en une seule étape. La réaction est réalisée par action du chlorure de tosyle en milieu basique et dans le THF (schéma 1).

Schémas 2

Les nitriles α , β -insaturés sont largement connus comme étant des intermédiaires de synthèse conduisant à une large variété de produits et notamment les carbocycles et les hétérocycles.

ANALYSE ENERGETIQUE ET EXERGETIQUE D'UNE UNITE INDUSTRIELLE DE FEBRICATION DE L'ACIDE NITRIQUE

ATTIA A., DKHIL O., ELHAJ BELGACEM A., LEGOUIL T., BELGHAIEB J

Ecole Nationale des Ingénieurs de Gabès

Les approches classiques en matière d'optimisation de l'énergie sont valables pour rendre performant chacun des appareils d'une unité industrielle. Toutefois, ces méthodes restent insuffisantes pour nous guider dans l'optimisation globale du système. L'optimisation globale de tels systèmes a fait l'objet de plusieurs travaux ces dernières années. Ces recherches s'appuient généralement sur des méthodes très sophistiquées relevant des mathématiques appliquées, constituant par là même des procédures lourdes laissant peu place à l'intuition ou au sens physique. Il est donc opportun de faire appel à des méthodes hybrides permettant d'exploiter au mieux les propriétés des systèmes considérés.

Ce travail s'inscrit dans ce cadre et a pour objectif l'évaluation des performances énergétiques d'une unité industrielle de production d'acide nitrique.

La simulation de l'unité est conduite en choisissant les modèles d'opérations unitaires les plus judicieux permettant d'assurer la production.

Les donnés nécessaires à la simulation sont prises de l'état de marche actuel de l'usine. La pertinence de la simulation de l'unité est testée par comparaison avec les données constructeur de l'état de marche nominal .L'exploitation des résultats da la simulation a permis l'analyse énergétique et exergétique du procédé et de cerner les zones de dégradation de puissance. Par ailleurs, en se basant sur les résultats de cette étude, on présente des propositions visant l'optimisation de la consommation énergétique de l'unité de fabrication de l'acide nitrique.

Evaluation of local clay as low-cost adsorbents for a dye uptake from contaminated water

Modelisation of adsorption isotherms: Langmuir and Freundlich models

F. Ayari^{1,2}, L. Bousselmi¹, E. Srasra²

¹Laboratoire de Traitement et Recyclage des Eaux ; Centre de Recherche et de Technologie des Eaux ; Technopole Borj-Cedria, B.P. 273 Soliman Route Touristique Borj-Cedria, Tunisia ²Centre Nationale des Recherches en Sciences des Matériaux Technopole Borj-Cedria, B.P. 95-2050 Hammam-Lif, Tunisia

E-mail: <u>fadhilaayari@yahoo.fr</u>

Abstract

Textile industries discharge large amounts of coloured wastewaters due to the unfixed dyes on fibres during the colouring and washing steps. The presence of these pollutants in water streams causes problems related to their carcinogenity, toxicity to aquatic life and the easily detected and undesirable aesthetic aspect. Dyeing effluents are very difficult to treat, due to their resistance to biodegradability.

In this study, the removal of reactive Blue II, a dye used in the textile industry with local clay, bentonite collected from zaghouan (Nord Est of Tunisia) was investigated as a function of time contact adsorbent/adsorbat, pH and temperature.

Adsorption process was attained to the equilibrium within 30min. The adsorbed amount of reactive blue dye increased with increasing temperature, but decreased with increasing pH. The amount of dye adsorbed close the anion exchange capacity of Na bentonite (33 meq/100g), indicating a strong interaction between the dye molecule and the adsorbent.

The experimental data were analysed by Langmuir and Freundlich isotherms and it was found that the isotherm data were reasonably correlated by Freundlich isotherm. Furthermore, for the removal of reactive blue dye, a batch reactor was designed. The results indicated that bentonite could be employed as an alternative to commercial adsorbents in wastewater treatment for the removal of color and dyes.

Réduction catalytique sélective de NO en présence d'ammoniac sur des zéolithes échangées au chrome

F. Ayari, M. Mhamdi, A. Ghorbel

Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire Tunis ElManar 2092 Tunis-Tunisie.

Les NOx constituent une source de pollution conséquente car ils sont responsables de phénomènes tels que la pollution photochimique, la formation des pluits acides, l'effet de serre et la formation d'ozone troposphérique qui ont un impact sanitaire et environnemental néfaste. Parmi les mesures de controle on trouve la réduction catalytique sélective (RCS) qui s'impose comme le procédé le plus performant pour une élimination optimale de NOx. Parmi les catalyseurs actifs dans la RCS de NO en présence d'ammoniac on trouve le système V₂O₅-WO₃ (ou MoO₃)/TiO₂. Par ailleurs, les zéolithes au chrome se sont révélées efficaces dans la RCS de NO. Dans ce cadre nous nous sommes intéressés à l'optimisation de catalyseurs au chrome échangé dans la zéolithe ZSM-5 et d'évaluer leurs performances catalytiques dans la réaction de deNOx. Des catalyseurs Cr-ZSM-5 (Si/Al = 15, Cr/Al = 1) ont été préparés par échange ionique entre phases solides en faisant varier la nature du précurseur de chrome (acétate, chlorure, nitrate ou sulfate). Les résultats obtenus montrent que les solides préparés sont microporeux, cependant l'introduction du chrome dans le réseau de la zéolithe se traduit par une baisse de la surface spécifique, du volume microporeux et du volume poreux total. D'autre part, la diffraction des rayons X et la spectroscopie infrarouge montrent que la cristallinité du support est insensible au traitement thermique durant l'échange solide. Les pics de diffraction relatifs à Cr₂O₃ ont été détectés pour l'échantillon préparé à partir de nitrate de chrome comme précurseur. La spectroscopie UV-Visible et Raman révèlent aussi bien la présence des espèces de Cr(VI) que de Cr(III). Les espèces Cr⁶⁺ sont réductibles en Cr³⁺ comme le montre les résultats de TPR de H₂. Quant à la RMN-MAS de ²⁷Al, un signal à 53 ppm attribué à l'aluminium tetracoordinée est observé pour tous les échantillons. Le spectre relatif au catalyseur préparé à partir du chlorure de chrome montre un second signal situé vers 0,27 ppm relatif à l'aluminium dans une coordination octaédrique, localisé hors du réseau cristallin, impliquant une désalumination. L'étude des propriétés acide des catalyseurs moyennant les techniques TPD d'ammoniac et DRIFT montre que l'incorporation du chrome réduit significativement les sites acides de Brönsted en faveur de l'apparition d'une nouvelle acidité de Lewis à hautes températures attribuée à l'incorporation du chrome dans la charpente zéolithique. Les catalyseurs testés dans RCS de NO par NH₃ sont actifs sélectifs. Le catalyseur préparé par échange ionique solide en partant du chlorure de chrome s'est révélé le plus performant dans la réaction étudiée. Ceci est vraisemblablement dû aux propriétés acides de ce solide.

COMPOSITION CHIMIQUE ET ACTIVITE ANTIOXYDANTE DE L'EXTRAIT VOLATIL DE LA PLANTE AQUATIQUE CYMODOCEA NODOSA DE TUNISIE

Faten Ayed, Olfa Jemmali, Mohamed Ali Mahjoub, Imed Cheraif et Zine Mighri

Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et de Synthèse Organique (99/UR/12-26) Faculté des Sciences de Monastir, 5000 Monastir, Tunisie.

e.mail: faten t@yahoo.fr

Le présent travail de recherche est une contribution à l'étude chimique et biologique de la plante aquatique *Cymodocea nodosa*. L'extrait volatil de cette plante a été analysé par CPG-FID et CPG-SM.

Ces deux techniques ont permis l'identification de la majorité des constituants de cette fraction volatile, ils appartiennent à plusieurs familles de composés chimiques.

Souhaitant encore valoriser la plante *Cymodocea nodosa*, nous avons étudié l'activité antioxydante du même extrait volatil au moyen des méthodes suivantes : méthode au DPPH, méthode à l'ABTS et méthode du dosage phénolique. La comparaison par rapport à l'activité du Trolox, antioxydant de référence, a montré que l'extrait étudié est relativement anti oxydant.

<u>Mots clés</u>: *Cymodocea nodosa*, extrait volatil, composition chimique, activité antioxydante, dosage des polyphénols.

ETUDE STRUCTURALE, DSC ET MESURES OPTIQUES DU COMPOSE [C₈H₉N₂]₃BiCL₆.H₂O

Ikram Baccar^(a), Habib Feki^(b), Younes Abid^(b) et Fatma Zouari^(a).

(a)Laboratoire des Sciences des Matériaux et d'Environnement, Faculté des Sciences de Sfax, route de soukra BP 1171, 3000 Sfax, Tunisia.

(b)Laboratoire de Physique appliquée, Faculté des Sciences de Sfax, route de soukra BP 1171, 3000 Sfax, Tunisia.

Un composé stable de formule chimique $[C_8H_9N_2]_3BiCl_6.H_2O$ a été synthétisé par évaporation lente d'un mélange équimolaire de 2 amino-indole 97%, une solution de Trinitrate de bismuth $Bi(NO_3)_3$ et une solution de HCl concentré selon la réaction suivante :

$$3 C_8H_8N_2 + Bi(NO_3)_3 + 6 HC1$$
 \longrightarrow $[C_8H_9N_2]_3BiCl_6.H_2O + 3 HNO_3$

La composition chimique de ce composé a été vérifiée par microscopie électronique à balayage, spectroscopie infrarouge, photoluminescence et par diffraction des rayons X sur monocristal.

L'étude radiocristallographie du matériau choisi nous a permis de résoudre la structure de notre composé avec des facteurs de reliabilités assez satisfaisants R=2,94% et $wR_2=8.02\%$. Ce composé cristallise dans le système monoclinique de groupe d'espace $P2_1/n$, la structure est formée par des chaînes d'octaèdres isolés $[BiCl_6]^{3-}$ présentant faiblement l'effet de la paire inerte (ns). En effet, dans la structure cristalline de $[C_8H_9N_2]_3BiCl_6.H_2O$ la paire libre de l'atome de bismuth joue un rôle modéré dans la formation du polyèdre de coordination.

Le traitement calorimétrique par analyse enthalpique différentielle du composé [C₈H₉N₂]₃BiCl₆H₂O montre la présence de deux pics endothermiques.

Une mesure d'absorption UV-Visible et mesure de photoluminescence ont été réalisés. Le spectre d'absorption UV-Visible est caractérisé par une forte absorption vers 213nm caractéristique d'une transition $\Pi \rightarrow \Pi^*$. Alors que le spectre de photoluminescence montre une bande de luminescence large et intense située à λ =575nm.

SYNTHESE DE BIS(AMINOTOSYLATES) POLYOXYETHYLENE

Sana Barbouchi, Lotfi Aroua, Mohamed Béji

Laboratoire de Chimie Structurale Organique : Synthèses et Etudes physicochimiques, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, Campus Universitaire, El Manar I 2092, Tunis, Tunisie, e-mail: aroua.lotfi@yahoo.com

La réaction de réduction des azides en amines constitue une des plus efficaces voie d'accès à certains composés aminés précurseurs de molécules biologiquement actives telles que les acides aminés comme le (*R*)-Baclofen, les γ -lactames tel que (*R*)-(-)-Rolipram (régulateur de rythmes cardiaques), les 4-arylpipéridine tel que le Paroxetine (antidépressif) et les pyrrolobenzodiazépines comme le DC-81 (antibiotique et anti-tumoral).

Dans le présent travail, nous avons élaboré une série d'aminotosylates de polyoxyéthylène par une méthode conçue en trois étapes : la première correspond à l'ouverture des éthers diglycidiques en azidohydrines **2a-e** par action de l'azoture de sodium. La seconde est relative à la conversion des azidoalcools en azidotosylates **3a-e** en présence de CITs dans le THF. La réaction de réduction de ces derniers en aminotosylates **4a-e** en présence de Zn / NH₄Cl constitue la troisième étape.

Les aminonotosylates de part leur poly fonctionnalité constituent des intermédiaires de choix dans la synthèse hétérocycliques.

ETUDE DE L'INTERACTION DU 2-CHLORO-3-FORMYLACRYLATE D'ALKYLE AVEC SnCl₄ PAR RMN A TEMPERATURE VARIABLE

T. Barhoumi-Slimi, M. A. K. Sanhoury M.T. Ben Dhia et M. R. Khaddar

Laboratoire de Chimie de Coordination, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, El Manarl 2092, Tunis, Tunisie

Les complexes SnCl₄. 2L (L = C₄H₂ClO₃R (R=Et, Me) [1]) ont été préparés in situ et caractérisés en solution par RMN multinucléaire (¹H, ¹³C et ¹¹⁹Sn). Les données RMN montrent un déplacement chimique vers les champs faibles, en RMN du ¹H, pour le proton aldéhydique et un déplacement de 4 ppm environ en RMN du ¹³C pour le noyau du carbone de l'aldéhyde par rapport à ceux du ligand non complexé [2, 3]. Malgré la présence de deux groupements carbonyles (ester et aldéhyde), les résultats montrent que l'interaction du 2-chloro-3-formylacrylate d'alkyle avec SnCl₄ se fait uniquement à travers l'atome d'oxygène du carbonyle de l'aldéhyde.

Références:

- [1]: <u>T. Barhoumi-Slimi</u>; M.T. Ben Dhia; M. Nsangou; M. M. El Gaied; R. Khaddar, article soumis.
- [2] S.E. Denmark; N.G. Almstead; J. Am. Chem. Soc. 1993, 113, 3133-3139.
- [3] B. W. Gung; M.Y. Yanik, J. Org. Chem., 1996, 61, 647-951.

ISOLEMENT ET ELUCIDATION STRUCTURALE PAR RMN MONO ET BIDIMENSIONNELLE DE CONSTITUANTS CHIMIQUES DE L'EXTRAIT BUTANOLIQUE DE LA PLANTE MEDICINALE ANACYCLUS CYRTOLEPIDIOIDES POUSSANT EN TUNISIE

Sondos Bchir, Saoussen Hammami, Afifa Zardi-Bergaoui et Zine Mighri

Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et de Synthèse Organique, (99/UR/12-26) Faculté des sciences de Monastir, 5000 Monastir, Tunisie.

Dans le cadre de notre contribution à la valorisation de plantes médicinales poussant en Tunisie en vue de découvrir des extraits et des substances naturelles à intérêt biologique et thérapeutique nous avons choisi la plante *Anacyclus cyrtolepidioides* de la famille des composées.

Les séparations chromatographiques effectuées sur l'extrait butanolique de la partie aérienne de la plante *Anacyclus cyrtolepidioide* nous ont permis d'isoler à l'état pur deux substances naturelles <u>1</u>:l'acide p-hydroxybenzoique et le <u>2</u>: ß-Sitostérol-3-*O*-ß-D-glucoside que nous signalons pour la première fois dans la plante.

L'étude structurale de ces produits naturels s'est basée sur la RMN monodimensionnelle (¹H, ¹³C et DEPT135) et bidimensionnelle avec ses expériences : COSY, CHcorr et HMBC.

Acide p-hydroxybenzoique 1

β-Sitostérol-3-*O*-**β-D-glucoside** 2

Détermination des composés mineurs d'huiles d'olives tunisiennes selon la variété, le degré de maturité et l'origine géographique des olives

Bochra Bejaoui Kefi*, Faten Ammari**, MSadak Ben Attia**, Hédi Zarrouk*

L'huile d'olive est parmi les produits agroalimentaires très utilisés dans notre alimentation quotidienne. L'évaluation de cette huile a beaucoup progressé par le biais des méthodes chimiques d'analyse. Elles ont contribué à la détermination de sa composition chimique et l'évaluation de ses qualités organoleptiques et thérapeutiques.

Cette étude a permis, d'une part la caractérisation des échantillons d'huiles d'olive tunisiennes selon les variétés *chétoui* et *chemlali*, le degré de maturité et l'origine géographique. D'autre part, la détermination du stade de maturité adéquat pour l'obtention d'une huile d'olive de qualités organoleptiques et thérapeutiques meilleures.

Lors de cette étude, nous avons tout d'abord évalué la qualité de nos échantillons en déterminant leurs acidités, leurs indices de peroxyde ainsi que leurs coefficients d'extinction.

Nous avons également déterminé les teneurs de nos échantillons en chlorophylles, phénols totaux, orto-diphénols, flavonoïdes et en vitamine E (α–tocophérol).

Un plan d'expérience a été appliqué afin d'optimiser une méthode d'extraction en phase solide des phénols totaux, des flavonoïdes et des ortho-diphénols. Un rendement d'extraction de l'ordre de 80 % a été atteint.

Pour évaluer l'effet des huiles sur la santé, nous avons déterminer leur pouvoir antioxydant. La capacité des huiles à neutraliser des radicaux libres a été testée par le biais du radical DPPH. Le rôle d'huile d'olive dans l'inhibition de la lipopéroxydation a été mis en evidence en ex-vivo sur les foies des rats.

Nos échantillons d'huiles étudiées présentent des concentrations en chlorophylles relativement faibles (1,76-0,46 mg/Kg). Par contre ces huiles contiennent des quantités appréciables en polyphénols qui sont représentées fondamentalement par des ortho-diphénols, leur teneur varie entre 158,3 et 400 mg/Kg.

L'analyse de l' α -tocophérol a été effectuée par la chromatographie liquide à polarité de phases inversée menée d'une détection Fluorométrique. La concentration la plus faible en α -tocophérol est déterminée pour la variété *Chemlali*-Jammel au stade « Noir » (243,0274 mg/Kg) et la plus élevée est pour celle de *Chemlali*-Mednine au stade « Vert » (857,4577mg/Kg).

Si on compare les deux variétés étudiées, on peut affirmer que la variété *Chétoui* est à l'origine d'une huile de qualités organoleptiques et thérapeutiques meilleures. Elle présente les concentrations les plus élevées en composés mineurs et le pouvoir antioxydant le plus puissant.

L'huile *Chétoui*-Ghardimaou est assez riche en antioxydants naturels et ainsi la plus efficace contre la peroxydation lipidique. Cependant, l'huile *Chétoui*-Ain Ghlel est la plus efficace pour dans la neutralisation des radicaux libres. Le stade Noire donne des caractéristiques plus intéressantes et ceci pour les huiles de variété *Chétoui*-Ghardimaou, *Chétoui*-Ain Ghlel et *Chemlali*-Mednine.

^{*} Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique, pôle technologique sidi-thabet 2020 Tunis.

^{**} Faculté des Sciences de Bizerte, Département de biologie, 7021 Bizerte, Tunisie.

Etude Théorique du Mécanisme de l'Alcoolyse de la Liaison P-N Extra cyclique des Phospholanes

Bejaoui Dhikra

Unité de Recherche de Chimie Théorique et Réactivité. Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs d'El Manar- Campus Universitaire. BP 244, 2092 El Manar II, Tunis- Tunisia

Les réactions des composés à hydrogène mobile et des composés du phosphore trivalent sont à la base d'un grand nombre de synthèses en chimie organophosphorée et en biologie .

Une étude théorique, utilisant des méthodes de calcul Hatree-Focka été entreprise au laboratoire, afin de contribuer à l'élucidation du mécanisme postulé au cours de la réaction d'alcoolyse de la liaison P-N extracyclique du diméthylamino-2 tétraméthyl-4,4,5,5 dioxaphospholane-1,3,2.

Les géométries des états de transition, du phospholane et des phosphoranes formés au cours de cette réaction ont été optimisées, les grandeurs thermodynamiques d'activation ont été calculées. Les résultats obtenus sont qualitativement en accord avec les mécanismes proposés expérimentalement.

On a donné un aperçu de l'étude expérimentale de la réaction étudiée et regroupé nos résultats théoriques et les comparé avec l'étude expérimentale.

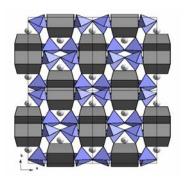
Synthesis, X-ray Diffraction Study and Physico-Chemical Characterizations of KLaP₄O₁₂

W. Belam

Chemistry Department, Bizerta Science Faculty, 7021 Jarzouna, Bizerta, Tunisia.

Abstract

Crystals of KLaP₄O₁₂ have been synthesized by flux technique and characterized by single-crystal X-ray diffraction. This material crystallizes in the orthorhombic Cmc2₁ space group with lattice parameters: a = 8.547(3), b = 11.668(1), c = 13.351(2) Å, V = 1331.4(5) Å³ and Z = 4. The crystal structure has been refined yielding a final R(F) = 0.015 and wR(F²) = 0.039 for 1303 independent reflections. The three-dimensional framework with intersecting tunnels of KLaP₄O₁₂ (Fig. 1) can be regarded as a succession of alternated [P₄O₁₂]⁴⁻ anionic and K⁺, La³⁺ cationic layers parallel to the (a, b) plane which are centered by the planes z = 0, z = 1/2 and z = 1/4, z = 3/4, respectively. The title compound has been also characterized by different physico-chemical techniques: IR, CI (Fig. 2) and NMR (Fig. 3) spectroscopies and DTA-TGA-DSC thermal analysis (Fig. 4).



 $\textbf{Fig. 1} : The atomic arrangement of KLaP_4O_{12} \ in \ projection \ along \ the \ c \ axis.$

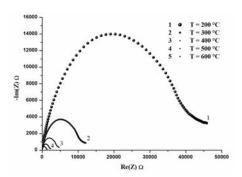


Fig. 2: The impedance diagram of KLaP₄O₁₂ at different temperatures.

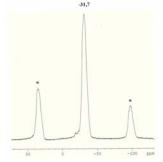


Fig. 3: ³¹P MAS NMR spectrum of KLaP₄O₁₂.

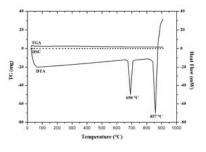


Fig. 4: DTA-TGA-DSC thermogram of KLaP₄O₁₂.

Quality control of mineral impurities in industrial talcs

Kaouther Belgacem^{1.2*}, Philip Llewellyn², Kais Nahdi¹, M.Trabelsi-Ayadi¹

¹LACReSNE Laboratory, University of Sciences, 7021 Bizerte, Tunisia ² MADIREL Laboratory, Provence University & CNRS 13397 Marseille, France.

*mail: kaouther fsm@yahoo.fr

Abstract

The talc is a tri-octahedral layered mineral composed of hydrated magnesium silicate with the chemical formula Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂. The talc structure consists of two tetrahedral silicate SiO₄ sheets separated by an octahedral MgO₄(OH)₂ sheet. Each tetrahedron shares three corners with the adjacent tetrahedrons. Talc has found a wide-spread application such as rubber, paper, pharmaceutical, cosmetic, ceramic refractory and ceramic porcelain industries [1-2]. Its thermal decomposition behaviour is of considerable interest.

However industrial tales are found in the form of massive foliated or globular aggregates, associated with minor amounts of chlorites, dolomites, calcites, magnesites and quartz [3], in compositions and concentrations which depend on the various applications. The characterisation of different tales is necessary task for the fabrication of tale composites.

In order to understand the talc thermolysis, we initially fixed parameters which have a significant effect on the thermograms; in particular the residual pressure of water and the reaction rate. To minimize as much as possible the influence of these parameters this study uses the method of Controlled transformation Rate Thermal Analysis (CRTA) [4]. This method enables a control of the reaction rate allowing a sufficient decrease in the rate to diminish the pressure and temperature gradients within the reaction sample to obtain reproducible results. The vacuum conditions and low rate of decomposition used in the present study has enabled to understand and quantify the decomposition in terms of the different brucite and talc sheets of the present mineral sample with chlorite impurity.

- [1] L.A. Pérez-Maqueda, A. Duran and J.L. Pérez-Rodríguez, Clay Sci, V. 28, Issues 1-4, p. 245-255, 2005.
- [2] R.L. Johnson and R.L. Virta, Talc, Am. Ceram. Soc. Bull, V. 79, p. 79–81, 2000.
- [3] W.A. Deer, R.A. Howie and J. Zussman, Rock-Forming Minerals, V. 3, Longmans, London, p. 126, 1967.
- [4] "Sample controlled Thermal Analysis: Origin, Goals, Multiple Forms, Application and Future", (O. Toft Sorensen& J. Rouauerol Eds.), Kluwer Acad. Pubischers, Dordrecht, 2003.

CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET STRUCTURALE DU COMPOSÉ SUBSTITUÉ [Rb_{0.94}(NH₄)_{0.06}]₂TeCl₆

Hanen Belgaroui, Mohamed Loukil, Rim Karray et Ahlem Kabadou Laboratoire des Sciences des Matériaux et d'Environnement, Faculté des Sciences de Sfax, route de soukra BP 1171, 3000 Sfax, Tunisie.

Un composé stable de formule chimique $[Rb_{0,94}(NH_4)_{0,06}]_2$ TeCl₆ a été synthétisé en ajoutant à chaud les solutions aqueuses saturées de chlorure d'ammonium NH₄Cl et de chlorure de rubidium RbCl à une solution fortement acide de dioxyde de tellure TeO₂, selon le schéma réactionnel suivant :

$$2 (1-x) NH_4Cl +2x RbCl +TeO_2 HCl$$
 [$Rb_x (NH_4)_{1-x}]_2 TeCl_6$

La composition chimique de ce composé a été vérifiée par microscopie électronique à balayage, par analyses chimiques et par diffraction des rayons X sur monocristal.

La résolution structurale du composé synthétisé a aboutie à des facteurs de reliabilités assez satisfaisants R=0.015 et $WR_2=0.032$. Ce composé cristallise dans le système cubique avec le groupe d'espace $Fm\bar{3}m$, sa structure est caractérisée par une substitution partielle du rubidium par l'ammonium, elle est basée sur des octaèdres $TeCl_6$ réguliers et isolés centrés en Te. Le traitement calorimétrique par analyse enthalpique différentielle du composé $[Rb_{0.94}(NH_4)_{0.06}]_2TeCl_6$ ne révèle aucun pic endothermique.

Une étude par spectroscopie Raman montre la présence de trois raies à 150 ; 204 et 268 cm⁻¹ attribuables aux modes de vibrations de $TeCl_6$ et deux autres raies à 43 et 90 cm⁻¹ qui peuvent être attribuées respectivement aux modes de translation des cations Rb^+ et NH_4^+ .

Suite à l'étude de l'effet de la substitution du rubidium par l'ammonium, on peut noter que les variations du volume aussi bien que le paramètre "a" en fonction du pourcentage de rubidium suivent un comportement croissant, ce qui indique que l'introduction du rubidium dans le réseau provoque la dilatation de la maille. Malgré cette dilatation du volume, on observe une anomalie lorsque x(%Rb) tend vers 1. Ce comportement bizarre exige alors la réinvestigation de la structurale du composé Rb₂TeCl₆ pour expliquer cette anomalie.

SIMULATION ET OPTIMISATION DE LA COLONNE D'ABSORPTION D'UNE UNITE INDUSTRIELLE DE FABRICATION DE L'ACIDE NITRIQUE

TLIJANI F., TABIB A., ZINE ELABIDINE R., LEGOUIL T., HAJJI N., <u>BELGHAIEB J</u> Ecole Nationale d'ingénieurs de Gabès, Rue Omar Ibnlkhattab, 6029, Zrig, Gabès, Tunisie

Ce travail traite la simulation de la colonne d'absorption de l'unité de fabrication de l'acide nitrique du Groupe Chimique Tunisien, afin de déterminer la température, la composition de la phase gaz et la phase liquide dans chaque plateau pour des différents modes de fonctionnement de l'installation. Du fait de la complexité du phénomène d'absorption des oxydes d'azote par l'eau, on entame l'étude par l'analyse du système réactionnel se produisant dans la colonne d'absorption en déterminant la cinétique et l'équilibre des différentes réactions mises en jeu. La simulation est conduite par le choix le plus judicieux des modèles d'opérations unitaires. Pour chaque régime de fonctionnement de l'unité, et pour chaque simulation, on fait varier le débit d'air, la proportion air/ammoniac et le taux de conversion de NH3 en NO. Les résultats de la simulation ont permis de déterminer les étages les plus réactifs et le diagnostic de l'efficacité du refroidissement des différents plateaux. Enfin, dans le but d'optimiser la quantité d'eau nécessaire introduite dans la colonne, on mène une compagne de simulations pour déterminer le débit d'eau d'absorption permettant de corriger la baisse constatée du titre d'acide nitrique produit (causée par le vieillissement du catalyseur) en dessous de 58 % et ce pour les différents régimes de fonctionnement de l'unité. Les résultats obtenus sont d'une importance considérable car elles permettent d'assurer la production exigée par l'industriel.

PREPARATION DU NITRURE DE TITANE TIN EN MILIEU PLASMGENE AZOTE : APPLICATION A L'AUGMENTATION DE SA RESISTANCE A LA CORROSION

N. BELLAKHAL^{1,2}, J.L. BRISSET³, M. DACHRAOUI²

- 1) Département de Chimie et de Biologique Appliquées, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie (INSAT), B.P. N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.
- 2) Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 1060, Tunis, Tunisie.
- 3) Laboratoire d'Electrochimie Interfaciale et de Chimie et de Chimie Analytique (LEICA), UFR des Sciences et Techniques de Rouen, 76821 Mont Saint Aignan, France.

De part ses nombreuses propriétés (dureté, couleur, résistance à la corrosion, couche barrière et propriétés électriques), le nitrure de titane TiN trouve de multiple application dans plusieurs industries : mécaniques, microélectroniques et photovoltaïques. Ces dernières années, plusieurs procédés de synthèse du nitrure de titane TiN se sont développés. A titre d'exemples, on peut citer ; les techniques de dépôts physiques et chimiques en phase vapeur, les méthodes ioniques et les traitements thermo-diffusionnels.

L'objet de ce travail est de préparer des couches de nitrure de titane TiN par voie plasma azoté puis de tester leurs résistances à la corrosion dans différents milieux corrosifs. Au cours de cette étude, nous avons suivi une démarche analytique qui consiste à :

- -Analyser par spectrophotométrie d'émission les espèces gazeuses présentes dans ce milieu plasmagène azoté.
- -Déterminer par diffraction des rayons X sous incidence rasante des phases solides formées.
- -Tester la résistance à la corrosion du titane traité par l'exploitation des courbes de polarisation anodiques et cathodiques I=f(E).

Les résultats obtenus montrent que le traitement de surface du titane par un plasma inductif azoté conduit à la formation d'une couche superficielle de TiN. Ce film peut être qualifié de film passivant puisqu'il fait augmenter la résistance à la corrosion du titane traité. Dans les conditions optimales du traitement par plasma, le taux de protection du titane, φ , peut atteindre une valeur de 94 %.

TRAITEMENT ELECTROCHIMIQUE DES EAUX CONTENANT LE THYROSOL

Fahima Ben Abdallah Zribi, Ridha Abdelhédi

UR Electrochimie et Environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, BPW, 3038 Sfax, Tunisie

Résumé

Les composés phénoliques sont des composés bioréfractaires souvent rencontrés dans les effluents provenant de diverses activités industrielles telles que les eaux provenant de l'extraction de l'huile d'olive

Le thyrosol est une molécule modèle pouvant caractériser les polyphénols rencontrés dans les eaux provenant de l'extraction de l'huile d'olives (margines). Elle est choisie dans le présent travail en vue d'étudier son comportement vis-à-vis de deux techniques électrochimiques d'oxydation avancée qui sont l'oxydation anodique sur BDD et le procédé électro-Fenton fonctionnant avec une anode en platine ou en BDD.

Ces techniques sont basées sur la génération de radicaux hydroxyles dotés d'un fort pouvoir oxydant et conduisant à la destruction d'un produit organique donné jusqu'à sa complète minéralisation, c'est à dire, sa conversion en dioxyde de carbone et ions inorganiques.

L'évolution de l'action de ces techniques sur le thyrosol au cours du temps, est suivie par la mesure du carbone organique total (COT).

Les résultats obtenus ont montré que quelque soit le procédé utilisé, le thyrosol se dégrade jusqu'au stade ultime de formation du dioxyde de carbone. Toutefois, le procédé électro-Fenton s'est avéré le plus efficace.

Synthèse de ligands chiraux et de catalyseurs moléculaires, Pour la catalyse énantiosélective

H. Ben Ammar^a, C. Fischmeister^b, et C. Bruneau^b.

Une révolution dans les performances de la catalyse a été introduite par l'utilisation de ligands carbènes N-hétérocycliques, ligands NHC, qui s'avèrent très électrodonneurs et favorisent les processus d'additions oxydantes ou de couplages oxydants sur le metal. Ils stabilisent aussi les fragments cationiques d'intermédiaires catalytiques. Dans ce contexte, nous avons recherché la synthèse de composés mixtes oxazoline-carbène, à pont méthylénique, dans le but d'associer la chiralité d'un hétérocycle oxazoline à la richesse électronique d'un ligand carbènique.

Cette synthèse débute par la préparation d'un oxazoline fonctionnalisée par un bras chlorométhylénique par réaction du monochlorydrate avec un amino-alcool (Eq. 1).

CI—NH,HCl +
$$H_2N$$
 R Et_3N , t.a., 5h R 2 a-e

La réaction du mésithylimidazole **3** avec des mono-oxazolines chlorées **2a-e** dans le diméthylformamide (DMF) nous a permis d'isoler des ligands mixtes oxazoline-imidazolium **4a-e** avec des rendements de l'ordre de 85 % (Eq. 2).

a- R = Et; **b-** R =
i
Pr; **c-** R = Bu; **d-** R = Ph; **e-** R = CH₂Ph

Ces sels mixtes oxazoline-imidazolium sont les précurseurs de ligands oxazolinecarbene(NHC) et de leur complexes du ruthenium, dans des conditions de déprotonation.

^a Laboratoire de chimie organique Appliquée, Faculté des Sciences de Gabes 6072, Tunisie

^b Laboratoire de catalyse et organométalliques, UMR 6226 CNRS-Université Rennes France 35042 RENNES CEDEX (France)

Synthèse et caractérisations physico-chimiques de composés de structure olivine L_xFePO_4 (0,9 \leq x \leq 1,1)- Application comme électrode positive dans les accumulateurs au lithium

G. Ben Amor¹, K. Ferchichi¹, N. Amdouni¹ H. Zarrouk, C. M. Julien²

- (1) UR. Physico-Chimie des Matériaux Solides, Faculté des Sciences de Tunis, Université Tunis El Manar, Campus Universitaire, 1060- Tunis- Tunisie
- (2) Institut des Nano-Sciences de Paris, CNRS-UMR 7588, Campus Boucicaut, Université Pierre et Marie Curie, 140 rue de Lourmel, 75015 Pari, France

Dans le domaine des équipements portables, le monde s'est fortement engagé dans une logique de consommation énergétique croissante, où la source d'énergie doit être capable de fournir un maximum d'énergie et de puissance pour un minimum de volume et de masse. Les systèmes de stockage électrochimique de l'énergie, c'est-à-dire les accumulateurs (ou batteries), sont largement sollicités. Ainsi, l'augmentation des performances des accumulateurs en termes de densité d'énergie, de cyclabilité et de durée de vie continue à motiver de nombreuses équipes de recherche dans le monde. Ces recherches tentent d'améliorer le comportement électrochimique des matériaux d'électrode.

Actuellement, un intérêt de plus en plus remarquable est porté à la famille de composés polyanioniques (structures tridimensionnelles construites à partir d'entités polyanioniques XO_4^{m-} (X=S, P As...) qui pourraient présenter des propriétés d'insertion/désinsertion d'ions Li^+ intéressantes vu leur stabilité structurale élevée liée à la présence des groupements XO_4^{m-} . C'est notamment le cas des composés de type <u>olivine</u>, et en particulier du composé $LiFePO_4$ qui a été récemment proposé comme une alternative aux oxydes lamellaires de métaux de transition, tels que $LiCoO_2$, dans la recherche et le développement des accumulateurs Li-ion. En plus de son caractère non toxique et de son coût inférieur, il présente des propriétés électrochimiques intéressantes :

-Un potentiel redox de 3.45V vs Li⁺/Li compatible avec la plupart des électrolytes actuellement utilisés ;

-Une capacité spécifique théorique de 170mAh.g-1.

Le problème majeur qui freine l'utilisation de ce composé est sa faible conductivité électronique et ionique.

Ce travail a pour objectif l'étude des corrélations entre structure et propriétés physicochimiques et électrochimiques de la série de composés Li_xFePO_4 avec $0.9 \le x \le 1.1$.

Ces composés ont été préparés suivant une méthode céramique classique à partir du carbonate de lithium (Li₂CO₃), de l'oxalate de fer dihydraté (FeC₂O₄.2H₂O) et de l'ammonium dihydrogénophosphate (NH₄H₂PO₄) comme précurseurs.

OXYDATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DANS L'ACIDE PHOSPHORIQUE DILUE (28% P₂O₅) PAR LE COUPLE H₂O₂/ARGILE

Ben Amor Hédi^a; Omri Zeineb^a; Jeday Mohamed Razak^a;

(a) Département de génie chimique- procédés, Unité de recherche: énergétique et environnement, Ecole Nationale d'ingénieurs de Gabès, Rue Omar Ibnlkhattab, 6029, Zrig, Gabès, Tunisie

La valeur marchande de l'acide phosphorique industriel est étroitement liée aux impuretés qu'il peut renfermer. L'objectif de ce travail est de réduire la teneur de la matière organique contenue dans l'acide phosphorique 28% P₂O₅ par emploi du peroxyde d'hydrogène et de l'argile naturelle séparés ou en combinaison.

Les résultats obtenus avec l'argile seule montrent que le pourcentage d'abattement de la densité optique à 420 nm proportionnelle à la teneur en matière organique augmente notablement en augmentant la masse d'argile. Ce pourcentage diminue lorsque la température du milieu réactionnel augmente, ceci peut être expliqué par le caractère exothermique de l'adsorption sur argile. Le pourcentage d'abattement de la matière organique atteint 35% avec une dose d'argile de 10g/L. En plus l'argile ne fait pas diminuer la teneur en P_2O_5 et ne modifie pas les concentrations des métaux contenus dans l'acide à l'exception de celles du zinc et du cadmium.

Concernant l'action de H₂O₂ seul, le pourcentage d'abattement maximum de la densité optique à 420 nm atteint une valeur de l'ordre de 55% pour une dose de 5,1 g de H₂O₂ par litre d'acide. La température défavorise l'action de H₂O₂, en effet, pour une dose de 0,68 g de H₂O₂ par litre d'acide, le pourcentage d'abattement de la densité optique passe de 38% à 12% lorsque la température augmente de 30°C à 50°C. Par ailleurs l'abattement de la matière organique augmente en fonction de la concentration de peroxyde d'hydrogène, pour atteindre 53.8% avec une dose de 3,4 g de H₂O₂ par litre d'acide. Généralement, le peroxyde d'hydrogène n'influence pas les teneurs en impuretés inorganiques qui se trouvent dans l'acide phosphorique dilué.

L'action combinée améliore considérablement le pourcentage d'abattement de la matière organique dans l'acide dilué, qui atteint 51% en appliquant 0,68 g de H₂O₂ et 10 g d'argile par litre d'acide.

MECANISME D'ECHANGE DU CATALYSEUR Co-ZSM-5

H. Ben Boubaker et A. Ghorbel

Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire 2092 Tunis, Tunisie.

Les zéolithes imprégnées au cobalt ont révélé une activité élevée dans la réaction d'ammoxydation de l'éthane en acétonitrile. Dans ce travail, nous avons tenté de proposer un mécanisme d'introduction du cobalt dans la zéolithe H-ZSM-5 par la méthode d'imprégnation. Différentes techniques expérimentales ont été utilisées: ATD/ATG couplée à la SM, UV-Visible in situ, proche IR et la RTP.

Le catalyseur Co-ZSM-5 a été préparé par imprégnation en ajoutant à la zéolithe la masse d'acétate de cobalt correspondant à un rapport molaire Co/Al égal à 1/2. Une quantité d'eau nécessaire à la formation d'une pâte est ensuite ajoutée. Le mélange est séché à 110 °C pendant une nuit puis traité sous hélium à 500°C pendant 12 h. Le solide obtenu est enfin calciné à 500°C sous oxygène pendant une heure.

L'étude thermogravimétrique a montré que le mélange acétate de cobalt-H-ZM-5 présente trois pertes de masse : la première est endothermique et les deux autres sont exothermiques. L'analyse par spectrométrie de masse du gaz effluent nous a permis d'attribuer la première perte à la déshydratation, la deuxième au dégagement de l'acide acétique et la dernière à la décomposition de la matière organique résiduelle en CH₄, H₂O, CO₂ et CO. L'étude par UV-Visible a confirmé ces résultats et a montré que le pourcentage du cobalt tétraédrique augmente suite à la diminution de la coordinence du cobalt octaédrique. L'analyse par RTP du mélange acétate de cobalt-H-ZSM-5 traité et calciné à 500°C a révélé la présence de l'oxyde de cobalt, Co₃O₄ libre (15 %), des clusters d'oxyde de cobalt (CoO_x) formé dans le support zéolithique (23 %) et des ions Co²⁺ isolés et échangés avec la zéolithe (62 %). L'absence du pic relatif à Co₃O₄ dans le diffractogramme des RX du catalyseur Co-ZSM-5 montre que Co₃O₄ observé par RTP est bien dispersé.

Cette étude nous a permis de proposer le mécanisme suivant pour l'échange du cobalt introduit dans la zéolithe :

```
1^{\text{ére}} étape:

x (CH_3COO)_2Co, 4H_2O + H_n-ZSM-5, zH_2O \longrightarrow x (CH_3COO)_2Co + H_n-ZSM-5 + (4x+z) H_2O

2^{\text{éme}} étape:

x (CH_3COO)_2Co + H_n-ZSM-5 \longrightarrow x CH_3COOH + x (CH_3COO)Co-H_{(n-x)}-ZSM-5

3^{\text{éme}} étape: x (CH_3COO)Co-H_{(n-x)}-ZSM-5 \longrightarrow x CH_4 + x CO + x CoOH-H_{n-2x}ZSM-5  (avec n > 2x)
```

4-FLUOROPYRAZOLES: SYNTHESE ET CARACTERISATION

R. Ben Chaâbane, A. Hedhli

Laboratoire de Chimie Moléculaire Organique, Ecole Supérieure des Sciences et Techniques de Tunis, 5, avenue Taha Hussein, Montfleury, 1089 Tunis

e-mail: ahmed. hedhli@ esstt.rnu.tn e-mail: radhialotfi@yahoo.fr

Les pyrazoles et leurs dérivés ont fait l'objet d'un très grand nombre de travaux. Les pyrazoles fluorés paraissent être les dérivés les moins étudiés.

Dans ce travail nous décrivons la synthèse et la caractérisation de nouveaux pyrazoles 2 portant un atome de fluor sur leur cycle.

La voie de synthèse adoptée pour la préparation de ces composés est illustrée dans le schéma suivant :

Délamination des smectites naturelles par broyage mécanique

¹S. Ben Châabene, ¹L. Bergaoui, ¹A. Ghorbel, ²M. A. Vicente, ²R. Trujillano & ²V. Rives

¹Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Manar, Tunis, TUNISIE

L'intérêt porté aux argiles en catalyse en tant que support ne cesse de croître au fil des années. La smectite est un phylosilicate dont l'interaction entre les feuillets est de type Van der Waals. Elle est dotée d'une capacité d'échange cationique importante, de propriétés thermiques intéressantes et d'une forte résistance à l'empoisonnement. En plus de ces avantages, son coût peu élevé ont fait de ce type de matériaux une cible de choix. Cependant, une fois échangée par des édifices métalliques présentant une activité catalytique, les facettes internes des tactoïdes sont difficilement accessibles aux molécules de réactifs au cours de l'acte catalytique. Ceci limite considérablement l'activité catalytique de ces matrices et restreint remarquablement l'utilisation des argiles en tant que support en catalyse. Le détachement ou séparation des feuillets les un des autres, plus communément, appelé délamination améliore sensiblement l'accessibilité aux facettes des feuillets pour augmenter ainsi la surface spécifique et faciliter la diffusion des réactifs aux sites actifs du catalyseur. Dans ce cadre, plusieurs procédés proposés sont parvenus à améliorer sensiblement la surface spécifique. Cependant, ils restent longs, compliqués et surtout coûteux aussi bien en terme de réactifs qu'en terme d'équipements. Dans ce présent travail, nous nous sommes intéressés aux possibilités d'une délamination mécanique par broyage. Cette méthode présente l'avantage d'être extrêmement simple et très peu coûteuse. Deux smectites naturelles ont été utilisées dans cette étude : une Montmorillonite (Wyoming, USA) et une Saponite (Cabañas, Espagne). Ces deux argiles ont subi des cycles de broyage à l'aide d'un broyeur à disque pendant des durées variables. Les propriétés des solides obtenus ont été étudiées par physisorption de l'azote à 77 K, diffraction des rayons X, analyse thermogravimétrique et thermique différentielle, résonance magnétique nucléaire (RMN MAS), spectroscopie Infrarouge, granulométrie laser et microscopie électronique à transmission. Cette étude a montré une délamination partielle des feuillets des argiles entraînant ainsi une amélioration dans les surfaces spécifiques des solides étudiés pour des temps de broyage relativement courts. Elle a montré également que la résistance mécanique de la saponite est nettement meilleure que celle de la montmorillonite. Cependant, pour des temps de traitement mécanique relativement longs, la structure en feuillets des argiles semble être complètement détruite. Ceci a réduit considérablement la surface spécifique de ces matrices, détruit la microporosité et induit une transition vitreuse prématurée dans le cas de la saponite.

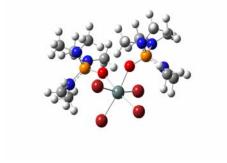
²Département de Chimie Inorganique, Université de Salamanque, Plaza de los Caídos, 37008, Salamanque, Espagne

COMPLEXES D'ADDITION DU TETRABROMURE D'ETAIN AVEC LES LIGANDS (NMe₂)_{3-n}Cl_nP(O) [n = 1, 2] ETUDE PAR RMN MULTINUCLEAIRE [¹¹⁹Sn, ³¹P, ¹H, ¹³C] ET PAR DFT

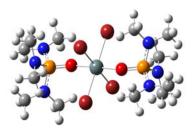
M. T. Ben Dhia¹, M. A. K. Sanhoury¹, L. C. Owono Owono², M. R. Khaddar¹

Laboratoire de Chimie de Coordination, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, El Manar I 2092, Tunis, Tunisie.
 Département de Physique, Ecole Normale Supérieure, Université de Yaoundé I, Boite Postale 47 Yaoundé, Cameroun.

Les complexes d'addition SnBr₄.2(NMe₂)₂P(O)Cl et SnBr₄.2(NMe₂)P(O)Cl₂ ont été préparés et caractérisés par RMN multinucléaire [¹¹⁹Sn, ³¹P, ¹H, ¹³C] en solution en milieu anhydre^[1]. Le spectre de RMN-¹¹⁹Sn de chacune des solutions de complexe enregistré à 25°C et à basse température montre l'existence des deux isomères cis et trans en état d'équilibre dynamique avec une prédominance nette de l'isomère cis. Les différentes valeurs des constantes de couplages spin-spin ²J_{Sn-P} et celles des déplacements chimiques δ_i nous ont permis d'attribuer les isomères cis et trans. Cette attribution a été aussi confirmée par calcul théorique par DFT/B3LYP à l'aide du package de Gaussian 03W en utilisant les bases LanL2DZ, 3-21G, 6-21G(d), et 6-31G(d). Les résultats obtenus sont en accord remarquable avec les valeurs expérimentales. Une analyse comparative avec le complexe homologue de ligand HMPA^[2] ainsi qu'avec d'autres complexes d'addition de l'étain de structure comparable^[3,4] confirme également nos observations.







Isomère trans

Références:

- [1] M.A.M. K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia, L. C. Owono Owono M.R. Khaddar, Article en préparation
- [2] S. J. Ruzicka et A. E. Marbach, Inorg. Chem. Acta, 20(1976) 221-229.
- [3] M.A.M.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia, K. Essalah, M.R. Khaddar, Polyhedron 25 (2006) 3299.
- [4] M.T. Ben Dhia, M.A.M. K. Sanhoury, L. C. Owono Owono, M.R. Khaddar, J. Mol. Struc. xx (2008) xx.

PREPARATION ET ETUDE STRUCTURALE DU COMPOSE NaMoO₂AsO₄ (forme β)

Soumeya Ben Hlila, Mohamed Faouzi Zid & Ahmed Driss

Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 El Manar Tunis, Tunisie

La recherche de nouveaux matériaux à structure ouverte a motivé ces dernières années de nombreux travaux. Ces matériaux trouvent leur application en catalyse hétérogène, échange d'ions, conduction ionique et comme tamis moléculaires. C'est dans ce cadre que nous avons exploré les systèmes : A-Mo-As-O (A=Alcalin).Un examen bibliographique révèle la présence du composé non centrosymétrique NaMoO₂AsO₄ qui cristallise dans le groupe d'espace Pca2₁avec a=14,771(3) Å, b=6,566(2) Å, c=10,101(1) Å [1]. Une nouvelle forme NaMoO₂AsO₄ que nous appellerons β a été préparée. Cette nouvelle phase a été synthétisée par réaction à l'état solide. La structure de β-NaMoO₂AsO₄ est étudiée par diffraction des rayons X sur monocristal. Ce composé cristallise dans le système orthorhombique, groupe d'espace Pnma. Les paramètres de la maille sont:

a=10,1473(20) Å, b=6,597(2) Å, c=7,4197(20) Å. La résolution de la structure conduit après un cycle d'affinements aux facteurs de reliabilités R(F)=0,0172 et wR(F²)=0,0516.

La structure de β-NaMoO₂AsO₄ est constituée d'octaèdres MoO₆ et de tétraèdres AsO₄ partageant des sommets. Elle peut être décrite à partir de chaines infinies(MoAsO₉)_n parallèles à c, reliées entre elles par des ponts Mo-O-As pour former une charpente tridimensionnelle possédant de larges canaux parallèles à la direction **b** où sont logés les cations Na⁺ (Fig1).

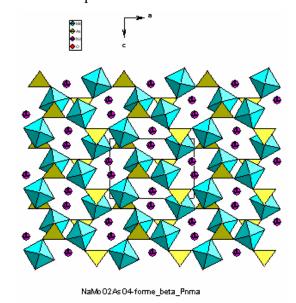


Fig. 1: projection de la structure du composé β-NaMoO₂AsO₄ selon l'axe b.

La méthode de synthèse du composé, l'étude structurale et une comparaison entre les deux formes de NaMoO₂AsO₄ seront détaillées dans cette communication.

^{[1].} M. F. Zid, A. Driss & T. Jouini. J. Solid State Chem. (1997) 133, 386-390.

Total phenolics, Flavonoids and antioxidant activity in stems and flowers of Euphorbia helioscopia L.

L. Ben Mohamed, A. Jelassi, I. Hassen,

Abstract

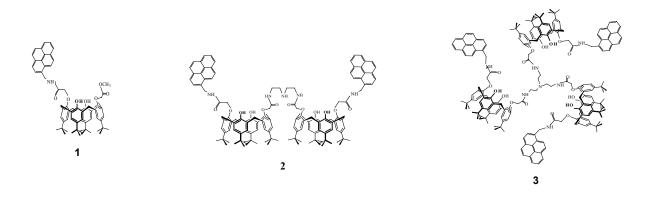
Total phenolics and flavonoids contents and antioxidant activity of methanolic extracts from flowers and stems of sun spurge plants (*Euphorbia helioscopia* L) have been determined. The amount of the total phenolics was higher in *E. helioscopia* flowers (134.11 \pm 0.03 mg gallic acid equivalent /g of dry extract) as compared to phenolics content in stems (63.62 \pm 0.05). Similarly total flavonoids content expressed as rutin (RE/g of dry extract) and quercetin equivalent (QE /g of dry extract) were higher in flowers (69.62 \pm 0.07 and 29.64 \pm 0.02 respectively) than those in stems (28.71 \pm 0.05 and 9.32 \pm 0.01 respectively).

Evaluated antioxidant capacity using DPPH radical scavenging test, revealed that antioxidant activity of flower's methanolic extract was superior to antioxidant capacity of stem's extract with respective IC₅₀ values of 26.89μg/ml and 98.13μg/ml.

Etudes des propriétés complexantes et extractantes de trois calix-amidopyrène vis-à-vis d'une série de lanthanides et de métaux de transition

Amel Ben Othman, a,c Rym Abidi, a,* Jong Seung Kimb et Jacques Vicens, c,* aUniversité de Bizerte, Facultés des Sciences, 7021 Zarzouna-Bizerte, Tunisie bDepartment de chimie, Université de Corée, Séoul, 130-701, Corée cIPHC-ULP-CNRS-ECPM, 25 rue Becquerel, F-67087 Strasbourg, France

Le présent travail concerne l'étude des propriétés complexantes des ligands calixaréniques 1, 2 et 3. Cette étude nous permet d'évaluer l'effet engendré par les différentes fonctionnalisations sur d'éventuelles sélectivités vis-à-vis des cations étudiés.



L'étude de la complexation a été menée dans l'acétonitrile en présence de divers perchlorates. Le pouvoir extractant des dérivés 1, 2 et 3 a été évalué par la détermination des pourcentages d'extraction (% E) de l'eau vers le dichlorométhane.

Les résultats ont montrés que, contrairement aux cations lanthanidiques, l'aluminium a une coordination préférentielle avec l'azote des ponts "diéthylène triamine" et le pont "TREN". En outre, la multiplicité de l'unité calix-amido-pyrène crée de multiples sites de complexation et, par conséquent, le nombre de cations complexés. Les sélectivités les plus importantes enregistrées pour les dérivés 2 et 3 sont celles du cuivre et de l'aluminium respectivement. Suite aux résultats obtenus par spectrophotométrie UV et dans le but de confirmer certaines stœchiométries récoltées par celle-ci, nous avons eu recours à la technique de spectrométrie de masse MALDI-TOF une fois la fin de la complexation est atteint.

N-ACYLIMINIUM ION CHEMISTRY: TRIFLIMIDIC ACID HNTF₂ IS A POWERFUL CATALYST FOR THE HIGHLY EFFICIENT α-AMIDOALKYLATION OF SILYL ENOL ETHERS

Raja BEN OTHMAN^a, Till BOUSQUET^b, Anthony FOUSSE^b, Mohamed OTHMAN^b, Vincent DALLAb

a:Faculté des Sciences de l'Université du Gafsa, Sidi Ahmed Zarouk, 2112 Gafsa, Tunisie Raja_benothman@yahoo.

b:URCOM, Faculté des Sciences et Techniques de l'Université du Havre, BP 540, 25 rue Philippe Lebon, 76058 Le Havre Cedex, France.

C-C bond forming reactions between weak carbon nucleophiles and N-acyliminium ions generated from cyclic N,O-acetals, as pionereed by the research groups of Hiemstra, Overman, Hart and Chamberlain in the eighties, represent an important field of research in organic chemistry to provide useful α -functionalized amino compounds. (1) This N-acyliminium ion chemistry has been intensively applied to the synthesis of a myriad of alkaloids of various complexities. While these α -amidoalkylation reactions have been routinely promoted by highly reactive, but also often toxic Lewis acids such as TiCl₄, BF₃-OEt₂, SnCl₄...⁽¹⁾, the development of safe procedures for their production has recently become a subject of intensive investigation. (2) Our group has recently contributed to the development of improved conditions for N-acyliminium ion chemistry by documenting the use of TIPSOTf⁽³⁾ and HNTf₂⁽⁴⁾ as practical and highly efficient substitutes for the conventional, but quite sensitive TMSOTf reagent(5) to catalyze the amidoalkylation of silicon-based nucleophiles by five-membered ring N-acyliminium ion precursors. In this poster, we summarize the most significant synthetic possibilities offered by the HNTf₂-catalyzed amidoalkylation of silvl enol ethers, including a mechanism proposal possibly accounting for the high reaction rate displayed by this highly efficient catalysis mode.

(1) Reviews: (a) Speckamp, W. N.; Molenaar, M. J. Tetrahedron 2000, 56, 3817. (b) Maryanoff, B. E.; Zhang, H.-C.; Cohen, J. H.; Turchi, I. J.; Maryanoff, C. A. Chem. Rev. 2004, 104, 1431.

(4) (a) Ben Othman, R.; Bousquet, T.; Othman, M.; Dalla, V. Org. Lett. 2005, 7, 5335. (b) Tranchant, M. J.; Moine, C.; Ben othman, R.; Bousquet, T.; Othman, M.; Dalla, V. Tetrahedron Lett. 2006, 47, 4477.

(5) For the pionereed example of truly catalytic (catalyst loading <10 mol%) nucleophilic substitution reactions of Nacyliminium ion precursors using TMSOTf: (a) Barrett, A. G. M.; Quayle, P. J. Chem. Soc. Chem. Commun. 1981, 1076.

^{(2) (}a) Okitsu, O.; Suzuki, R.; Kobayashi, S. J. Org. Chem. 2001, 66, 809. (b) Pilli, R. A.; Camilo, N. S. Tetrahedron Lett. 2004, 45, 2821. (c) Pilli, R. A.; Robello, L. G.; Camilo, N. S.; Dupont, J.; Lapis, A. A. M.; da Silveiro Neto, B. A. *Tetrahedron Lett.* **2006**, 47, 1669. (d) Matsumara, Y.; Ikeda, T.; Onomura, O. *Heterocycles* **2006**, 67, 113. (3) Ben Othman, R.; Fousse, A.; Bousquet, T.; Othman, M.; Dalla, V. *Org. Lett.* **2005**, 7, 2825.

ETUDE ET IDENTIFICATION DES ACIDES GRAS DE L'HUILE DES GRAINES DU CHARDON- MARIE (SILYBUM MARIANUM)

N. Ben Rahal⁽¹⁾, J.K. Chérif ⁽¹⁾⁽²⁾, D. Barth⁽³⁾ et M. Trabelsi-Ayadi ⁽¹⁾ E-mail: cherif_j2000@yahoo.fr

Silybum marianum est une plante de la famille des Astéracées, native du contour méditérranien. Réputée par sa richesse en antioxydants, elle est utilisée contre les infections du foie, l'hépatite ainsi que la cirrhoses.

Les graines ont été cueillit (de la région de Bizerte), décortiquées et ensuite broyées. Un premier tamisage a été réalisé pour l'estimation du diamètre caractéristique des particules. L'extraction des huiles des graines de *Silybum marianum* a été effectué selon deux procèdes : par l'appareil de soxhlet avec différents solvants (éther de pétrole, chloroforme, hexane et méthanol) et par CO₂ supercritique à différentes pressions et températures. Un deuxième tamisage a été accomplit après l'extraction des huiles. Les propriétés des différents extraits huileux ont été étudiées afin de relever les avantages et les inconvénients de chaque méthode d'extraction selon leurs utilisations industrielles, alimentaires ou thérapeutiques. Pour chaque procédé d'extraction , le rendement, les indices d'huiles, la densité et la teneur en acides gras ont été déterminés.

L'extraction par CO_2 supercritique à $40^{\circ}C$ et à 180 bars assure le meilleur rendement (32,37 g/100g MS) par rapport aux autres paramètres de T et P et par rapport à l'extraction par soxhlet dont le meilleur solvant utilisé est le chloroforme avec un rendement de 28,85g/100 g MS et une densité la plus élevée (0,99 \pm 0,041). L'huile extraite avec l'éther de pétrole a l'indice d'acidité le plus élevé (43,19.10⁻³) alors que l'indice d'ester le plus élevé(6,376 g⁻¹ ml⁻¹) est celui de l'huile extraite avec le méthanol. Tous les extraits ont approximativement le même indice de réfraction.

L'analyse par GC-FID a montré que l'huile extraite par le chloroforme présente taux le plus élevé d'acide linoléique (63,15%) et d'acide palmitique (11,71%) alors que celle extraite avec l'éther de pétrole est plus riche en acide arachidique (2,13%) et en acide myristique (0,071%).

L'extraction par CO₂ supercritique à 180bar permet de fournir une huile riche en acide oléique (22,02%) à 50°C, en acide stéarique (5,1%) à 60°C et en acide linoléique (1,25%) à 40°C.

L'huile de *Silybum marianum* est riche en acide linoléique (oméga 6). Ces principaux acides gras sont essentiels pour la santé humaine et le régime alimentaire et possèdent des effets thérapeutiques importants offrant une protection contre les radicaux libres ce qui retarde le vieillissement de la peau.

<u>Mots clés</u>: Silybum marianum; extraction par CO₂ supercritique; GC-FID; acides gras, indices d'huiles.

⁽¹⁾ Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources Naturelles et à l'Environnement (LACRESNE), Faculté des sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna-Bizerte Tunisie.

⁽²⁾ Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs de Tunis (IPEIT), Monfleury1008 Tunis-Tunisie

⁽³⁾ Laboratoire des Sciences de Génie Chimique (LSGC). 1, rue Grandville, BP 20451, F-54001 Nancy-France

SYNTHESE ET CARACTERISATION DE PODANTS CALIXARENIQUES DISTRIBUTEURS DE PLUSIEURS PRINCIPES ACTIFS

Adel BEN SALEM, * Mansour SALEM, ** Jean-Bernard REGNOUF-de-VAINS

* Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycles, Corps Gras et polymères (**HCGP**). Département de Chimie, Faculté des Sciences de Sfax, 3000 Sfax, B.P. 1171 Tunisie

** GEVSM, UMR 7565 Nancy Universités, CNRS, Faculté de Pharmacie, 5 rue Albert Lebrun, BP 80403, 54001 Nancy Cedex (France)

L'utilisation des plate-formes macrocycliques de type calixaréniques dans le domaine thérapeutique est à l'heure actuelle très peu étudiée. Leurs propriétés structurales et chimiques en font d'excellents candidats pour la création d'édifices moléculaires hautement organisés, qui peuvent trouver une application très intéressante dans la préparation des « distributeurs » multi-drogues.

Après avoir décrit des dérivés calixaréniques porteurs de motifs pénicilline [1,2] ou quinolones [3] identiques, nous avons développé une approche synthétique visant à greffer un motif pénicilline (inhibition de la synthèse du peptidoglycane) et un motif quinolone (inhibitionn de l'ADN gyrase) sur la même plate-forme calixarénique. Nous avons abordé les synthèses de ces composés « dissymétriques » comme une façon de préparer des « distributeurs » multi-drogues, susceptible de produire un effet synergique antibactérien.

La figure ci-dessous résume très simplement ces conditions, en ciblant l'incorporation de deux principes actifs différents sur la partie basse du calixarène.

- 1) A. Ben SALEM, J. B. Regnouf de Vains; Tetrahedron Lett., 2001, 42, 7033-7036.
- 2) Beata Korchowiec, A. Ben SALEM, J.B.Regnouf de Vains, Jacek Korochowiec and Ewa Rogalska. J. Phys. Chem. B, 2007, 111 (46), 13231-13242.
- 3) A. Ben SALEM and J.B.Regnouf de Vains; Tetrahedron Lett., 2003, 44, 6769-6771.

DEFLUORURATION DES EAUX PAR ELECTRODIALYSE

Mourad BEN SIK ALI, Béchir HAMROUNI, Mahmoud DHAHBI

Laboratoire Eau et Technologies Membranaire, Centre de Recherches et Technologies des Eaux, Technopôle Borj Cédria BP. 273, Soliman 8020, Tunisie.

Tel: +216 79 41 27 98, Fax: +216 79 41 28 02, email: mourad.bensikali@gmail.com

Le fluor existe dans l'eau sous forme de fluorures liés à d'autres ions : calcium, sodium, aluminium ... Il provient de la dissolution des roches pour les eaux souterraines et de rejets industriels pour les eaux de surface. Comme tout oligo-élément, le fluor est nécessaire et bénéfique pour l'organisme humain à de faibles concentrations, mais toxique à plus fortes doses. En effet, la présence d'ions fluorure en excès dans les eaux de boisson est à l'origine de graves intoxications tels que la fluorose qui débute et devient forte au-dessus de 1,5 mg/L.

Les travaux réalisés dans cette étude ont pour objectif l'application d'un procédé électromembranaire (l'électrodialyse) au traitement des eaux dont la teneur en fluorure est supérieure à la valeur maximale admissible. Cette technique se base sur le transfert d'ions à travers une membrane, qui leur est perméable, sous l'effet d'un champ électrique appliqué.

Les paramètres expérimentaux qui peuvent influencer l'élimination de fluorure de solution aqueuse tels que la différence de potentiel appliquée aux bornes de l'empilement et le mode de circulation ont été étudiés.

Des solutions aqueuses contenant des teneurs de 3 mg/L ont été préparées et traitées par un pilote d'électrodialyse. Les essais de défluoruration ont montré que le rendement augmente proportionnellement avec l'augmentation de la différence de potentiel appliquée. En travaillant en mode continu, ce rendement ne dépasse pas les 55% dans toutes les conditions. Par contre, en travaillant en mode fermé, des rendements plus importants sont obtenus. Le perméat récupéré entre dans la gamme de l'eau potable établie par l'O.M.S. Ceci confirme la fiabilité de la technique étudiée dans la production de l'eau potable à partir d'une eau saumâtre à forte dose en fluorure.

Mots clés: électrodialyse; eaux saumâtres; fluor.

Electrooxidation of the calix[4]dihydroquinone Mechanistic investigation and Electrodeposition of the oxidised form on platinum electrodes

Oumayma Ben Youchret a*, Salma Besbes Hentati a, Marcel Bouvet b and Hechmi Saida

* Corresponding author: Oumayma Ben Youchret. *E-mail address:* oumayma_2005@yahoo.fr ^a Laboratoire de thermodynamique et d'électrochimie, Faculté des sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna, Bizerte, Tunisia

The electrochemical behaviour of calix[4]dihydroquinone has been investigated at a platinum electrode in aprotic solvent by cyclic, square wave and rotating-disk voltammetry as well as by controlled potential coulometry. The first irreversible transfer process involves only one-electron transfer which corresponds to the formation of the radical cation. However, the last substance undergoes a fast chemical reaction and follows an EC_HE sequence. In macroelectrolysis at the first anodic peak, when we interrupt the electrolysis after consumption of 1 Faradays per molecule, an intermediate compound were formed which is the calix[4]monoquinone. Furthermore, the reaction evolve in the solution for generate the calix[4]diquinone. On the other hand, the voltammetric follow-up shows the electrogeneration to the departure product during the macroscale electrolysis according an EC_HE-disproportionation mechanism. When the electrolysis was performed after the third oxidation peak, calix[4]diquinone was electrogenerated in solution and was deposit, afterward, on the platinum electrodes.

^b Laboratoire de chimie inorganique et Matériaux Moléculaires, Université Pierre et Marie Curie, CNRS-UMR 7071, 4 place Jussieu, Case courrier 42, 75252Paris cedex 05, France

PERARATION ET CARACTERISATION DE CATALYSEURS CHIRAUX A BASE DE VANADIUM

Takwa Ben Zid, Ilyes khedher, Abdelhamid Ghorbel

Laboratoire de Chimie des matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, Compus Universitaire, 2092 Tunis, Tunisie e-mail : benzidtakw@yahoo.fr

La catalyse homogène asymétrique est un domaine qui a subit le plus fort développement en chimie au cours de ces dernières décades. Elle possède de loin le plus fort potentiel pour l'obtention de molécules optiquement actives. De nombreux ligands chiraux et des complexes de métaux de transition correspondant ont été rapportés. Parmi ces complexes les ligands de Jacobsen qui montrent des propriétés intéressantes en synthèse asymétrique, en particulier, dans l'époxydation asymétrique des oléfines.

Cependant, très peu d'entre eux ont été exploité dans un processus industriel en raison des problèmes de séparation et de recyclage du catalyseur chiral souvent onéreux. De ce fait, plusieurs recherches se sont orientées vers l'immobilisation de ces complexes sur des supports solides.

Dans notre travail, nous nous sommes intéressés à la préparation de catalyseurs de Jacobsen à base de vanadium supporté et non supporté.

Dans la cas du catalyseur homogène, la préparation a été contrôlée par IR, en utilisant deux types de précurseurs dont VOSO₄, xH₂O parait meilleur pour l'obtention de VO(salen). L'identification de ce dernier à été confirmée aussi par UV-Visible.

Concernant le catalyseur hétérogène, sa préparation a été effectuée en deux étapes. La première étape consiste en une série de réaction de condensation, le produit de chacune a été mis en évidence par IR. La deuxième étape consiste en l'introduction du vanadium à partir du précurseur VOSO₄. Le produit final obtenu à savoir Si-V(salen) a été identifié par une étude spectroscopique moyennant les techniques IR et UV-Visible tout en faisant référence aux résultats déjà trouvés dans le cas du catalyseur liquide. L'objectif de notre travail à savoir l'immobilisation du VO(salen) sur la silice a été atteint.

Etude phytochimique des extraits par solvants de deux espèces de *schinus* et étude de leurs séparations par chromatographie sur couche mince

Houcine BENDAOUD¹, Jalloul BOUAJILLA², Mehrez ROMDHANE¹*

¹ Unité de recherche M.A.C.S. Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès. Route de Médenine 6029 Gabès, Tunisie

² Laboratoire de Synthèse et de Physicochimie de Molécules d'Intérêt Biologique, UMR CNRS 5068, Université

Paul-Sabatier, 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse, France.

Dans l'objectif de rechercher des molécules bio actives, on s'est intéressé dans cette étude à l'identification de quelques familles chimiques existants dans les extraits des feuilles et des fruits de deux espèces de *schinus*. Pour cela, des tests phytochimiques, utilisant des réactifs spécifiques ont été appliqués après séparation des extraits. Les résultats obtenus ont montrés la présence de plusieurs familles chimiques, en particulier des flavonoides, des saponosides et des triterpenes. Afin de caractériser les substances appartenant à ces familles, une étude de leurs séparations par chromatographie sur couche mince a été effectuée. Ainsi, nous avons utilisé une méthodologie expérimentale basée sur la méthode des plans d'expériences. Dans cette étude, un plan d'expériences factoriel fractionnaire a été choisi pour optimiser la composition d'une phase mobile formée par l'acétate d'éthyle, l'acide acétique, l'acide formique et l'eau. La phase mobile optimale obtenue a permis d'obtenir une bonne séparation des extraits étudiés ce qui permet de passer à l'étape de purification et d'identification des substances recherchées.

(*) E-mail: mehrez.romdhane@laposte.net.

MODELISATION DE L'EXTRACTION DU NAPHTALENE D'UNE PHASE ORGANIQUE. APPLICATION DE LA METHODE DE SURFACE DE REPONSE (PLAN DE BOX-BEHNKEN)

Farida Bendebane, Lamya Bouziane, Fadhel Ismail*

Laboratoire Génie de l'Environnement, Département de Génie des Procédés, Université Badji-Mokhtar, Annaba,

E-mail: <u>bendefarida@yahoo.fr</u>; ismail.fadhel@univ-annaba.org

Résumé

Le rendement de l'extraction du naphtalène d'une phase organique, dépend en premier lieu du choix de l'extractant et peut être amélioré en optimisant les différents paramètres opératoires. La phase organique étudiée est un fuel-oil rejeté en fin du procédé de traitement des gaz de coke au sein de l'unité industrielle Cokerie-Annaba. Cette quantité de fuel d'environ 14,5 tonnes par jour et qui sert à laver les gaz pour en éliminer le naphtalène, se trouve en fin du procédé elle-même chargée de naphtalène. Ce dernier est aussi un produit indésirable dans le fuel; En effet, à cause de sa sublimation facile, le naphtalène se dépose même à température ambiante et peut causer des problèmes techniques tels que le dépôt dans les conduites et les circuits industriels, le bouchage des brûleurs et des électrovannes etc.

Comparativement à des solvants usuels tels que éthanol, méthanol, THF, DMSO, acétone, éther, phénol, CCl₄, CHCl₃, CH₂Cl₂ etc., le mélange méthanol-phénol qui a donné des résultats meilleurs, a été choisi comme extractant. La quantité de naphtalène dans la phase fuel a été suivie par réfractométrie et confortée par spectroscopie infra-rouge.

La température, la densité du mélange méthanol-phénol et la quantité de l'extractant par rapport à la charge, sont les paramètres les plus importants quant au rendement de l'extraction. Ainsi, l'optimisation de l'extraction du naphtalène dans une fenêtre opérationnelle bien définie, est très utile afin de pouvoir comparer les effets de chaque paramètre à différentes conditions de fonctionnement. Un plan d'expérience (plan de Box-Behnken) a été élaboré et un traitement par la méthode de surface de réponse (RSM : Response surface methodology) a été appliqué. L'utilisation de la RSM est très efficace pour évaluer et modéliser les effets de ces trois facteurs en développant les équations de régression polynomiales qui décrivent des interdépendances entre les paramètres d'entrée et les réponses du rendement. Les résultats traités d'une manière statistiques sont très intéressants et permettent enfin de déterminer les conditions optimales pour un rendement maximal d'extraction.

Mots clés : extraction, naphtalène, fuel-oil, plan d'expérience, surface de réponse,

NUCLEOPHILIC ADDITION-CYCLIZATION REACTIONS ON 7-DIETHYLAMINO, 3-CYANOIMINOCOUMARIN

Leila BENMAKTOUF, Houcine AMMAR, Souhir ABID, Rachid EL GHARBI

Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, Tunisie

The synthesis and reactivity of 2-iminocoumarins have been studied intensively in the past decade. These compounds are readily recyclized by various nucleophilic reagents to give fused heterocyclic ring systems which are biologically interesting compounds with antibacterial activities, antifungal activities, antitumor activity and hypotensive effect.

As a continuation of our investigation on the recyclization of 3-cyanoiminocoumarins, we report here our recent work on the synthesis of new family of fused heterocyclic compounds using nucleophilic addition-cyclization reaction on 7-diethylamino, 3-cyanoiminocoumarin:

A proposed mechanism with the supporting experimental data is presented. The structures of these compounds have been established through use of FTIR ¹H, ¹³C NMR (1D and 2D) and mass spectroscopy.

Structure of New Phenolic derivatives from the Tunisian Salsola tetrandra Folsk.

<u>Ahlem BEYAOUI</u>, Hatem GHOUILA, Téthi HOSNI, M. Habib OUASLATI, Hichem BEN JANNET and Zine MIGHRI

Laboratoire de Chimie des SubstancesNaturelles et de Synthèse Organique (99/UR/12-26), Faculté des Sciences de Monastir, 5019, Monastir, Tunisia.

The genus *Salsola* belongs to the Chenopodiaceae family, which consists of some 100 species which are widespread throughout Asia, Europe, and Africa. Several species were used in folk medicine to treat hypotension and ringworm [1]. Currently, there is a considerable interest in the chemistry of *Salsola* species which have not extensively or not yet been studied. In this context, the Tunisian *S. tetrandra* was the subject of our research. Earlier investigations in our laboratory on this species afforded several compounds such as a new norisoprenoid [2], *N-trans*-feruloyltyramine and *N-trans*-feruloyloctopamine (amides) [2] as well as cleomiscosin (coumarin) [3] and taxiphyllin (cyanogenic derivative) [3]. The ethyl acetate extract of the roots was the subject of many successive chromatographic separations yielding two new phenolic derivatives 1 and 2. All the structures were elucidated by extensive spectroscopic studies including 1D and 2D NMR experiments (¹H-¹H COSY, CHcorr, HMBC and NOESY) and mass spectrometry analysis.

References:

- [1] E. le floc'h. Contribution à l'étude ethnobotanique de la flore Tunisienne, Publications Scientifiques Tunisiennes, Imprimerie Officielle de la République Tunisienne, Tunis, 1983, 82-83.
- [2] M. H. Ouaslati, H. Ben jannet, et Z. Mighri, J. Chriaa and P. Abreu, J. Nat. Prod., 2006, 69, 1366. [3] M. H. Ouaslati, H. Ben jannet, P. Abreu et Z. Mighri, J. Soc. Alg. Chim., 2004, 14(2), 181-187.

ETUDE DE L'EFFET DES DIFFERENTS SELS SUR LA CINETIQUE D'OXYDATION DU COLORANT CATIONIQUE « ACID YELLOW 99 » EN MILIEUX AQUEUX

C. Bouasla; M.E.H Samar., M.S.Lachgar, F. Ismail Laboratoire Génie de l'Environnement, Département de Génie des Procédés, Université Badji-Mokhtar, Annaba,

Email: <u>ca.bouasla@yahoo.fr</u>

Résumé

Le traitement des eaux colorées posent un problème sérieux, car ils contiennent des matières organiques dissoutes non dégradables par la nature, de même que les caractéristiques de ces eaux tel que le pH élevé, le rapport DCO/DBO élevé, ainsi que la présence de certains sels tel que les chlorures, les sulfates et les sels des métaux (MgSO₄, ZnSO₄ etc.) rendent le traitement inefficace. Le procédé Fenton est un procédé très performant pour dégrader les colorants contenus dans les eaux de rejets industriels. Dans notre travail nous avons essayé de mettre en évidence l'influence des sels, qui sont généralement présent dans les eaux de rejet sur l'efficacité du procédé. Pour cela nous avons étudié la cinétique de dégradation du colorant l'acid yellow 99 en présence des chlorures, des sulfates etc., pris à différentes concentrations. Les résultats obtenus nous en permis d'établir un classement des efficacités de dégradation du colorant en fonction du sel présent. De même de classer les constantes de vitesses apparentes en fonction des sels utilisés.

Mots clés: Fenton, oxydation, acid yellow.

HEMISYNTHESE D'ALCALOIDES BIS-INDOLIQUES

A. BOUAZIZ, R. JARRAYA et M. DAMAK

Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles, Faculté des Sciences de Sfax B.P 1171, 3000 Sfax (Tunisie)

Suite aux travaux antérieurs entrepris dans notre laboratoire dans le domaine des alcaloïdes et dans l'espoir de découvrir de nouvelles substances anti-tumorales actives, sélectives et non toxiques, nous avons effectué l'hémisynthèse de quelques alcaloïdes bis-indoliques en utilisant des précurseurs végétaux.

Les alcaloïdes pris comme réactifs de départ sont l'ibogaïne $\underline{\mathbf{1}}$, la vobasine $\underline{\mathbf{2}}$, la tabernaemontanine $\underline{\mathbf{3}}$ et la drégamine $\underline{\mathbf{4}}$. Ces alcaloïdes ont servi pour la préparation de l'entité nucléophile par méthylation de l'ibogaïne par le formol et par l'iodure de méthyle.

Les entités électrophiles ont été préparées par réduction de la vobasine, de la tabernaemontanine et de la drégamine par le borohydrure de sodium. Leurs études structurales ont conduit à les identifier respectivement au vobasinol, au tabernaemontaninol et au drégaminol.

Dans la partie Hémisynthèse d'alcaloïdes bis-indoliques, nous avons réalisé quatre réactions de couplage entre l'ibogaïne et le drégaminol, la Na-méthylibogaïne et le drégaminol, la Na-méthylibogaïne et le tabernaemontaninol et la Na-méthylibogaïne et le vobasinol.

L'étude structurale des différents produits obtenus a permis d'identifier trois nouveaux dimères **6. 7** et **8** à côté du premier **5**, déjà décrit dans la littérature, présentant une activité anticancéreuse. Les activités biologiques des produits ainsi préparés seront testées et comparées à celles des alcaloïdes de départ.

1: Ibogaïne

<u>2</u>: R = éthylidène, Vobasine

 $\underline{3}$: R = β -éthyle, Tabernaemontanine

4 : $R = \alpha$ - éthyle, Drégamine

$$\begin{array}{c} \underline{\mathbf{5}} : R_1 = \beta \text{-\'ethyle} \\ \underline{\mathbf{6}} : R_1 = \beta \text{-\'ethyle} \\ \underline{\mathbf{6}} : R_1 = \beta \text{-\'ethyle} \\ \underline{\mathbf{R}}_1 = \beta \text{-\'ethyle} \\ \underline{\mathbf{7}} : R_1 = \alpha \text{-\'ethyle} \\ \underline{\mathbf{8}} : R_1 = \text{\'ethylid\`ene} \end{array}$$

COMPLEXES DU CATION Cd²⁺ PAR LES LIGANDS n-Bu₃P(E) (E= S, Se): SYNTHESE ET CARACTERISATION PAR RMN MULTINUCLEAIRE (¹H, ¹³C, ³¹P, ¹¹³Cd) EN SOLUTION

Ines Bouaziz, M. A. K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia et M. R. Khaddar

Laboratoire de Chimie de Coordination, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, El Manarl 2092, Tunis, Tunisie

De nouveaux complexes du cation cadmium avec des ligands du type n-Bu₃P(E) (E =S, Se) ont été synthétisés et caractérisés en solution par RMN multinucléaire (¹H, ¹³C, ³¹P et ¹¹³Cd), par spectroscopie IR, conductimetrie et dans quelques cas par RMN du solide (MAS). Les résultats obtenus montrent la formation des solvates du type CdL₄(ClO₄)₂ pour les sels perchlorates et des adduits du type CdL₂(NO₃)₂ et CdL₂Cl₂ dans le cas des sels nitrates et chlorures. En effet, la structure en solution des complexes étudiés est confirmée par les multiplicités des raies observées en RMN du ¹¹³Cd. Les spectres IR montrent un déplacement de bandes de vibration de P-S et P-Se vers les basses fréquences par rapport à celles du ligand libre [1], confirmant aussi la formation du complexe correspondant. Ces résultats sont comparés à ceux obtenus pour les complexes homologues contenant les ligands (Me₂N)₃P(E) [2,3].

Références

- [1] N.M. Karayannis, C.M. Mikuiski, L.L. Pytlewski, Inorg. Chim. Acta, 69-105 (1971).
- [2] K. Alouani, M.R. Khaddar, L. Rodehuser, P.R. Rubini, J.J. Delpuech, Polyhedron, 4, 643 (1985).
- [3] M.T. Ben Dhia, M.A.M.K. Sanhoury, M.C. Zenati, M.R. Khaddar, Phosphorus Sulfur Silicon, (2008) sous presse.

CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES MATERIAUX NON FERREUX

I. BOUDABBOUS^{1,2}, J. KASPEREK², N. BELLAKHAL³, B. HANNOYER²

- 1) Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie.
- 2) Groupe de Physique des Matériaux, UMR 6634 CNRS, UFR Sciences et techniques, Université de Rouen, BP 12, 76801 Saint Etienne du Rouvray Cedex, France.
- 3) Département de Chimie et de Biologie Appliquées, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie (INSAT), BP 676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.

Les atmosphères confinées telles que celles régnant sous tunnel routier sont caractérisées par une forte pollution d'effluents gazeux et de type particulaire. Ce type d'atmosphère représente deux spécificités : un nouveau paramètre, la présence de particules d'une part, et une forte concentration d'émission automobile d'autre part comparativement à ce qui caractérise les atmosphères plus usuelles, dont l'impact sur la corrosion est méconnu.

L'objectif de l'étude consiste à caractériser le site d'exposition (Tunnel de la Grand'Mare à Rouen - France). Pour cela on a étudié l'évolution de différents paramètres (l'humidité relative, la température et les teneurs en gaz polluants) au cours du temps et on a identifié les produits de corrosion par des analyses de la couche de corrosion de certains métaux purs (cuivre, zinc, laiton et aluminium) réalisées lors de leurs expositions sur les différentes structures (MA, MC, C et DA) durant trois, six et neuf mois. Pour ce faire, on a utilisé comme techniques analytiques la Diffraction des Rayons X (DRX), la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) associée à l'EDS et la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) en mode de réflexion spéculaire (RS16 et RS80) permettant une analyse de surface. Toutes ces techniques présentent l'avantage d'être non destructives et peuvent donc être menées sur un même échantillon.

Le travail effectué et les résultats obtenus constituent les bases des recherches futures à entreprendre en mettant en œuvre des techniques d'analyse destructives, afin de confirmer certaines phases identifiées et de quantifier les produits formés par dissolution de couches.

ETUDE DE COUPLAGE DES POLY (&CAPROLACTONE)S BIODEGRADABLE

Nacer BOUDOUAIA, Lahcen BELARBI, Abderrezzak MESLI*

Laboratoire de Chimie Organique Physique et Macromoléculaire, Département de Chimie Faculté des Sciences Université Djillalil Liabes, BP 89 Cité El Arbi Ben m'hidi Sidi Bel-Abbès Algérie.

boudouaianacer@yahoo.fr

Les polyesters aliphatiques appartiennent à la famille des polymères biodégradables et même bioassimilables car les produits de leur dégradation sont compatibles et métabolisés par l'organisme. La polymérisation par ouverture de cycle ε-caprolactone a été réalisé avec les diacides succinique, adipique et sébacique comme initiateurs, toutefois, la réaction avec l'acide adipique a été faite à plusieurs températures pour pouvoir optimiser les conditions opératoires de ce type de réaction. Les facteurs étudiés pour lesquels nous avons constaté une influence sur le déroulement de la réaction sont : la température, le temps de réaction, la viscosité et le choix de l'initiateur. Toutes nos réactions ont été faites en masse sans catalyseur afin de minimiser les réactions secondaires. L'analyse des prélèvements ainsi que celles des produits finals a montré une bonne réactivité de l'e-caprolactone vis-à-vis des diacides choisis à des temps courts inférieurs à 40 min. Les réactions de trans-estérification ont été confirmées pour des temps de chauffage plus longs. Les spectres de résonance magnétique nucléaire sont en faveur des structures admises. Nous avons étudié le comportement thermique des polycaprolactones biodégradables synthétisés grâce à des mesures de calorimétrie différentielle à balayage. Ces résultats permettront d'augmenter les masses molaires de ces polyesters biodégradables en les faisant réagir avec des coupleurs de chaînes type bisoxazolines, pour améliorer leurs propriétés physico-chimiques, thermiques et mécaniques. Les réactions de polycondensation des polyesters avec les coupleurs de chaînes ont donné des résultats satisfaisants. Les dosages des groupes carboxyles montrent que les polymères finals possèdent des teneurs en groupes carboxyles très faibles. L'étude viscosimétrique a permis de mieux comprendre le comportement de ces polyesteramides en les comparant avec les résultats des polycaprolactones étudiés de la même manière, et de voir l'efficacité des coupleurs de chaînes vis-à-vis ce modèle de synthèse en déterminant parallèlement les masse et les viscosités des pré polymères et des polymères finals. Le couplage a été réalisé sans solvant afin de limiter les réactions parasites et obtenir une vitesse et une application industrielle rentable.

Élimination de la silice par adsorption et coagulation/floculation

W. Bouguerra*, B. Hamrouni

¹ UR, Traitement et Dessalement des Eaux, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 Manar II, Tunisie, Tel/Fax 216 71 871 282 e-mail : bg wided@yahoo.fr

Résumé:

Pour subvenir aux besoins de la population du sud tunisien en eau potable, le dessalement des eaux saumâtres est recommandé. La présence de la silice dans ces eaux peut conduire à des précipitations et des dépôts de silice amorphe et de silicates ayant pour conséquences, pour les installations de dessalement en particulier, l'entartrage des canalisations, le colmatage des membranes et diminution de la performance ce qui nécessite un prétraitement spécifique.

Parmi les procédés de traitement appropriés pour l'élimination de la silice, l'adsorption et la coagulation/floculation font l'objet de cette étude. L'efficacité du prétraitement chimique pour l'élimination de la silice par coagulation par l'alum a été démontrée par des essais standards du simulateur de coagulation et de floculation (Jar Test). Une dose optimale du coagulant de 30 mg/L a été déterminée en étudiant l'effet du coagulant associé à la dose optimale de soude (250 mg/L) préalablement fixée. L'optimisation de l'élimination de la silice a été complétée par une étude de l'effet de l'ajout d'un floculant industriel.

Le pH optimum de l'adsorption de la silice sous sa forme anionique sur l'alumine activée est 8-8,5. Les quantités d'alumine activée pour lesquelles on a un maximum d'élimination ont été déterminées. Les isothermes d'adsorption ont été établies à différentes températures. Les paramètres des équations de Freundlich et Langmuir pour l'adsorption de la silice dissoute sur l'alumine activée déterminés montrent que ce procédé suit bien les modèles proposés. L'étude de la cinétique du procédé d'adsorption a montré que la réaction est probablement d'ordre 2.

La détermination de la concentration de silice résiduelle pour chaque essai est basée sur la mesure de l'absorbance du complexe silicomolybdique jaune, pour des concentrations supérieures à 5 mg.L⁻¹. Ce complexe est réduit en bleu de molybdène pour les teneurs plus faibles.

Mots clé: Silice, Alum, Coagulation, Floculation, Adsorption, Alumine activée.

SYNTHESE PUREMENT REGIOSELECTIVE DE 1,2-AMINOALCOOLS PAR L'INTERMEDIAIRE D'ACIDES DE LEWIS

^aAbbés BOUKHARI, ^aRafika BLIDA, ^bFadhel ISMAIL

email:boukhari a2003@yahoo.fr

a : Laboratoire de synthèse et bio-catalyse organique département de chimie université de Annaba Algérie, b : département de génie des procédés université de Annaba Algérie.

Mots-clés: 1,2-aminoalcools, époxytryrène, benzylméthyl-amine, régioisomère

<u>Résumé</u>: L'ouverture de l'époxystyrène racémique, par une amine primaire, (la (S)-benzylméthyl-amine, est une méthode¹ plus directe que les diverses réductions décrites dans la littérature^{2,3} pour aboutir aux 1,2-aminoalcools. Elle n'est pas totalement dépourvue d'inconvénients puisque, en effet, cette méthode conduit le plus souvent à un mélange de deux régioisomères (schéma).

Ph
$$(R,S)$$
 $+$ H_2N (S) Ph H_2N (S) Ph H_3C (R,S) $($

* benzène, dichlorométhane, chloroforme

En milieu basique (aqueux), le régioisomère le plus prépondérant que l'on prénomme α -O substitué, car il est issu de l'attaque du nucléophile sur le carbone le moins substitué de l'époxyde. Onaka et al⁴ ont utilisé la silice dans le milieu réactionnel et ont pu obtenir la prépondérance de l'autre régioisomère β -O substitué. Nous avons poursuivi ce type de réaction avec l'utilisation d'autres acides de Lewis. L'emploi du chlorure d'aluminium ainsi que de celui du zinc a conduit à l'obtention quasi majoritaire du régioisomère β -O substitué. Nous avons pu réaliser la séparation des deux diastéréoisomères (S,R) et (S,S) par chromatographie sur colonne ouverte. Il faut noter que ces composés sont utilisés comme catalyseurs dans des réductions catalytiques.

Références:

- 1.D. Ladjama, R. Oumeddour, J.SAC, 2(2), 156, 1992.
- 2. Reetz, M. T. Angew. Chem. Int. Ed. Engl. 1991, 30, 1531
- 3. Bergmeier, S. C.; Seth, P. P. J. Org. Chem. 1997, 62, 2671
- 4. Onaka, M.; Kawai, M.; Isuzu, Y. Chem.Lett. 1985,779.

CARACTERISATION STRUCTURALE ET VIBRATIONNELLE DU POLYPHOSPHATE NaSm(PO₃)₄

H. Bouraoui, K. Horchani-Naifer and M. Férid.

Unité de Recherches de Matériaux de Terres Rares, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, B.P. 95 Hammam-Lif, 2050, Tunisie.

Le polyphosphate NaSm(PO₃)₄ est synthétisé, sous forme monocristalline, par la méthode de flux ; ce composé est caractérisé par diffraction RX, spectroscopie d'absorption optique et spectroscopie de vibration IR. L'étude structurale de NaSm(PO₃)₄ a montré que ce polyphosphate cristallise dans le système monoclinique, de groupe d'espace P2₁/n, les paramètres de maille sont : a = 7.1874(3), b = 13.0575(5), c = 9.8392(4) Å, $\beta = 90.558(1)^{\circ}$, Z = 4. L'affinement conduit à un facteur de confiance R(F²) = 0.025 pour 3110 réflexions indépendantes (F₀² $\geq 2\sigma$ (F₀²)). La structure de NaSm(PO₃)₄ est caractérisée par une chaîne hélicoïdale (PO₃)_∞ se développant le long de l'axe a. Les atomes de samarium ont un environnement de 8 oxygènes. Les polyèdres SmO₈ sont isolés les uns des autres, ils ne présentent aucun atome d'oxygène en commun. La distance Sm-Sm la plus courte mesure 5,902 (Å).

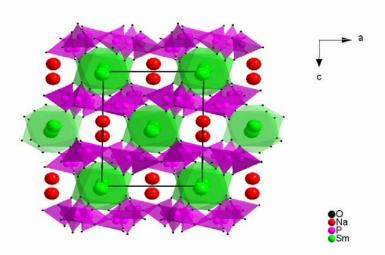


Fig. Projection des tétraèdres PO₄ et des polyèdres SmO₈ dans la structure de NaSm(PO₃)₄.

Nouvelle phase : Na₇Al₃(As₂O₇)₄ étude structurale et simulation des chemins de conduction des cations sodium par le modèle BVS

Noura Fakhar Bourguiba, Najoua Ouerfelli, Mohamed Faouzi Zid & Ahmed Driss

Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, 2092 El Manar, Tunisie

Résumé

Actuellement les sources d'énergie fossile tendent à être substituées par d'autres, notamment l'énergie électrique.

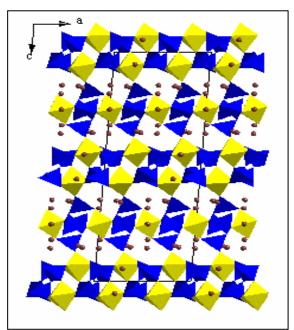
L'objet de cette étude rentre dans le cadre de la recherche de nouveaux matériaux conducteurs. Ils pourront jouer un rôle fondamental dans le domaine des électrolytes solides à titre d'exemple les batteries rechargeables.

Il nous a paru intéressant d'étudier le ternaire $Na_2O-Al_2O_3-As_2O_5$. Nous avons pu ainsi isoler une nouvelle phase de formulation $Na_7Al_3(As_2O_7)_4$ isostructurale aux composés $Na_7Fe_3(As_2O_7)_4$ [1] et $Na_7Fe_3(P_2O_7)_4$ [2].

Ce matériau a été synthétisé sous forme de monocristaux par réaction à l'état solide. L'étude par diffraction des rayons-X sur monocristal, montre que le composé cristallise dans le système monoclinique, groupe C2/c. Les paramètres de maille sont: a=9,800(1)Å; b=8,468(1)Å; c=28,637 (2)Å; $\beta=94,14(1)^\circ$ et V=2370,28(1) Å³. La structure a été résolue et affinée jusqu'aux valeurs finales des facteurs de reliabilité pondéré et non pondéré $wR_2(F^2)=0,077$ et R=0,033.

La charpente anionique de ce matériau est formée par une succession de couches parallèles au plan (001). Chaque couche est constituée d'octaèdres AlO₆ et de groupements diarséniate As₂O₇ partageant des sommets. Deux couches sont connectées par pont Al-O-As, formant une charpente tridimensionnelle possédant des tunnels où logent les cations Na⁺.

Une étude théorique des chemins de conduction favorables des cations par le modèle BVS a été effectuée.



^[1] C. Masquelier & F. d'Yvoir, Acta Cryst.(1990) C46, 1584-1587.

^[2] C. Masquelier & F. d'Yvoir, J. Solid State Chem. (1991) 95, 156-167.

SYNTHÈSES ET RÉACTIVITÉS DE DEUX NOUVELLES OXAZIRIDINES

M. BOUZID, M. KAMMOUN et M. DAMAK

Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles, Faculté des Sciences de Sfax B.P 1171, 3000 Sfax (Tunisie)

Depuis sa découverte en 1956 par Emmons, la fonction oxaziridine a suscité l'intérêt de plusieurs équipes de recherche vu son importance, aussi bien en synthèse organique, que dans le domaine biologique. En effet, les oxaziridines sont utilisés comme étant agent anti-tumoraux et comme analogues de la pénicilline.

Une des propriétés usuelles des oxaziridines est de réagir comme agents d'amination ou d'oxygénation vis-à-vis des nucléophiles et comme précurseurs pour la formation des sels d'oxaziridinium.

Nous présentons dans ce travail, la synthèse de deux nouvelles oxaziridines <u>1</u> et <u>2</u> de la famille isoquinoléine. Nous exploitons par la suite leurs réactivités en tant que réactifs de transfert d'oxygène électrophile ainsi que leurs réactions d'isomérisation.

$$O_2N$$
 1
 2

Contribution à l'étude physicochimique et biologique d'une plante halophile « Salicornia europeae »

N. Bouzouita, F. Kachouri, I. Essaidi, M. M. Chaabouni

Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis 58, Avenue Alain Savary, Tunis El Khadra 1003

RESUME

L'étude physicochimique et biologique de la plante halophile « *Salicornia europeae* » a aboutit aux résultats suivants : un taux des cendres de 81g/Kg, un taux de protéines qui est de l'ordre de 221g/kg, un pouvoir calorifique de 4,4 Kcal/g, une richesse en sodium de 41%, une dominance d'acide linoléique à raison de 57%, un taux de phénols totaux de 56 mg équivalent acide gallique/g.

L'étude de l'activité antioxydante par la méthode de la co-oxydation du système β-carotène-acide linoléique et le test anti-radicalaire sur DPPH ont aboutit respectivement à une activité antioxydante de 37,4% et une concentration efficace inhibitrice CE50 de l'ordre de 0,043 mg/ml.

L'activité antimicrobienne de l'extrait éthanolique de salicorne est testée sur quatre bactéries Gram négatives (*Escherichia coli, Klebsiella pneumonia, Salmonella enteritidis et Pseudomonas aeruginosa*), deux bactéries Gram positives (*Staphylococcus aureus et Streptococcus. A*) et deux espèces fongiques (*Candida ciferri* et *Geotrichum candidum*) moyennant deux méthodes, la diffusion sur milieu gélosé et la détermination de la concentration inhibitrice minimale (CMI). Le taux d'inhibition est de 94,5% pour *Geotrichum candidum*.

Mots clés: plante halophile, extrait éthanolique, l'activité antioxydante, l'activité antimicrobienne.

SYNTHESE ET ETUDE STRUCTURALE D'UN NOUVEL ORGANOSILICOTUNGSTATE

Sana CHAALIA, Brahim AYED, Amor HADDAD

Laboratoire des matériaux et cristallochimie, Faculté des Sciences de Monastir Boulevard de l'environnement, 5019, Monastir TUNISIE

Depuis la découverte du premier polyoxométallate (POM) par Berzelius en 1862, la chimie des polyoxoanions s'est largement développée. Ces composés présentent des structures et des caractéristiques très remarquables. Ce travail a pour but d'approfondir les travaux dans ce domaine. Il s'agit d'une tentative d'incorporation du tetrabutylammonium à un silicotungstate.

L'investigation du système $C_4H_8N-SiO_2-WO_3$ contribue à la synthèse d'un nouvel organosilicotungstate. Sa caractérisation par diffraction des rayons X montre qu'il cristallise dans le système monoclinique et le groupe d'espace $P2_1/c$ avec les paramètres suivants : $a=11,493\text{\AA}$; $b=21,987\text{\AA}$; $c=22,382\text{\AA}$; $\beta=104,66^\circ$.

L'arrangement atomique peut être décrit par une organisation en couche des hétéropolyoxoanions de type α-Keggin [SiW₁₂O₄₀]⁴⁻. Chacun de ces derniers est formé d'un tétraèdre central SiO₄ entouré par quatre trimères W₃O₁₃ partageant leurs sommets. Cet assemblage résulte de l'association de trois octaèdres WO₆ qui mettent en commun leurs arêtes. Les ammoniums organiques se trouvent dans l'espace inter-couches et connectent ces différentes couches via des interactions électrostatiques et des liaisons hydrogène de type N-H...O pour créer un réseau tridimensionnel (figure). Une étude complémentaire par spectroscopie d'absorption infrarouge a été réalisée.

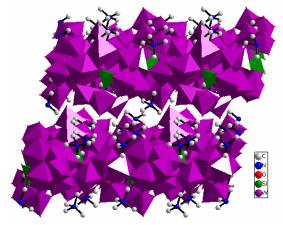


Figure : Représentation de l'arrangement atomique dans le cristal

_

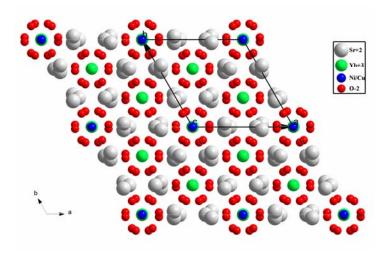
¹ J. Berzelius, Pogg. Ann. 1826, 6, 369.

STRUCTURAL STUDIES OF A NEW OXIDE TYPE K₄PtCl₆: YbSr₃Ni_{0.8}Cu_{0.2}O₆

Hanen Chaker¹; Monica Ceretti² and Rached Ben Hassen¹

- 1 : Unité de Recherche de Chimie des Matériaux, ISSBAT, Université de Tunis ElManar 9, Avenue Dr. Zoheir Safi, 1006 Tunis, Tunisia
- 2 : Laboratoire de Chimie du Solide et Inorganique Moléculaire, CNRS-Université de Rennes 1, Institut de Chimie de Rennes, Avenue du Général Leclerc 35042 Rennes Cedex, France.

An investigation of the YbSr₃Ni_{1-x}Cu_xO₆ system has shown that no phases crystallise with a K₂NiF₄-type structure for reaction temperature up to 1150°C but a new phase is formed. Rietveld refinement using powder X-ray diffraction data shows that YbSr₃Ni_{0.8}Cu_{0.2}O₆ compound adopts a rhombohedral K₄PtCl₆-type structure. The lattice parameters are found to be $\bf a=9.7151(3)$ Å and $\bf c=11.214(2)$ Å. For X-ray data R_F = 4.6 %, R_P = 2.4 % and 2 = 1.91. The effect of Cu²⁺ incorporation on the structural and magnetic properties of YbSr₃Ni_{0.8}Cu_{0.2}O₆ compound are discussed in terms of Jahn-Teller distortion of the (Ni/Cu)O₆ octahedra and mixed valence character of copper. Magnetic susceptibility data for YbSr₃Ni_{0.8}Cu_{0.2}O₆ between 100 and 300 K show Curie-Weiss behaviour at higher temperature, characteristic of Yb³⁺ and low spin Ni³⁺ cations with overall μ_{eff} = 4.64 μ_{B} and θ = -75.8 K. This negative value of θ may be due to antiferromagnetic interaction between (Ni/Cu)YbO₆ chains.



ACTION DU REACTIF DE LAWESSON SUR LES HYDRAZONES DE CETOESTERS: SYNTHESE DE NOUVEAUX DERIVES DE LA Δ^5 -3-THIOXO-1,2,3-DIAZAPHOSPHOLINE

Emna CHEBIL et Soufiane TOUIL

Laboratoire de Synthèse et Réactivité Organiques, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna (Tunisie).

L'action du réactif de Lawesson sur les hydrazones de cétoesters $\underline{1}$, réalisée dans le toluène, à 80°C, conduit suivant la nature des substituants des carbones en α , α' de l'insaturation C=N, soit à une diazaphospholine $\underline{2}$, soit à un mélange de deux diazaphospholines isomères ($\underline{2} + \underline{2}$ '). Le rendement global de la réaction est de l'ordre de 70%. Il faut noter à cet égard que lorsque l'hydrazone comporte le motif –CH₂-C(=N-NHPh)-CH₃, la réaction fournit un mélange de deux diazaphospholines isomers ($\underline{2} + \underline{2}$ ') dans les proportions 2/3, la diazaphospholine $\underline{2}$ ' étant majoritaire. Ce résultat peut être rationalisé en tenant compte du fait que la fonction ester, par son effet inductif attracteur, exalte la réactivité du carbone qui lui est adjacent (Schéma 1).

$$CH_{3} - C - (CH_{2}) - C - OEt$$

$$CH_{3} - C - (CH_{2}) - C - OEt$$

$$RL$$

$$NHPh$$

$$CH_{3} - C - (CH_{2}) - C - OEt$$

$$CH_{3} - C - (CH_{2}) - C - OEt$$

$$CH_{3} - C - (CH_{2}) - C - OEt$$

$$CH_{3} - C - (CH_{2}) - C - OEt$$

$$CH_{3} - C - OET$$

$$CH_{$$

SCHEMA 1

ACTION DE F-ALKYLTHIOPHENYLALCOOLS SUR LES ISOCYANATES

I. CHEHIDI, H. ZOGHLAMI et A.BAKLOUTI

Laboratoire de chimie structurale organique, Faculté des sciences de Tunis, Campus Universitaire, El MANAR, 2092 Tunis, Tunisie.

RESUME

Une série de carbamates fonctionnels diversement substitués sur l'azote a été synthétisée par action de 1-*F*-alkyl-2-thiophényléthanols sur des isocyanates simples ou aroxysulfonylés et sur le chlorosulfonylisocyanate. La réaction qui fournit les carbamates *N*-substitués correspondants avec de bons rendements a lieu dans le dichlorométhane anhydre, à la température ambiante et sous atmosphère d'azote¹.

[1]. <u>I. Chehidi</u>, H. Zoghlami et A.Baklouti, Phosphorus, sulfur and silicon, 183, 183 (2008).

Synthèse et Caractérisation d'une série de cyclotriphosphates de terres rares et de sodium Na₃Ln(P₃O₉)₂.9H₂O

F. Chehimi-Moumen¹, M. Férid², M. Trabelsi-Ayadi¹

¹LACReSNE Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna, Bizerte, Tunisie.

Les phosphates de terres rares ont suscité l'intérêt de plusieurs laboratoires de recherche vue les propriétés intéressantes que présentent certains d'entre eux [1,2].

Dans le cadre de la recherche de nouveaux composés pouvant présenter de bonnes propriétés optiques, une série de cyclotriphosphates de terres rares et de sodium de formulation Na₃Ln(P₃O₉)₂.9H₂O (Ln = Gd, Dy) est synthétisée et caractérisée par différentes techniques.

Les résultats de la diffraction des rayons X montrent que ces phosphates sont iso structuraux ; ils cristallisent dans le groupe d'espace trigonal, de groupe d'espace R-3c. L'arrangement atomique est construit par des anions cycliques $(P_3O_9)^{3-}$, localisés autour des axes ternaires et reliés entre eux par l'intermédiaire des polyèdres de coordination du sodium et de Ln. Les neuf molécules d'eaux d'hydratations localisées dans cette structure participent toutes aux polyèdres de coordination des cations.

L'étude de ces composés par spectroscopie de vibration IR et Raman a permis de confirmer l'existence des anions cycliques $(P_3O_9)^{3-}$ et des molécules d'eau de cristallisation.

L'étude de leurs comportements thermiques a été réalisée par différentes méthodes d'analyse thermique et sous différentes conditions expérimentales dans le but de chercher les conditions optimales d'obtention de cyclotriphosphates anhydres pouvant présenter des propriétés optiques intéressantes.

Références

- [1] Mahiou, R., Metin, J., Fournier, M. T., Cousseins, J. C., Mater. Res. Bull., 23 (1988) 1389
- [2] R. Ternane, M. Férid, Y. Guyot, M.Trabelsi-Ayadi, G. Boulon, Journal of Alloys and Compounds **464** (2008) 327.

² Unité des Matériaux de Terres Rares, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, BP 95, 2050 Hammam-Lif, Tunisie

SYNTHESE ET ETUDE DES PROPRIETES OPTIQUES DE NOUVEAUX COPOLYMERES DERIVES DU POLYPARAPHENYLENE

Mejed CHEMLI ^a, A. HAJ SAÏD ^a, M. MAJDOUB ^a, J.-L.FAVE, ^b C. BARTHOU ^b

^a Laboratoire des Polymères-Biopolymères-Matériaux Organiques (LPBMO), Faculté des Sciences de Monastir, Bd. De l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie ^b Institut des NanoSciences de Paris (INSP), Université Paris 6 et 7 et CNRS,140 rue de Lourmel, 75015 Paris, France

Les polymères conjugués forment une classe de matériaux organiques possédant des propriétés rhéologiques des polymères (plasticité, flexibilité, légèreté, facilité de mise en œuvre, ...) et des propriétés des semi-conducteurs électriques. Les polyparaphénylènes (PPP) font partie des polymères conjugués semi-conducteurs les plus prometteurs, et connaissent à ce jour un grand essor du fait de ces remarquables propriétés. C'est pourquoi ils trouvent essentiellement leurs applications dans le domaine de l'opto-électronique. Cette famille de polymères est généralement connue pour son émission dans le bleu. Cependant, il est possible de contrôler cette émission en modulant l'énergie de gap par incorporation de groupements latéraux de différentes natures.

Dans cette perspective, le présent travail décrit la synthèse et les propriétés d'une série de nouveaux copolymères dérivés du PPP :

$$\mathbf{Ar}: \qquad \stackrel{\sim}{\longrightarrow} \stackrel{\circ}{\circ} \qquad \stackrel{\sim}{\longrightarrow} \stackrel{\circ}{\circ} \qquad \stackrel{\sim}{\longrightarrow} \qquad$$

Les copolymères étudiés ont été obtenus via une modification chimique d'un polymère précurseur à chaîne pendante fonctionnalisée, lui même synthétisé par le couplage de Yamamoto. La caractérisation par spectroscopie UV-visible des films de ces copolymères montre des maxima d'absorption compris entre 303 et 331 nm. Leurs gaps optiques varient de 3,05 à 3,2 eV ce qui permet de classer ces matériaux comme étant des semi-conducteurs organiques. Ces matériaux sont photoluminescents et présentent une émission dans le vert et le jaune selon la nature de la chaîne latérale.

 Mots $\mathit{clés}$: polyparaphénylène, semi-conducteur organique, photoluminescence, modulation de gap.

¹ M. Dekker, *Handbook of conducting polymers, Second Edition*, **1998**, New York

² T. Yamamoto, A. Morita, Y. Miyazaki, T. Maruyama, H. Wakayama, Z. Zhou, Y. Nakamura, T. Kanbara; *Macromolecules*, **1992**, 25, 1214-1223

EVALUATION DU POUVOIR ANTIRADICALAIRE DE CINQ FRUITS ET LEGUMES TUNISIENS PAR LE RADICAL DPPH°

J.K. Chérif (a,b); I. M'Rabet (a); N. Fethi (a); S. Jemei (a) et M. Trabelsi-Ayadi (b) E-Mail: cherif_j2000@yahoo.fr

(a) Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources Naturelles et à l'Environnement (LACReSNE), Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna-Bizerte, Tunisie.
(b) Institut Préparatoire aux Études d'Ingénieurs de Tunis (IPEIT), 1008 Tunis—Tunisie.

Les antioxydants que l'on trouve dans les fruits et légumes sont des micronutriments qui contribuent à bloquer les attaques des radicaux libres. Ces derniers sont des molécules instables qui dégradent les constituants des cellules (protéines, lipides, ADN). Ils accélèrent le processus de vieillissement et sont à l'origine de certaines maladies chroniques ¹⁻². En neutralisant les radicaux libres, les antioxydants sont nos meilleurs alliés pour rester jeune et en bonne santé plus longtemps.

Ce travail s'est intéressés à la teneur en antioxydants (polyphénols, caroténoïdes et vitamines C) et à la mesure du pouvoir antiradicalaire de quatre fruits : raisin, oranges "Citrus Sinensis", tomates "Lycopersicum esculentum" et figues de barbaries "Opuntia ficus indica"

Les teneurs en polyphénols totaux, déterminées selon la méthode de Podsedek et al et utilisant le réactif de Folin- Ciocalteu, montrent une concentration des polyphénols dans les peaux et les pelures des fruits (figues de barbarie : pulpes 30,71mg EAG /100g ; pelures: 66,23 mg EAG/100g); (140 et 262 mg EAG/100g) respectivement pour les jus et les peaux d'orange La détermination des teneurs en caroténoïdes totaux (méthode de Roussef et al), montre que les conserves de tomate sont les plus riches en ce pigment : (3,36, 4,51 et 28,77 EβC /100 g) respectivement dans les jus, les déchets(graines + peaux) et les conserves de tomate; (4,02 et 0,65 mgE\u00e3C/100g) respectivement pour les pelures et pulpe des figues de barbarie et une teneurs variant de 0,25 à 1,70 mg EβC /100g pour les jus de raisin. Le lycopène majeur caroténoïde de la tomate présente une teneur moyenne variant entre 10 à 14 mg/100g MF pour les jus. Le dosage de la vitamine C est basé sur une réaction d'oxydo réduction entre la vitamine C et l'iode introduit en excès. Les jus d'oranges sont les plus concentrés en vitamine C (48 à 67 mg/ 100g MF), Le pouvoir antiradicalaire des différents échantillons a été évalué en suivant l'évolution en fonction du temps de la disparition du radical DPPH par spectroscopie UV-visible à 515 nm. La détermination du V₅₀ (volume nécessaire pour inhiber 50% des radicaux de DPPH[•]) et du pourcentage d'inhibition du radical DPPH ont permis de comparer le pouvoir antiradicalaire des différents fruits. Les raisins présentent le V₅₀ le plus faible (0,025 ml) ont le pouvoir antioxydant le plus élevé.

<u>Mots clés</u>: Oranges, raisins, tomates, figues de barbaries, antioxydants, polyphénols, caroténoides, vitamine C, radical DPPH, pouvoir antiradicalaire

Bibliographie

- ¹ K. A. Steinmetz, J. D. Potter. *Vegetables, Fruit and Cancer Prevention: a Review.* J. Am. Diet. Assoc. 53, 1996; 536-543.
- ² S. Sasazuki. Case-Control Study of Nonfatal Myocardial Infarction in Relation to Selected Foods in Japanese Men and Women. Jpn. Circ. J.65, 2001; 200–206.

ETUDE ENERGETIQUE D'UNE UNITE DE PRODUCTION DES GPL

F. Chouaibi, A. Rekik, N. Hajji et M. R. Jeday

Unité de recherche 'Energétique et Environnement' ENIG, Rue Omar Ibn El Khattab - 6029 Gabès – Tunisie

Ce travail est consacré à l'étude énergétique d'une nouvelle unité de production des GPL. Cette unité a été simulée à l'aide du logiciel Aspen Plus et les résultats de simulation ont été exploités pour analyser ses performances énergétiques et les comparer à celles de l'ancienne unité de production. L'étude énergétique a été réalisée en se basant sur l'analyse exergétique et la méthode de pincement thermique.

L'unité étudiée assure la production des GPL à partir d'une charge provenant de différents gisements gaziers. Elle comprend essentiellement trois colonnes de distillation, à savoir le dééthaniseur qui donne le gaz combustible, le dépropaniseur qui permet de récupérer le propane et le débutaniseur qui sépare le butane de la gazoline. L'utilité chaude, fournie par une chaudière à huile, est utilisée essentiellement au niveau des rebouilleurs des colonnes de distillation. L'utilité froide est consommée principalement au niveau des condenseurs de ces colonnes ainsi que des réfrigérants assurant le refroidissement des produits finis avant stockage.

Les résultats de cette étude montrent que le pincement thermique de l'unité est de 15°C environ. Cette valeur est proche de l'optimum qui est de l'ordre de 10°C pour ce type de procédés. Les consommations d'utilité chaude et froide sont proches des valeurs optimales qui sont respectivement de 6,6 et 7,1 MW. En outre, la configuration actuelle du train d'échange n'a pas présenté d'anomalie significative ce qui veut dire qu'elle peut être gardée comme elle est.

D'autre part, les résultats de l'analyse exergétique ont montré l'importance des changements apportés à la nouvelle unité par rapport à l'ancienne. En effet, une nette réduction de la dégradation de l'énergie a été obtenue suite à ces changements.

SYNTHESE ET CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE D'UN NOUVEL OXYDE DE NEODYME NICKEL

M. Halouani^{a, b}, L. Ktari ^a, M. Dammak ^{a*}, W. Paulus^b and T. Mhiri^a

a- Laboratoire de l'Etat Solide (LES), Faculté des Sciences de Sfax, 3000 Sfax, Tunisia.
 b- Laboratoire de Matériaux Inorganiques : Chimie Douce et Réactivité, Rennes France.
 * Email: meddammak@yahoo.fr

Les composés R_2NiO_4 (R = atome de terre rare) ont une structure orthorhombique à température ambiante, avec une coordination octaédrique pour les atomes de Ni. Le nickelate $Nd_2NiO_{4+\delta}$, conducteur mixte, est étudié pour la réalisation d'une nouvelle cellule symétrique anodique. Les piles à combustible de type SOFC avec leur température de fonctionnement élevée présentent l'avantage de pouvoir utiliser directement le gaz naturel. Cependant, le matériau d'anode classiquement utilisé, nécessite l'emploi de fortes quantités de vapeur d'eau afin d'éviter le craquage des hydrocarbures.

L'échantillon polycristallin de $Nd_2NiO_{4,199}$ a été synthétisé par chauffage, à haute température, à partir d'un mélange équimolaire de l'oxyde de nickel (NiO) et l'oxyde de néodyme (Nd_2O_3) selon la réaction : Nd_2O_3+NiO \longrightarrow $Nd_2NiO_{4+\delta}$

Les méthodes de synthèse utilisées nous ont permis d'obtenir sous forme de poudre fine une nouvelle phase dont la composition chimique a été vérifiée par diffraction des rayons X à température ambiante et diffraction des neutrons. Une étude radiocristallographique par diffraction des rayons x sur poudre faite à différentes températures montre que la cristallinité parfaite est observée à la température 1210°C. D'autre part des monocristaux de Nd₂NiO_{4,199} ont été synthétisés en utilisant la méthode de la zone fondue dans un four à image.

La structure de $Nd_2NiO_{4,199}$ a été affinée, dans le système orthorhombique Fmmm, jusqu'à des facteurs de reliabilité assez satisfaisants. L'arrangement structural est formé d'octaèdres NiO_6 et de cations Nd^{3+} disposés selon différents plans.

OPTIMISATION DE LA CONSOMMATION DU GAZ NATUREL DANS UNE UNITE DE SECHAGE DU DAP

A. Dhahri, B.Issaoui, N.Khmiri et N.Hajji

Unité de recherche 'Energétique et Environnement' ENIG, Rue Omar Ibn El Khattab - 6029 Gabès – Tunisie

Le présent travail est consacré à l'optimisation de la consommation du gaz naturel dans une unité industrielle de séchage du diammonium phosphate (DAP). Cette unité a été simulée à l'aide du logiciel ASPEN PLUS et les résultats obtenus ont été utilisés pour étudier ses performances énergétiques et proposer des solutions permettant de les améliorer.

L'opération de séchage est assurée par un séchoir rotatif légèrement incliné utilisant de l'air chauffé par combustion dans un brûleur à gaz. Elle se fait à co-courant ; l'air entrant dans le séchoir à 200°C et sortant à 100°C environ.

Pour réduire la consommation du gaz, nous avons proposé dans un premier temps l'installation d'un échangeur permettant de récupérer une partie de la chaleur contenue dans l'air sortant. Ensuite, nous avons étudié la possibilité de production d'énergie électrique en remplaçant le brûleur par une turbine à gaz. La dernière solution étudiée consiste au recyclage de l'air sortant en le mélangeant directement avec l'air entrant. Contrairement aux deux premières solutions, celle-ci peut entrainer une augmentation sensible de l'humidité du DAP produit.

L'étude technico-économique des solutions proposées a montré que la dernière est la plus rentable. En effet, elle nécessite de faibles investissements avec un temps de retour qui est de l'ordre d'un an seulement.

ETUDE DE L'INFLUENCE DES SOLVANTS ORGANIQUES SUR L'ACTIVITE LIPASIQUE DANS DES REACTIONS D'ALCOOLYSE

F. BENAMIA^a, Z. DJEGHABA^a, A. TAHAR^b

Université Badji Mokhtar de Annaba ^aLaboratoire de Chimie Organique Appliquée ^bLaboratoire de Biostatistique

L'utilisation des enzymes en général et des lipases (EC 3.1.1.3) en particulier en chimie organique est maintenant bien établie, et les biotransformations sont devenues actuellement parmi les méthodologies auxquelles fait appel le chimiste pour accéder à de nombreux composés relevant de domaines aussi variés que ceux de la chimie fine, des médicaments, de la cosmétologie et de l'industrie agroalimentaire.

Il a été montré que c'est au niveau l'interface phase organique (contenant le substrat)/phase aqueuse (contenant l'enzyme) que la lipase est plus active et que l'acte catalytique se produit. Cette interface, qui est inévitablement affectée par la nature de la phase organique, a une grande influence sur les performances catalytiques de l'enzyme. De nombreux travaux ont montré que la présence d'un solvant organique dans le milieu réactionnel influe sur l'activité et sur la sélectivité des lipases.

Ce travail est consacré à la description de la relation « nature du solvant-activité enzymatique », dans des réactions d'alcoolyse d'esters, par une approche multiparamétrique quant à la nature des solvants, en faisant appel aux méthodes de modélisation statistique.

L'alcoolyse de trois esters, butyrate d'éthyle, acrylate d'éthyle et acétoacétate d'éthyle, a été réalisée dans 25 solvants organiques différents et catalysée par chacune des deux lipases suivantes : *Candida rugosa* et *Candida antarctica* B.

Les modèles calculés pour les deux lipases s'expriment à travers deux paramètres physico-chimiques des solvants, LogP et l'indice de réfraction n_D . Ils montrent que l'action du solvant se situe à deux niveaux pour expliquer la réduction de l'activité du biocatalyseur: au niveau de l'enzyme, par diffusion de l'eau maintenant la conformation active de la protéine (solvants hydrophiles, faibles valeurs de logP) et au niveau du substrat, par sa stabilisation par solvatation et augmentation de l'énergie d'activation (fortes valeurs de n_D).

OXYDATION ELECTROCHIMIQUE DE L'ACIDE SYRINGIQUE SUR DES OXYDES D'OR EN MILIEU AQUEUX

O. Dridi, S. Kallel. Trabelsi et R. Abdelhèdi

UR Electrochimie et Environnement, Ecole Nationnal d'Ingénieurs de Sfax, BPW, 3038 Sfax, Tunisie

Résumé:

Les composés phénoliques sont des composés bioréfractaires souvent rencontrés dans les effluents provenant de diverses activités industrielles telles que les eaux provenant de l'extraction de l'huile d'olive. Dans le présent travail, l'acide syringique est considéré comme molécule modèle en vue de tester les techniques électrochimiques pour la dépollution des eaux résiduaires contenant les composés phénoliques. Le développement de ces techniques nécessite une étude préalable de la cinétique et du mécanisme de l'oxydation électrochimique de ce composé que nous avons développé dans ce travail.

L'oxydation électrochimique de l'acide syringique en solution aqueuse est étudiée par voltammétrie cyclique sur un disque d'or recouvert d'une couche de ses oxydes. L'allure du voltammograme cyclique a été étudiée en fonction de différents paramètres expérimentaux tels que la concentration initiale de l'acide syringique, la vitesse de balayage du potentiel, la charge de réduction de la couche d'oxydes d'or et la nature du solvant. Les résultats obtenus nous ont permis de proposer un mécanisme d'oxydation électrochimique de l'acide syringique.

INFLUENCE DU SOLVANT SUR LA REACTIVITE DU 2,4,6-TRIS(TRIFLUOROMETHYLSULFONYL) ANISOLE

N. El Guesmi, a T. Boubaker et R. Goumont b

 ^a Unité de Recherche de Chimie Théorique et Réactivité, Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie
 ^b Laboratoire I.R.E.M, Institut Lavoisier-Franklin, Université de Versailles, 45, Avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles Cedex, France

Dans le cadre de notre contribution à l'étude de la réactivité des composés électrodéficient qui sont les triflones aromatiques, 1,2 nous avons réalisé récemment une étude cinétique complète de l'interaction du 2,4,6-tris(trifluoromethysulfonyl)anisole 1 avec une série d'anilines 4-X-substituées 2a-e dans l'acetonitrile à 25 °C. Les résultats obtenus ont permis de suggérer un mécanisme S_NAr de type addition-élimination dont l'étape déterminante est l'attaque de l'aniline (Schéma 1). 1

Nous présentant dans ce travail, l'étude cinétique de la même réaction dans le dimethylsulfoxyde (DMSO) à 25 °C. Une réponse anormale de la constante de vitesse d'addition (k_1) aux changements de basicité (pK_a) des aniline (X donneur) a été mise en évidence, avec un coefficient de Bronsted $\square_{nuc} = 1,26$. Nous avons avancé l'hypothèse que les réactions mises en jeu ne se déroulaient pas suivant un mécanisme de substitutions nucléophiles aromatiques classique mais selon un mécanisme SET (Single Electron Transfer) (Schéma 2).

[1]N. El Guesmi, R. Goumont et T. Boubaker. *J. Soc. Chim.Tun.*, **2007**, 9, 97-107. [2]N. El Guesmi, T. Boubaker, R. Goumont et F. Terrier. Org. Biomol. Chem., **2008**, 6, 4041-4052.

OPTIMISATION DE L'ANALYSE DE L'ETAIN DANS LES ALGUES PAR SAA-E

Myriam EL ATI-HELLAL¹, Fayçal HELLAL², Mohamed DACHRAOUI¹, Abdelrazak HEDHILI³

Ce travail a pour objectif de trouver les conditions optimales de prétraitement et d'analyse de l'étain dans les algues. Dans ce cadre, deux plans d'expériences ont été exécutés. Le premier, appelé plan d'expériences de Doehlert, a été réalisé pour optimiser les paramètres du four lors de l'analyse de l'étain par spectrométrie d'absorption atomique électrothermique (SAA-E). Le second plan, appelé Réseaux Simplexes Centrés de Scheffé, a permis de trouver le mélange optimal de digestion des algues avant analyse.

Concernant le plan de Doehlert, cinq facteurs, qui sont les quantités ajoutées de modificateurs chimiques Pd et Mg, la quantité ajoutée de modificateur permanent (Ru) et les températures de décomposition et d'atomisation, ont été sélectionnés pour estimer leur influence sur le signal analytique de l'étain dans les algues.

Pour le second plan, ce sont des variables telles que les pourcentages des acides nitrique, chlorhydrique, sulfurique, fluorhydrique et de peroxyde d'hydrogène, qui ont été choisies pour déterminer la composition du mélange optimal de digestion des algues. Ce mélange, de volume total 3 mL sera additionné à un volume initial d'acide nitrique de 7 mL, utilisé pour la préminéralisation des algues.

L'exécution des deux plans d'expériences a montré que la détection maximale de l'étain dans les algues par SAA-E est réalisée selon les conditions suivantes :

- température de décomposition, 1400 °C;
- température d'atomisation, 2450 °C;
- quantité de modificateur de matrice Mg, 19 µg;
- quantité de modificateur de l'analyte Pd, 19 µg;
- quantité de modificateur permanent Ru, 100 µg;
- pourcentage de peroxyde d'hydrogène dans le mélange de digestion, 100 %

¹ Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092, Tunis, Tunisie.

² Département de Chimie, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, B.P. 676 - 1080 Tunis cedex, Tunisie

³ Laboratoire de toxicologie, Unité de Toxicologie, Recherche et Environnement 99/UR/070, Tunis, Tunisie.

Utilization of 2-Ylidene-4-Thiazolidinones in the Synthesis of Heterocyclic Compounds Part I: Synthesis of Pyrazole

Mahmoud F. Farhat ^{1a}, Mansour A. Makhlouf ^{1b}, Ahmed M. El-Saghier², <u>Amal A. M. El-Mahdi</u> ³, Aisha B. A. Mezoughi^{1c}, Salmah M. M. Awhida ^{1d}

1. Chemistry Department, faculty of Science, Al-Fateh University, Tripoli, Libyaa) mf_farhat@yahoo.com_b) mansourmakhlouf@yahoo.com_c)Aisha732006@yahoo.com d) s77t2006@yahoo.com2. Chemistry Department, Faculty of Science, Sohag University, Sohag, Egypt. el_saghier@yahoo.com3. Chemistry Department, Faculty of Science Al-jabal Al-garbi University, Garian, Libya, Amal_elmhdi@yahoo.com

Abstract

The main goal of this research project is to develop new routes for synthesis of substituted pyrazole derivatives from thiazolidinones.

Originally, the aim of the work was to convert 2,5-diylidene-3-phenyl-4-thiazolidinones (1-3) into fused pyrazolothiazoles (4) by reaction with hydrazine hydrate. However, the desired fused compounds (4), were not formed. Instead breaking down of these thiazolidinones with the formation of pyrazole derivatives (6a,b) occurred.

These pyrazoles (6a,b) and (6c,d) were prepared by a similar treatment of 2-ylidene-3-phenyl-4-thiazolidinones (5a-e) with hydrazine hydrate. A proposed mechanism was suggested to explain such unexpected transformations of 4-thiazolidinones into pyrazoles.

CP 81

CHEMICAL ANALYSIS OF THE LIPID FRACTION OF TWO CACTUS PEAR VARIETIES PEELS (OPUNTIA FICUS INDICA)

Ines EL MANNOUBI, Sami BARREK, Thouraya SKANJI, Hédi ZARROUK

Institut National de la Recherche et d'Analyse Physico-Chimique, Laboratoire de Recherche sur les Plantes Pole

technolgique Sidi Thabet-2020

The chemical composition and quality indices of lipid fraction obtained from two tunisian varieties of prickly pear (Opuntia ficus indica) peels have been investigated. Total lipids were found to be 21.10 g/Kg (on dry weight basis) and 25.6g/Kg for green and red prickly pear peels oil respectively. Main TAGs were LLL, LLnLn, OLL, OLnLn and OOO. Linoleic and linolenic acids are present in equal amounts (29.18 and 29.27% respectively) and are the major ones followed by palmitic acid (20.82%) in green prickly pear peels oil. Whereas, linoleic acid (28.76%) is the major one followed by palmitic (25.74%) and linolenic (24.72%) acids constituting thus about 80% of the total FAME identified in red prickly pear peels oil. Green and red peels lipids contained 43.44 g/Kg and 64.31 g/Kg of sterols respectively. The sterol marker was β-sitosterol and accounted for nearly 56% of the total sterol content in the two peels oil followed by campesterol and stigmasterol in decreased order. Tocopherols content is high in the two samples and accounted for 385,65 and 586,49 mg/Kg for green and red peels oils. αtocopherol constituted about 58.71% and 72.14% of total vitamin E in the green and red peels oil respectively.

e-mail: inesdior@yahoo.fr

thouraya.skanji@inrap.rnrt.tn

Etude structurale d'un nouveau composé l'hydrogénophosphate-arséniate de sodium

Nasreddine Ennaceur, Khaled jarraya, Tahar M'hiri

Résumé:

Notre intérêt est porté vers la synthèse d'un nouveau composé dérivant de la famille de KDP. En fait, cette famille manifeste des propriétés physico-chimiques très intéressantes qui sont en relation avec leurs structures : conductivité ionique, échange ionique, propriétés magnétiques, optiques...

En effet, l'étude structurale nous a permis de mettre en relief quatre caractéristiques majeures trop recherché :

- > L'appartenance à un groupe d'espace, non centro-symetrique (P2₁2₁2₁).
- > L'aspect condensé de la structure.
- > La présence de deux groupements différents ${}^{PAs_4^{3-}}$ et ${}^{PO_4^{3-}}$ en proportion égale dans le même cristal.
- > Enfin la présence de deux types de liaisons hydrogène.

A l'issue de l'affinement structural que nous venons de faire, avec un facteur de reliabilité assez faible R=1,89 ; Nous remarquons que la substitution en proportion égale du phosphore par l'arsenic dans le composé mère NaH₂PO₄ H₂O, a donné naissance à une nouvelle solution solide Na(H₂PO₄)_{0.5}(H₂AsO₄)_{0.5} H₂O, qui n'a jamais été signalée à notre connaissance dans la littérature, dont les propriétés structurales sont différentes du composé mère tant au niveau de la dilatation de la maille, que du changement de groupe d'espace .

ACTION DU CYANOMALONATE D'ETHYLE SUR LES IMINOESTERS SIMPLES,

N-ACYLES ET N-ETHOXYCARBONYLES EN MILIEU BASIQUE

N. ENNAJI, F. ZRIBI, M. SALEM

Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycles, Corps Gras et polymères (**HCGP**). Département de Chimie, Faculté des Sciences de Sfax, 3000 Sfax BP 1171, Tunisie E-mail :najahimco@yahoo.fr

Le cyanomalonate d'éthyle se condense avec les iminoesters simples 1, N-acylés 2 et N-éthoxycarbonylés 3 en milieu basique et conduit à des intermédiaires potentiels pour la synthèse hétérocyclique.

R= Ph; CH₃Ph; PhCH₂; iPr

Les imidates 1, 2, 3 possèdent un ou deux sites électrophiles : le carbone imidique et les carbonyles du groupement acyle et éthoxycarbonyle. Ils sont susceptibles de réagir avec le carbanion du cyanomalonate d'éthyle en milieu basique selon le schéma suivant :

$$R-C'' + NC-CH_2-CO_2Et$$

$$R-C'' + NC-CH_2-CO_2Et$$

$$R= aliphatique$$

$$R-C'' + NC-CH_2-CO_2Et$$

$$R= aliphatique$$

$$R-C' + NC-CH_2-CO_2Et$$

$$R= aliphatique$$

$$R-C' + NC-CO_2Et$$

$$R= aromatique$$

$$R-C' + NC-CO_2Et$$

$$R-C' + CO_2Et$$

Expérimentalement nous avons montré que les rendements en produits $\bf 4$ sont généralement plus important si nous utilisons la triéthylamine comme base au lieu de l'éthylate de sodium, ceci est expliqué par la forte basicité d'éthylate de sodium qui facilite la déprotonation de la fonction imine de l'imidate simple $\bf 1$. L'action du cyanomalonate d'éthyle sur les imidates N-éthoxycarbonylés conduit selon le groupement de l'imidate de départ soit à des imines N-éthoxycarbonylées $\bf \beta$ -cyanées, $\bf \beta$ -éthoxycarbonylées $\bf 5$ (R=aromatique) soit à des imines $\bf \beta$ -cyanées, $\bf \beta$ -éthoxycarbonylées $\bf 4$ quelque soit le groupement R de l'imidate.

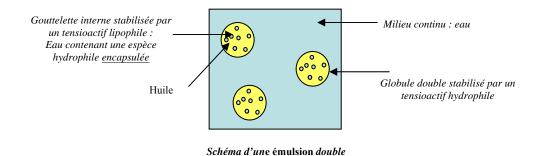
Les imines N-éthoxycarbonylées β-cyanées,β-éthoxycarbonylées 5 se comportent comme des agents électrophiles et sont donc susceptibles de réagir avec les substrats qui possèdent des sites nucléophiles tels que les amines pour conduire à des hétérocycles.

ENCAPSULATION PAR DES EMULSIONS DOUBLES SOLIDES

Wafa ESSAFI¹ et Jérôme BIBETTE²

¹ INRAP - Pôle technologique de Sidi Thabet -2020 sidi Thabet- TUNISIE Unité d'études Physico-chimiques des Milieux et Substances Naturels *Email : essafi.wafa@inrap.rnrt.tn*

L'encapsulation consiste à incorporer une molécule active dans un état solide ou liquide au sein d'un matériau colloïdal support qui l'isole du milieu afin d'intervenir sur le processus de libération du principe actif (contrôle de la libération ultérieure soit par rupture du support ou par diffusion lente et progressive à travers ce dernier). Le système nouveau que nous utilisons pour l'encapsulation est une émulsion double solide à base d'huile cristallisable. Rappelons d'abord qu'une émulsion est une dispersion colloïdale de deux liquides non miscibles l'un dans l'autre tels que l'eau et l'huile, à laquelle on ajoute généralement un agent de surface pour stabiliser les interfaces. Les émulsions doubles sont des émulsions particulières où la phase dispersée est elle aussi une émulsion. Ces émulsions doubles solides sont des matériaux originaux et innovants qui permettent véritablement la formulation d'une coque solide capable d'encapsuler une espèce hydrophile et d'en contrôler le relargage. Les études menées pour comprendre et contrôler la rupture des globules solides ont montré qu'une fuite passive (suivi par potentiométrie) est observée mais reste inférieure à 10% sur 12 mois, alors que la libération totale de l'espèce encapsulée est parfaitement contrôlée et peut-être obtenue par exemple suite à un choc osmotique. Les mécanismes de fuite sont actuellement en cours d'étude et nous nous intéresserons dans le futur à l'encapsulation par ces matériaux de molécules à visée thérapeutique pour application pharmaceutique ou alimentaire.



² Laboratoire Colloïdes et Matériaux Divisés – ESPCI, 10 rue Vauquelin-75231 Paris-FRANCE

Influence of the Neutralization Step on the Oxidative and Thermal Stability of Acid Olive Oil

Kamel ESSID, Mahmoud TRABELSI*, Mohamed Hédi FRIKHA

Laboratory of applied chemistry: Heterocycles, Fats and Polymers Faculté des sciences de Sfax Route de Soukra Km 3,5 -3038- Sfax. Tunisia

Corresponding author: Mah.Trabelsi@fss.rnu.tn

Fax: 216 74 676 606

Abstract:

This work study the influence of the neutralization on oxidative and thermal stability of acid olive oils. The neutralization is carried out in a solid-liquid biphasic medium, which is slightly hydrated, by substituting lime (calcium hydroxide) for soda (sodium hydroxide) as the neutralizing agent. Neutralization by lime makes it possible to preserve almost 95% of the α tocopherol. Oils neutralized with lime have higher temperatures of thermal decomposition than oils neutralized with soda. Oils neutralized with lime had better oxidative stability because natural antioxidants were preserved. The physicochemical characteristics of oils neutralized by lime were comparable to those of the virgin oil of reference and conformed to international olive oil standards.

Keywords: Lime, neutralization, olive oil, oxidation, thermal stability.

PREPARATION ET ETUDE STRUCTURALE DU COMPOSE: $K_3VO_2(V_2As_2O_{12})$

Safa Ezzine, Mohamed Faouzi Zid & Ahmed Driss

Laboratoire de matériaux et cristallochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie.

La flexibilité des polyèdres VO_n, les propriétés physico-chimiques des arséniates, que leurs accordent leurs charpentes, ainsi que celles de conduction et d'échange ionique [1] qu'ils peuvent présenter, nous ont amenés à étudier les systèmes A-V-As-O avec (A=alcalin).

Un nouvel arséniate de vanadium de formulation $K_3V_3As_2O_{14}$ a été synthétisé par réaction à l'état solide. L'étude par diffraction des rayons X sur monocristal montre que ce composé cristallise dans le système orthorhombique, groupe d'espace Pnam (groupe conventionnel N^062 , Pnma), avec les paramètres de maille suivants: a=7,7488(1)Å; b=10,2119(2)Å; c=16,5598(1)Å; Z=4. La structure a été résolue et affinée jusqu'à des facteurs de reliabilité non pondéré R(F)=0,0255 et pondéré $Rw(F^2)=0,0764$.

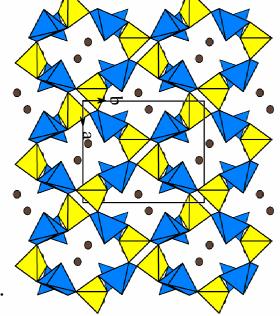
L'unité asymétrique renferme un tétraèdre VO₄, deux tétraèdres AsO₄ et deux pentaèdres VO₅ reliés par les sommets. L'association des polyèdres AsO₄ et VO₅ forme des couches infinies

 $V_2As_2O_{12}$ parallèles au plan (001).

La jonction entre ces dernières est assurée par partage de sommets entre les tétraèdres VO₄ et AsO₄.

Il en résulte une charpente tridimensionnelle (3D) possédant des canaux entrecroisés, parallèles respectivement aux deux directions **c** et **a**, où logent les cations K⁺ (Fig.1).

Fig.1 :Projection de la structure du composé $K_3VO_2\left(V_2As_2O_{12}\right) \ selon \ \ la \ direction \ c.$



[1]

Traitement d'un colorant d'eau de rejet industriel par adsorption sur des algues de la côte méditerranéenne mostaganémoise

I. FEDDAL*, B. BESTANI**, N BENDERDOUCHE**, Z.BENGHAREZ *, S. TALEB*

* Laboratoire de Matériaux & Catalyse, Faculté des Sciences,

Université D. Liabès Sidi Bel Abbès

** Laboratoire de l'environnement, faculté des sciences et sciences de l'ingénieur,

Université de Mostaganem

E. mail : imene22000@hotmail.com

Résumé

La protection de l'environnement et l'amélioration de la qualité de l'eau focalisent l'humanité internationale ainsi que nationale. La pollution surtout anthropique des eaux superficielles et souterraines constitue une source de dégradation de l'environnement qui risque de s'aggraver en engendrant des problèmes sanitaires ainsin que l'effet néfaste sur la faune animale et végétale qui se traduit par des mutations génétiques entrainant la modification de l'espèce au pire sa disparition.

A ce titre, notre travail de recherche concerne l'étude de la capacité d'adsorption d'un colorant industriel : le Bleu d'Evans par deux algues marines locales de la côte de Mostaganem : l'Ulva lactuca (algue verte) et Systoseira stricta (algue brune) activées physiquement et chimiquement. Le potentiel d'adsorption de celles-ci est comparé à celui du charbon actif commercial.

Les résultats obtenus pour l'élimination du Bleu d'Evans à partir des méthodes d'activation appliquées à ces algues montrent une bonne capacité d'adsorption. Le pourcentage d'élimination le plus élevé (99.32%) à été observé pour l'algue brune activée chimiquement par H_3PO_4 . Pour l'algue verte, le pourcentage d'élimination à atteint son maximum (91.1%) pour les activations chimiques par H_3PO_4 . Avec HCl (99.59%), CaCl2: 98.32%.

La caractérisation par I₂ et le Bleu de méthylène a montré qu'une grande surface spécifique est atteinte pour les deux algues activées : pour l'algue brune activée chimiquement par CaCl₂ et HCl, elle est de 303 mg/g et 232mg/g respectivement ; et pour l'algue verte activée par H₃PO₄, elle est de 317mg/g, en comparaison au charbon actif commercial pris comme témoin et où elle est de l'ordre de 232mg/g.

L'étude de la cinétique d'adsorption du bleu d'Evans par le charbon actif issu d'algues brune et verte a révélé que la cinétique apparente d'adsorption pour les charbons actifs est d'ordre 2. L'application des modèles connus de Langmuir et Freundlich ont permis de décrire correctement les isothermes d'adsorption par ces algues activées pour le colorant choisi en comparaison avec d'autres adsorbants.

Ainsi, les résultats obtenus montrent que ce nouvel adsorbant peut être utilisé avec succès dans la dépollution et la décoloration des eaux de rejets des industries textiles.

Mots clefs: algues marines locales, adsorption, dépollution hydrique, rejet industriel, bleu d'Evans, spectroscopie IRTF.

SYNTHESE ET REACTIVITE D'UN NOUVEL OXYDE ORGANOSTANNIQUE POLAIRE

Abd Elkader AZZOUZI, Youcef SAIHI, Nabila BRAIA et Fouad FERKOUS¹

Laboratoire de Chimie Organique Appliquée Faculté des Sciences Université de Annaba BP 12, 23000 Annaba - Algérie

E-mail: ferkousf@yahoo.fr

Résumé:

Les organoétains possèdent des propriétés physico-chimiques particulières et une réactivité intéressante les rendant d'excellents outils en synthèse organique. Du fait de leurs propriétés bactéricides et fongicides, les organostanniques, particulièrement l'oxyde organoétain, ont trouvé autrefois de nombreuses applications industrielles, notamment dans la protection des bois, les peintures antisalissure, le traitement des eaux industrielles, la conservation des textiles, cuirs et papiers. Cependant, ces composés présentent des inconvénients à cause de leur toxicité et de la difficulté de séparer les résidus organostanniques des produits finals de réaction. De ce fait et afin de dépasser ce problème, nous proposons dans ce travail la synthèse d'oxyde organostannique comportant un groupement polaire. Ce dernier a montré une réactivité intéressante vis-à-vis des bromures d'alkyle et dans l'hydrolyse des esters ainsi qu'une excellente séparation des produits finals de réaction des sous produits organiques d'étain par simple purification sur colonne gel de silice. Les résidus organostanniques formés sont récupérés et recyclés avec un taux de 65% pour une nouvelle réutilisation,

Mots-clés: oxyde organostannique, séparation, chromatographie, réactivité, recyclage.

HPLC STUDY OF A NEW BONDED LIQUID CRYSTAL STATIONNARY PHASE

O. Ferroukhi, S. Guermouche, M.H.Guermouche

Laboratoire de chromatographie, faculté de Chimie, USTHB, BP 32 El Allia, Alger, Algérie.

E-mail: ferroukhiouassila@yahoo.fr

J.P.Bayle Laboratoire de Chimie structurale, ICMO, Bt 410, Université de Paris-Sud, 91405 Orsay-Cedex, France.

Abstract:

In this work, a new HPLC bonded liquid crystal stationary phase BLCSP presented can successfully be used to separate mixtures that are commonly done by both reversed and normal phase materials. Characterization of BLCSP needed different methods: proton NMR, DSC, 13C NMR and elemental analysis. The surface area was determined by the BET method.

Thermal and analytical chromatographic behaviors of the phase were investigated in normal and reversed phases (figures 1, 2). Separation of polyaromatic hydrocarbons (PAHs) is described. Bonded material exhibits a liquid crystal-like behavior and molecular shape recognition toward geometric isomers. The more retained solute is the more stretched solute. Using acetonitrile/water, satisfying resolutions are obtained in separation of aromatic hydrocarbons.

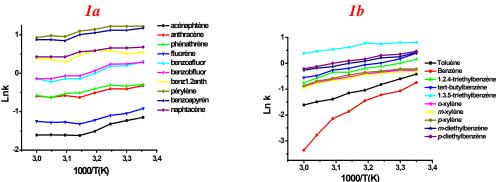


Figure 1: Thermal study of BLCSP in normal and reversed phases (1a, 1b)

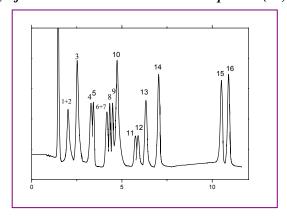


Figure 2: Separation of HPA. Mobile phase: isooctane / Chloroform (97.5 / 2.5) (V/V), 1 ml/min; λ 254 nm. 1: Acenaphtene; 2: Acenaphtylene; 3: fluorene; 4: Anthracene; 5: Phenanthrene; 6: Benzo-a-fluorene; 7: Benzo-b-fluorene; 8: Pyrene; 9: Fluoranthene; 10: 1,2-benzanthracene; 11: Chrysene; 12: Naphtacene; 13: Perylenee; 14: Benzo-a-pyrene; 15: Dibenzo-a,c- anthracene, 16: Dibenzo-a,h- anthracene.

EFFET DE L'ORDRE D'AJOUT DES PRÉCURSEURS SUR LA TEXTURE, LA STRUCTURE ET L'ACTIVITÉ DES CATALYSEURS Pd_xZr_y-ZSM-5 PRÉPARÉS PAR IMPRÉGNATION

Shemseddine Fessi et Abdelhamid Ghorbel, Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universtaire 2092 Tunis, Tunisie

La combustion du gaz naturel est une source attractive d'énergie. L'application de la catalyse à cette réaction joue un rôle important dans la production d'électricité sans engendrer de polluants tels que les SOx et les NOx. Récemment, le progrès significatif dans le développement de catalyseurs pour ce processus est obtenu avec les solides palladium-zeolite qui ont attiré une attention considérable grâce à leurs stabilités et leurs activités élevées dans la conversion du méthane et dans l'élimination des COV. Afin de promouvoir ce type de catalyseur, nous avons étudié l'effet de l'ordre d'ajout des précurseurs sur la texture, la structure et l'activité des solides Pd_xZr_y-ZSM-5.

Les catalyseurs Pd_xZr_y -ZSM-5 sont préparés par imprégnation à partir de l'acétylacétonate de palladium, l'acétylacétonate de zirconium et la zéolithe Na-ZSM-5 (Si/Al = 26), avec un rapport Zr/Pd =1 et une température de calcination égale à 700°C.

La physisorption d'azote, la chimisorption d'hydrogène, la DRX et la réduction à température programmée sont les techniques utilisées pour la caractérisation de ces catalyseurs. L'oxydation totale du méthane est utilisée pour évaluer l'activité catalytique.

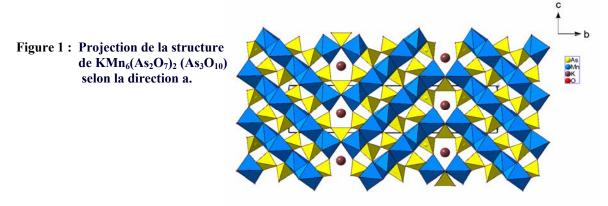
Les résultats de caractérisation par physisorption d'azote montrent que l'ordre d'ajout des précurseurs n'a pas d'effet significatif sur les propriétés texturales de la zéolithe. Cependant, des modifications importantes des propriétés structurales sont détectées par chimisorption d'hydrogéne, DRX et réduction à température programmée. En effet, des dispersions et des températures de réduction différentes sont observées lorsque l'ordre d'imprégnation de la zéolithe Na-ZSM-5 par l'acétylacétonate de palladium puis par l'acétylacétonate de zirconium est inversé et lorsque la zéolithe est imprégnée par les deux précurseurs en même temps. Les résultats de l'activité catalytique dans la combustion du méthane confirment les différences des propriétés structurales. En effet, l'activité varie significativement avec l'ordre d'ajout des précurseurs. En se basant sur les valeurs de la température de réduction, ces résultats peuvent être expliqués par la modification de l'interaction PdO-ZSM-5 avec la variation de l'ordre d'introduction des précurseurs.

PREPARATION ET ETUDE STUCTURALE DU COMPOSE: KMn₆(As₂O₇)₂(As₃O₁₀)

Wafa Frigui, Chiraz Falah, Mohamed Faouzi Zid & Ahmed Driss

Laboratoire de matériaux et cristallochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie.

Certains nouveaux matériaux inorganiques, à base de manganèse découverts au cours de ces dernières décennies présentent des propriétés physico-chimiques intéressantes en vue de leur application potentielle dans divers domaines tels que la santé, l'environnement, l'agriculture, la fabrication des piles électroniques, et aussi dans la chimie fine. C'est dans ce cadre que nous avons exploré les systèmes: A-Mn-As-O avec (A=alcalin). Une nouvelle phase de formulation KMn₆(As₂O₇)₂(As₃O₁₀) a été synthétisée par réaction à l'état solide. Ce composé cristallise dans le système monoclinique, groupe d'espace P2₁/m, avec les paramètres de maille suivants: a=5,5359(2)Å; b=27,9293(8)Å; c=6,8303(2)Å; $\beta=107,38(2)^{\circ}$; Z=2. La structure a été résolue et affinée jusqu'à des facteurs de reliabilité non pondéré R(F)=0,0288 et pondéré Rw(F²)=0,0811. L'unité structurale [Mn₆(As₂O₇)₂(As₃O₁₀)] est formée de six octaèdres MnO₆ partageant des arêtes, de deux diarséniates As₂O₇ et d'un triarséniate As₃O₁₀ liés par des sommets avec les octaèdres MnO₆. La compensation de la charge est assurée par l'ion potassium K⁺ dans la structure. L'étude bibliographique révèle que ce matériau est isostructural à celui au rubidium [1]. Les octaèdres MnO₆ forment des rubans disposés respectivement selon les directions [011] et [0-11], mettant en évidence des couches d'octaèdres MnO₆. La cohésion des ces dernières est assurée d'une part par la mise en commun des sommets avec le groupement diarséniate As₂O₇ et d'autre part renforcée par partage des sommets avec les groupements triarséniate As₃O₁₀. Il en résulte une charpente tridimensionnelle (3D) possédant des canaux, à section pentagonale, disposés parallèlement à la direction [100] où logent les cations K⁺ (Fig. 1).



^[1] B. Ayed, A. H. Abdallah & A. Haddad; Acta Cryst E, (2004) 60; i52-i54.

SYNTHESE DES COMPOSES HETEROCYCLIQUES PAR CYCLOADDITION 1,3-DIPOLAIRE D'ARYLNITRILOXYDES ET DES NITRONES SUR DES ENAMINES D'α-TETRALONE

I. GARROUCH^a, M. ASKRI^a, M.B. RAMMAH^a, M. KNORR^b, C. STROHMANN^c

^aLaboratoire de Physique et Chimie des Intérfaces (LPCI/ LCOH), Faculté des Sciences de Monastir, 5019 Monastir, Tunisie

^bLaboratoire de Chimie des Matériaux et des Intérfaces, Besançon.

^cInstitut für Anorganische Chemie der Universität Würzburg, Am Hubland, D-97074,

Würzburg, Germany

La synthèse hétérocyclique par cycloaddition 1,3-dipolaire présente l'un des procédés les plus fructueux pour la synthèse des hétérocycles pentagonaux ^[1] et donne notamment accès à plusieurs substances à activité biologique ^[2] et pharmacologique ^[3].

A cet égard, nous nous sommes intéressés à la cycloaddition 1,3-dipolaire de différentes énamines d'α-tétralone 1 avec les arylnitriloxydes 2 et les nitrones 3

Tous les composés synthétisés sont caractérisés par spectroscopie RMN 1D (¹H et ¹³C) et la structure de certains composés a été confirmée par une étude radiocristallographique.

L'étude de l'UV-visible et de la spectroscopie d'émission ont démontré que nos motifs hétérocycliques à système π -conjugués peuvent être utilisés dans le domaine de la photophysique et de la luminescence.

^[1] R. Huisgen; J. Org. Chem., 1968, 33, 2291.

^{[2] &}lt;u>Tangallapally, R.P., Sun, D., Rakesh, Budha, N., Lee, R.E.B., Lenaerts, A.J.M., Meibohm, B., Lee, R.E.</u> Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters, 2007, 17 (23), 6638.

^[3] C.Rubat; P. Coudert; P. Bastide; A. M. Privat; Chem. Pharm. Bull., 1989, 37(10), 2832.

Design, synthesis and characterisation of ruthenium-acetylides as self complementary supramolecular units

I. Ouerfelli, a. R. Gatri, N. Dua, S. Gohlen, L. Toupet, J.-L. Fillaut, *b.

The design of molecular systems that self-assemble might open a new avenue to functional materials with well-defined structures and therefore well-defined physical and chemical properties. A key-step is the use of small-size functional molecules, which are highly processable in solution and whose supramolecular assembly can be accomplished at room temperature in a reversible and predictable manner. We report here on the synthesis and characterization of *trans*-[(dppe)₂Ru(Cl)(C=C-®)] complexes as candidates to generate well-defined supramolecular architectures. Our approach is based on the attachment of hydrogen bonding recognition sites ® at the remote end of the alkynyl-ruthenium derivatives. Self-assembly was evidenced by solution-state ¹H-NMR titrations and by X-ray structure determinations. We demonstrated that the H-bond driven self assembly of alkynyl-ruthenium complexes bearing diaminotriazine sub-units is influenced by additional electronic long range and steric interactions that contribute to the relative stabilization of the resulting dimers.

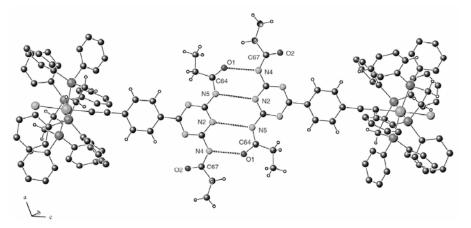


Figure 1. evidence for the formation of a centrosymetric dimer by a diamidotriazine based ruthenium acetylide

^a Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar ^b UMR 6226, CNRS-Université Rennes 1, Sciences Chimiques de Rennes, 35042 Rennes, France.

ELIMINATION D'UN COLORANT ANTRAQUINONIQUE (ACID BLUE 25) PAR ULTRASONS DE HAUTE FREQUENCE

<u>Houria Ghodbane</u>¹, Oualid Hamdaoui²

¹ Département de Génie des Procédés, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Université de Annaba, BP 12, 23000 Annaba, E-mail : ghodbanehouria@gmail.com

² Département de Génie des Procédés, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Université de Annaba, BP 12, 23000 Annaba, E-mail : ohamdaoui@yahoo.fr

Resumé

La présence de plus en plus fréquente de substances colorantes dans l'environnement constitue une pollution émergente. L'existence de ces polluants même en quantités relativement faibles dans l'eau, constitue un sujet de préoccupation majeure. Par conséquent, il s'avère très important de mettre au point des méthodes de traitement des eaux usées chargées en colorants par des procédés d'oxydation avancés (POA) car les méthodes classiques sont inefficaces.

Les dernières années ont fait apparaître un intérêt considérable pour l'application des ultrasons comme POA pour le traitement de polluants dans l'eau. Les ultrasons créent dans l'eau des microbulles qui quand elles implosent produisent de grandes quantités d'énergie. Cette énergie favorise les réactions thermales et aussi l'homolyse de l'eau et de l'oxygène. La sonolyse de l'eau produit des radicaux comme 'OH qui sont capables de dégrader la matière organique.

Dans ce travail, l'irradiation ultrasonore à 1,7 MHz a été utilisée pour l'élimination d'un colorant anthraquinonique modèle, l'Acid Blue 25 (AB25). Les colorants anthraquinoniques représentent la catégorie la plus importante des colorants commerciaux, après les composés azoïques, et sont principalement utilisés pour teinter la laine, le polyamide et le cuir. Les effets des paramètres opératoires tels que la concentration initiale du colorant et le pH de la solution ont été étudiés. Les résultats obtenus montrent que la décoloration de l'AB25 est plus rapide à pH 1. Pour tout l'intervalle de concentration choisi, l'élimination de l'AB25 suit une cinétique de pseudo-premier ordre. De plus, les vitesses de disparition du colorant dépendent de la concentration initiale.

Mots clés: Décoloration, Ultrasons, Acid blue 25, Traitement de l'eau

APPLICATION DE LA CATALYSE PAR TRANSFERT DE PHASE A L'ELABORATION DE NOUVEAUX POLYACYLSEMICARBAZIDES

Ines Ghorbel, Aljia Afli, Souhir Abid, Rachid El Gharbi

Laboratoire de Chimie Appliquée HCGP, Faculté des sciences de Sfax, 3038 Sfax, Tunisie.

Fax: 0021674274437

L'une des voies de valorisation de la biomasse végétale consiste à préparer des monomères intégrant dans leur structure l'hétérocycle furanique à partir du furfural et de l'hydroxyméthyl furfural obtenus par transformation chimique de divers déchets végétaux (grignons d'olives, rafles de maïs ...)

Au cours de ces dernières années, nous avons montré que la technique de catalyse par transfert de phase est très efficace dans l'élaboration des polyesters [1], polyamides [2] et des polyhydrazides furaniques [3]. Nous décrivons dans la présente communication l'utilisation de cette technique dans l'élaboration d'une nouvelle famille de polymères.

La polycondensation interfaciale d'une série de dihydrazides bifuraniques avec des diisocyanates aromatiques conduit aux polyacylsemicarbazides correspondants. L'optimisation du procédé de polymérisation est réalisée à partir de l'étude des effets de divers paramètres physicochimiques susceptibles d'influencer la formation de ces polymères.

L'analyse, par les techniques spectroscopiques, des polyacylsemicarbazides obtenus montre qu'ils présentent des structures régulières. Leur comportement thermique, examiné par DSC et ATG, montre qu'ils sont totalement amorphes et qu'ils ne manifestent aucun signe de dégradation jusqu'à 270°C.

Références bibliographiques

[1] S. Gharbi, J. P. Andreolety, A. Gandini, Eue. Polym. J. 36, 463 (2000)

[2] S. Gharbi, A. Afli, R. El. Gharbi, A. Gandini, Polym. Int . 50, 1 (2001)

[3] A, Afli, S. Abid, R El Gharbi, A. Gandini, J. Soc. Chim. Tunisie, 7, 59 (2005)

Les Thiols Monoperfluoroalkylés : Obtention et Application

N. Grayaa Jaoued, A. Hedhli

Laboratoire de Chimie Moléculaire Organique, Ecole Supérieure des Sciences et Techniques de Tunis, 5, avenue Taha Hussein, Montfleury, 1089 Tunis, Tunisie

e-mail: <u>ahmed.hedhli@esstt.rnu.tn</u> e-mail: <u>najeh.jaoued@esstt.rnu.tn</u>

Dans le présent travail, nous décrivons la conversion des alcools 1 en thiols fluorés PEGylés 4.

Les thiols 4 obtenus seront oxydés par l'iode pour donner les disulfures 5 conformément au schéma ci-dessous:

$$R_F \leftarrow O_n$$
 SH $I_{2, pyridine}$ $R_F \leftarrow O_n$ S $S \leftarrow O_n$ R_F $S \leftarrow O_n$ S

ETUDE CINETIQUE DE LA POLYMERISATION RADICALAIRE CONTROLEE EN SOLUTION DU MONOMERE N-VINYLPHTHALIMIDE

Dj. Chikhaoui-Grioune a, b, A. Benaboura a, A. Aqil c, C. Jérome c

 Laboratoire de Synthèse Macromoléculaire et Thioorganique Macromoléculaire Faculté de chimie, USTHB, Bp 32 El-Alia, Beb-Ezzouar Alger (16111)
 Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-chimiques (CRAPC) B.P 248, Alger RP 16004, Algérie

^c Centre d'Etude et de Recherche sur les Macromolécules. Université de Liège. Sart-Tilman. Institut de Chimie (B6a) B-4000 Liège, Belgique

E-mail: djchikhaoui@yahoo.fr

Résumé

Parmi les différentes techniques de polymérisation radicalaire contrôlée (PRC) développée ces derniers années, le procédé RAFT (Transfert de chaîne par addition-fragmentation réversible) [1,2] s'avère très promoteur car il est applicable à un vaste éventail de comonomères, dans des conditions expérimentales aussi faciles à mettre en œuvre que celles de la polymérisation radicalaire conventionnelle.

Dans ce travail, le poly (N-vinylphthalimide) a été synthétisé par le processus RAFT en présence d'AIBN et un agent de transfert de chaîne (CTA) type trithiocarbonate ^[3] à 80°C. L'influence du rapport [monomère]/[CTA] sur la cinétique d'homopolymérisation et sur le contrôle des masses molaire a été étudié. Les produits synthétisés ont été analysés par Spectroscopie de résonance magnétique du proton RMN¹H et chromatographie d'exclusion stérique SEC. Les résultats trouvés confirment le contrôle de la polymérisation par la technique RAFT.

Mots clés : N-vinylphthalimide, polymérisation radicalaire contrôlée, trithiocarbonate.

Références:

- [1] Le, T.P.; Moad, G.; Rizzardo, E.; Thang, S.H. International Patent 9801478, 1998; Chem. Abstrat, 128:115390.
- [2] Moad, G.; Rizzardo, E.; Thang, S.H. Aust. J. Chem., 2005, 58, 379.
- [3] Lai J. L.; Filla D.; Shea R. *Macromolecules*, 2002, 35, 6754-6756.

ETUDE DE LA CORROSION DANS LE MILIEU ENVIRONNANT DES GAZODUCS API-5L X-60 DANS L'INDUSTRIE ENERGETIQUE

Hadjel Mohamed**, Ben Soltane Samia*, Benmoussat Abdrahim**

**Laboratoire RITE & LPCMCE. Université d'Oran et USTO. *Département de Métallurgie. Faculté de génie mécanique. BP 1505, Oran, 31000, ALGERIE. Hadjel100@yahoo.fr

Résumé:

La plus part des ouvrages de transport métallique subissent l'effet de la corrosion. La détérioration des canalisations de transport de gaz est due aux conditions d'exploitation, de l'agressivité du milieu, de la nature du sol et l'activité bactérienne.

La protection contre la corrosion des gazoducs enterrés est assurée par un double système de protection cathodique et d'un revêtement anticorrosion nuisible sur la santé. Le diagnostic et le traitement de la détérioration des canalisations a base d'acier par effet de corrosion et leurs protections par une nouvelle approche de protection anticorrosion est basé sur l'ajout de polyphosphates. Cette étude comporte:

- Une étude en milieu aqueux des propriétés intrinsèques de sols prélevés sur site,
- Une étude du comportement électrochimique de l'acier détérioré prélevé sur site.

Des tests électrochimiques en régime potentiodynamique ont été effectués sur des échantillons détériorés après plusieurs années d'exploitation fournie par l'industrie Sonatrach. Les résultats ont permit de comprendre le comportement de ces canalisations a base d'acier de type API $\,^5$ L $\,^5$ L $\,^6$ O dans des solutions synthétiques. Le traitement du milieu corrosif dans les conditions de simulation du sol dans un domaine de pH proche du milieu neutre et en présence des ions polyphosphates ajoutés en tant qu'inhibiteur de corrosion. La solution simulante a été choisie selon la caractérisation du milieu environnant des canalisations qui s'est distingué dans la majorité des cas par une composition chimique très agressive. Les résultats de nos investigations utilisant les différentes techniques d'analyses ont permit de déterminer certains paramètres tels que la nature du sol et sa composition, la résistivité de sol ($\,^6$), la densité de courant de corrosion (Icorr), la résistance de polarisation (Rp), la vitesse de corrosion par méthode de perte de poids, le pH du milieu avant et après traitement.

<u>Mots-clés</u>: Méthodes électrochimiques, aciers, gazoduc, polyphosphates, revêtement, Corrosion.

TYPE D'ADSORPTION DE Cd²⁺AU COURS DE L'INTERACTION D'UN ÉFFLUENT INDUSTRIEL AVEC LE SABLE

Besma HAJEM, Adel M'NIF

Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération
Centre de Recherche en Sciences des Matériaux
Pôle Technologique de Borj Cedria
B.P.95 - 2050 Hammam-Lif. République Tunisienne
mnif.adel@inrst.rnrt.tn

L'objectif de ce travail est l'étude de l'interaction d'un effluent industriel de pH acide chargé en éléments nocifs tels que le Cadmium, le Fluore...etc, avec le sable renfermant des taux variables en carbonate de calcium.

L'analyse chimique des filtrats qui se forment lors du cette interaction montre la diminution des concentrations du ces éléments dans les phases liquides. Cette constatation nous a conduit à conclure que ces éléments ne peuvent être que retenu par le sable, on s'intéresse on particulier a ce type d'adsorption qui est décrit habituellement par deux isothermes largement usagées:

- Isotherme de Freundlich qe = Kf C_e^n
- Isotherme de Langmuir Ce/qe = 1/bqm + (1/qm) Ce

La caractérisation physico-chimique des phases liquides et solides, objet de l'interaction cidessus mentionnée, a été effectuée en s'appuyant sur la spectrométrie d'absorption atomique, la DRX et la microscopie électronique à balayage.

Il en résulte que cette interaction, qui dépend du pH du milieu, empêche la diffusion de ces éléments vers les couches et nappes profondes.

Références bibliographiques

- [1] M. P. Cescas, P. D. agron « Projet PRICAT ». Thème du phosphogypse, 1999.
- [2] A. Davister «Déchet (plus ou mois nuisible) ou ressource ». Belgium, 1998.
- [3] Eric J. Reardon, Y. WANG: A limestone Reactor for Fluoride Removal from Wastewaters, Environ. Sci. Technol. 2000, 34, 3247-3253.
- [4] Krishna G. Bhattacharyya, Susmita Sen Gupta: Influence of acid activation on adsorption of Ni(II) and Cu(II) on Kaolinite and montmorillonite: Kinetic and thermodynamic study. Chemical Engineering Journal 2007.

SYNTHESE ET ETUDE STRUCTURALE DU COMPOSE Li₃AlAs₂Mo₂O₁₄

M. HAJJI, M. F. ZID & A. DRISS

Laboratoire de matériaux et cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, 2092 El Manar, Tunisie

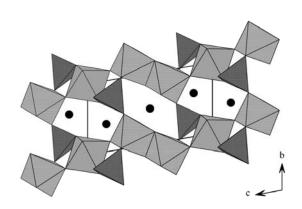
Résumé:

Les matériaux pouvant être dotés de la propriété d'électrolyte solide, conducteur ionique ou superconducteur, constituent un vaste domaine de recherche vue que leurs champs d'application s'étend de jour en jour. En effet, les oxydes au lithium sont de plus en plus utilisés dans les batteries qui alimentent déjà de nombreux équipements: les ordinateurs, les véhicules etc...

Nous nous sommes ainsi intéressé à cet axe de recherche où nous avons synthétisé plusieurs composés en explorant les systèmes A₂O-MoO₃-As₂O₅ (A = Li, Na, Ag). Toutefois, nous avons essayé la synthèse avec les aluminates ou les borates pour favoriser le caractère ouvert de la structure. Nos tentatives de synthèse nous ont permis d'isoler des cristaux d'un nouveau matériau de composition Li₃AlAs₂Mo₂O₁₄. Dans ce travail nous allons présenter la préparation et l'étude structurale de ce matériau suivi par une étude théorique de la mobilité ionique.

Ce composé a été préparé sous forme de monocristaux par réaction à l'état solide. La structure a été déterminée par diffraction des rayons X sur monocristal. Il cristallise dans le système triclinique (centrosymétrique). Les paramètres de la mailles sont a=5,213(1)Å, b=5,426(2)Å, c=9,474(1)Å, $\alpha=95,97(1)$ °, $\beta=102,25(1)$ ° et $\gamma=105,30(1)$ °. Les facteurs de reliabilité R et $R_w(F^2)$ convergent respectivement vers 1,14% et 2,82%. La charpente est constituée d'octaèdres MoO_6 et AlO_6 et de tétraèdres AsO_4 partageant des sommets ou des arêtes pour former une structure tridimensionnelle ouverte possédant des larges tunnels croisés où sont placés les cations Li^+ . Une étude théorique de la mobilité ionique par simulation des chemins de conduction favorables a été effectuée.

Projection de la structure de Li₃AlAs₂Mo₂O₁₄ selon la direction [100].



APPLICATION DE LA METHODE DU PINCEMENT THERMIQUE AU RESEAU D'ECHANGEURS DE CHALEUR DE L'UNITE DE DISTILLATION ATMOSPHERIQUE « TOPPING » DE LA STIR

I. Mejri, R. Saadi, B. Guesmi et N. Hajji

Unité de recherche 'Energétique et Environnement' ENIG, Rue Omar Ibn El Khattab - 6029 Gabès – Tunisie

On s'intéresse dans cette étude à l'application de la méthode du pincement thermique au réseau d'échangeurs de chaleur de l'unité de distillation atmosphérique « TOPPING » de la STIR. Les résultats obtenus par simulation de cette unité ont été exploités pour réduire la consommation d'utilités à travers l'optimisation du pincement thermique.

L'unité étudiée assure le fractionnement du brut en plusieurs coupes (naphta, essence, kérosène,...). Un réseau de 19 échangeurs de chaleur assure le préchauffage du brut en utilisant les grandes quantités de chaleur contenues dans ces coupes. Le reste de chauffage est assuré par l'utilité chaude consommée dans un four qui porte la température du brut jusqu'à 355 °C environ. L'utilité froide correspond à l'eau de mer qui sert à refroidir les produits pétroliers avant leur stockage.

Les résultats de cette analyse indiquent que le pincement de l'unité est de 56°C environ ce qui est assez élevé pour ce type de procédés. Par ailleurs, les utilités chaudes et froides sont respectivement de l'ordre de 15,7 et 1,8 MW.

Pour réduire la consommation d'utilités, on a proposé une série de modifications dans la configuration du réseau d'échangeurs de préchauffage. Ces modifications permettent de réduire la consommation d'utilités chaudes d'environ 9% ce qui se traduit par un gain annuel qui est de l'ordre de 300 milles DT.

Nickel nanoparticles supported on silica prepared by Ni⁰(cyclooctadiene)₂ decomposition Characterization and reactivity in the hydrogenation of benzene

A. Haloui ^a, S. Monteverdi ^a, J. L Pellegatta ^b

 ^a UMR CNRS 7565, Laboratoire de Catalyse Hétérogène, Faculté des Sciences, Université Henri Poincaré, Nancy 1, BP 239, 54506 Vandoeuvre-lès-Nancy, France
 ^b CNRS, Laboratoire de Chimie de Coordination, 205 route de Narbonne, F-31077 Toulouse, France

Abstract:

Nickel metal nanoparticles supported on both crystallized and amorphous silica and containing about 1wt.% of nickel were obtained by decomposition of Ni⁰(cyclooctadiene)₂. Two methods of preparation were used. Prepared catalysts were characterized using atomic absorption, XRD, TEM, H₂-TPR, H₂ chemisorption and H₂-TPD and tested in the gas phase hydrogenation of benzene. Their structural and surface properties and catalytic activity were thus investigated. The average size and dispersion of nickel nanoparticles were found in range of 5 – 10 nm and 11 – 15% respectively. Catalyst supported on crystallized silica was more active than those supported on amorphous one and reached a conversion to cyclohexane of 63%. We studied also the effect of hydrogen spillover on benzene hydrogenation over Ni/SiO₂ and in particular its contribution in the determination of the reaction mechanism. Interactions metal – support which seemed to be higher when crystallized silica was used as support depend on method of preparation and the nature of the support. Both of these interactions and hydrogen spillover play a crucial role in determining catalysts performances.

DECARBONATATION DES EAUX ENTARTRANTES PAR GERMINATION SECONDAIRE COUPLEE AU DEGAZAGE A L'AIR ATMOSPHERIQUE

A. HAMED¹, I. ZOAURI², A.HANNACHI³, H ELFIL.⁴

- ¹ Centre National de Recherche en Science des Matériaux <u>ham_edahmed@yahoo.fr</u>

 ² Institut Supérieur des Etudes Technologiques Radès Tunisie
 - ³ ENIG; Rue Omar Ibnelkhattab, 6029 Zrig, Gabes, Tunisie.
- ⁴ Centre National de Recherche en Science des Matériaux elfil.hamza@inrst.rnrt.tn

Résumé

L'entartrage par les carbonates de calcium est souvent rencontré dans les circuits alimentés par les eaux naturelles. Ce phénomène est accentué à haute température et en contact avec l'air atmosphérique. Il est rencontré de manière spectaculaire dans les tours de refroidissement des eaux géothermales ainsi que dans les conduites de ces eaux.

Dans l'objectif de chercher une solution non coûteuse à ce phénomène, on a testé la méthode de décarbonatation sans ajout de produits chimiques. Cette décarbonatation consiste à coupler le dégazage à l'air atmosphérique avec l'ensemencement par des cristaux d'aragonite récupérés sur le site de *Chott El-Fejjej* (à Elhamma-Gabes).

Pour ce faire, on a conçu un réacteur de 3 litres fonctionnant en continu avec trois entrées d'eau, de semences et de l'air atmosphérique à travers un diffuseur. L'étude hydrodynamique du réacteur a montré qu'il est de type RPAC (Réacteur Parfaitement Agité Continu).

Les différents résultats expérimentaux obtenus à l'aide de ce réacteur ont montré que l'Efficacité de Transfert de CO_2 (ETC), qui est un paramètre essentiel dans ce procédé, dépend essentiellement de la porosité des diffuseurs et du rapport de débit de gaz (V_g) par le débit d'eau traitée (V_e). Elle est comprise entre 75 et 90 % quand ce rapport varie dans l'intervalle 2 - 8. La meilleure rentabilité, concernant le taux de décarbonatation, est obtenue avec un rapport (V_g/V_e) de l'ordre de 12 et un temps de passage de 6 minutes environ.

Les taux de décarbonatation obtenus sont compris entre 20 et 30 %. Ce résultat semble être intéressant puisqu'une chute de 20 % est suffisante pour rendre l'eau géothermale en équilibre calco-carbonique. Toutefois ce procédé nécessite une décantation ultérieure afin de séparer les particules (semences avec précipités) de l'eau décarbonatée.

Mots clés: Décarbonatation, entartrage, carbonate de calcium, germination secondaire

OXYDATION DU CYCLOHEXANE SUR MATERIAUX MESOPOREUX DE TYPE SBA-15 ECHANGES PAR LES METAUX DE TRANSITION

F. HAMIDI*, L. CHERIF*, K. SAIDI*, F.Z. ELBERRICHI*, A. BENGUEDDACH**

* Laboratoire de Catalyse et Synthèse en Chimie Organique, Université de Tlemcen, Algérie Tel/Fax : 043 21 31 79/043 21 31 98

**Laboratoire de Chimie des Matériaux, Université d'Oran, Algérie.

E-mail: fati272001@yahoo.fr

RESUME:

L'utilisation des catalyseurs hétérogènes dans les réactions d'oxydation sélective est d'une importance croissante dans l'industrie chimique moderne. Les produits de la réaction d'oxydation du cyclohexane à savoir le cyclohexanol et la cyclohexanone sont des intermédiaires importants dans la production de l'acide adipique et du caprolactame qui sont employés dans la fabrication des polymères de type nylon-6 et nylon-6,6.

Les catalyseurs homogènes posent un certain nombre de problèmes tels que la séparation produits-catalyseur ainsi que la pollution de l'environnement par les rejets.

Ces dernières années, l'attention a été axée sur le développement des catalyseurs hétérogènes à base de métaux de transition, utilisant des oxydants non polluants tel que l'oxygène et les peroxydes, cependant, dans la plupart des cas, les conditions sévères de la réaction (P=2MP, T=450K) rendent le processus moins attirant.

A L'aide des techniques de diffraction des rayons X, spectroscopie IR à transformée de Fourier (FTIR), adsorption d'azote et absorption atomique, nous avons étudié l'évolution structurale et texturale des matériaux mésoporeux Me-SBA-15 (Me=Cr , Fe) et ceci en fonction de la teneur en métal (Si/Me) dans le matériau mésoporeux SBA-15.

Nous avons étudié la réaction d'oxydation du cyclohexane sur les matériaux mesoporeux synthétisés en utilisant le peroxyde d'hydrogène comme oxydant et l'acétonitrile comme solvant.

Les résultats obtenus montrent que les matériaux mésoporeux de type SBA-15 échangés par le fer ou le chrome sont des prometteurs pour la réaction d'oxydation du cyclohexane et que la conversion du cyclohexane ainsi que la sélectivité en cyclohexanone dépendent de la température, du temps de contact et de la teneur en métal.

Mots clés. Oxydation, cyclohexane, cyclohexanol, cyclohexanone, matériaux mésoporeux, SBA-15, Me-SBA-15

DEGRADATION D'UN COLORANT AZOÏQUE (ORANGE ACIDE 7) PAR LES PROCEDES D'OXYDATION AVANCEE

S. HAMMAMI ^{1,2}, N. OTURAN ², N. BELLAKHAL ^{1,3}, M. DACHRAOUI ¹, M. A. OTURAN ²

¹Laboratoire de Chimie Analytique et Électrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie - Tél. +21624233318 – email : samiha.hammami@laposte.net, m.dachraoui@planet.tn

Dans cette étude, nous avons procédé à la dégradation de l'orange acide 7, un colorant azoïque très fréquemment utilisé pour la teinture de la laine par deux procédés d'oxydation avancée: le procédé électro-Fenton et le procédé photo-Fenton. Ces procédés présentent l'avantage de produire des radicaux hydroxyles OH^{*}. Ces radicaux permettent la dégradation des produits organiques persistants jusqu'à leur minéralisation complète en CO₂ et H₂O.

En premier lieu, la dégradation de l'AO 7 a été étudiée par le procédé de photocatalyse homogène: photo-Fenton (système $Fe^{3+}/H_2O_2/UV$). L'efficacité du traitement dépend fortement du rapport $R = [H_2O_2]/[Fe^{3+}]$ qui constitue le facteur clé dans la dégradation de la matière organique. Ainsi, nous nous sommes intéressés à l'optimisation de la concentration du catalyseur (Fe^{3+}) et celle du H_2O_2 ainsi que du rapport R. Les résultats obtenus ont montré qu'un rapport de 50 à une concentration fixe de Fer (III) égale à 10^{-3} mol L^{-1} permet d'atteindre un abattement du COT de l'ordre de 94% au bout de 60 min.

En deuxième lieu, la dégradation de l'AO7 a été étudiée par le procédé électro-Fenton avec une anode de Pt et BDD. L'application de l'électrode de BDD a légèrement amélioré l'efficacité du procédé électro-Fenton en accélérant la cinétique de minéralisation au début d'électrolyse. En fin de traitement, les procédés EF-Pt et EF-BDD permettent de dégrader plus de 95% du COT initial.

Cette étude nous a permis de calculer le coût de fonctionnement relatif à chaque procédé. Bien que le procédé photo-Fenton permette d'atteindre des taux d'abattement de la matière organique relativement élevés en un temps assez rapide, l'utilisation de la lumière artificielle UV et l'ajout des réactifs (surtout le peroxyde d'hydrogène) rend le coût du traitement assez élevé.

² Université de Marne la Vallée, Laboratoire des Géomatériaux, Cité Descartes, 77454 Marne la Vallée Cedex 2, France –Tél. +33 0149329065 – email : oturan@univ-mlv.fr

³ Département de Chimie et de Biologie Appliquées, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie (INSAT), B.P. N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie – nizar_bellakhal@yahoo.fr.

IDENTIFICATION ET CARACTERISATION DES COMPOSES PHENOLIQUES DES JUS DE POMME FRAIS ET DECOMMERCE EVALUATION DU LEURS POUVOIRS ANTIOXYDANT

<u>H. Hammouda</u>, ^a J.K. Chérif ^{a,b}, S. Guyot ^c, A. Baron ^b et M. Trabelsi-Ayadi ^a *E-Mail: cherif_j2000@yahoo.fr*

Six variétés des jus frais de pommes tunisiennes et trois variétés des jus commerciaux ont été étudiées sur la base de leur profil détaillé en polyphénols.

Les extraits des jus ont été lyophilisés afin d'évaluer la répartition et la variabilité des concentrations polyphénoliques (mg.L⁻¹) dans les jus des fruits frais et de commerce.

La séparation et l'identification des composés ont été réalisées par Chromatographie Liquide Haute Performance en Phase inverse (RP-HPLC). L'analyse des différents échantillons par RP-HPLC couplée à la thiolyse permet la détermination de la nature et la proportion des unités constitutives ainsi que le dosage des procyanidines ⁽¹⁾. En outre, elle donne l'accès au calcul de leur degré de polymérisation moyen (DPn flavan-3-ols/procyanidines) ⁽²⁾. L'étude structurale de quelques composés phénoliques a été réalisée par spectrométrie de masse (LC-MS, LC-MS², LC-MS³) équipée d'une source d'ionisation Electrospray (SIE) en mode négatif.

Enfin, l'estimation du pouvoir antioxydant total a été effectuée par la méthode de FRAP. Les jus frais (entre 1758±76 et 3950±104 μM, n=9) ont un pouvoir antioxydant supérieur à celui des jus commerciaux (entre 996± 47 et 1568±19 μM, n=9).

<u>Mots clés : </u>: Jus de pomme, polyphenols, HPLC, RP-HPLC thiolyse, LC-MS, Antioxydant, FRAP Bibliograppie :

⁽a) Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources Naturelles et à l'Environnement (LACReSNE), Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna-Bizerte, Tunisie.

⁽b) Institut préparatoire aux Études d'Ingénieurs de Tunis (IPEIT), Monfleury 1008 Tunis—Tunisie.

⁽c) Unité de Recherches Cidricoles, Biotransformation des Fruits et Légumes, Institut National de la Recherche Agronomique, B.P. 35327, 35653, Rennes Le Rheu, France

^[1] S Guyot. N.Marnet, D. Laraba, P.Sanoner; Reversed-phase HPLC following thiolysis for quantitative estimation and characterization of the four main classes of phenolic compounds in different tissue zones of a french cider apple variety (Malus domestica var. Kermerrien). Journal of Agricultural and Food Chemistry. 46, 1998; 1698-1705.

^[2] S. Guyot, N. Marnet, P.Sanoner, J.F Drilleau. *Variability of the Polyphenolic Composition of Cider Apple (Malus domestica) Fruits and Juices*. J. Agric. Food Chem. 51, **2003**; 6240-6247.

ETUDE CONDUCTIMETRIQUE DE Na₃FSO₄

Ahmed Hichem Hamzaoui¹, Khaled Ben Sâad³, Mokhtar Ferid² et Adel M'nif¹ 1-Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération (LVRNMR), CNRSM, Technopôle de Borj Cedria, BP95, 2050 Hammam-Lif

- 2-Unité de Recherches de Matériaux de Terres Rares Centre National des Sciences de Matériaux (CNRSM), Technopôle de Borj Cedria, BP95, 2050 Hammam-Lif
- 3-Laboratoire Laboratoire de l'énergie et des semi-conducteurs, Centre de recherche de technologie de l'énergie. Technopôle de Borj Cedria, BP95, 2050 Hammam-Lif

L'étude de la conductivité de Na3FSO4 a été effectuée dans le domaine de température allant de 240 à 400 °C en utilisant la spectroscopie d'impédance complexe. L'évolution de la conductivité en fonction de la température est du type Arrhenius σ.T = σο.exp(-Ea/k.T) de part et d'autre de la température Tt = 340°C. Les énergies d'activation sont 1,37 et 0,75 eV pour les domaines respectives T1 < Tt et T2 > Tt. De plus, on signale que la conductivité dans ce matériau passe de 1,47.10-6 à 5,08.10-5 S.cm-1 si la température augmente de 281 à 395°C. Les analyses thermiques ATD et ATG ont permis de montrer que ce changement de pente observé correspond à une modification du nombre de porteur de charge dû à un changement de la nature et du nombre de sites cationiques participant à la conduction.

Pour montrer les aspects dynamiques des phénomènes de transport ionique, on a fait appel au formalisme du modulus complexe M*=M'+jM''. La variation de sa partie imaginaire normalisée M''/M''max en fonction de la fréquence à différentes température montre un comportement en escalade caractérisé par un modèle asymétrique et large avec un passage de la mobilité des ions d'une courte distance à une longue distance lorsque la température augmente, un chevauchement parfait des différentes données si elles sont superposées étant donné que les distances à mi-hauteur sont égales et une surface à mi-hauteur FWHM est égale à 1,68 > 1,14 décades.

D'autre part, le temps de relaxation $\tau\sigma$ diminue en augmentant la température $(\tau\sigma(300^{\circ}\text{C})=8,80.10\text{-}7\text{s}$ et $\tau\sigma(400^{\circ}\text{C})=7,92.10\text{-}8\text{s})$. Cette diminution pourrait être expliquée par une augmentation du désordre. Le phénomène de relaxation est du type non Debye gouverné par la relation de Kohlrausch $\phi(t)=\exp[(-t/\tau\sigma)\beta]$ avec $\beta=0,68$. Ce type de conduction de relaxation suggère la possibilité de migration des ions à travers des sauts accompagnés par conséquent d'une dépendance entre le temps et la mobilité des autres porteurs de charges similaire rencontrés à son voisinage. Ce mécanisme de « Hopping » est confirmé par le comportement du type Arrhenius de la fréquence de relaxation fp = $1/2\pi\tau p$ = fo.exp(-Ef/kT) dont l'énergie d'activation Ef = Ea dans le domaine de température étudié.

EFFET DU BARBOTAGE D'UN GAZ OXYDANT SUR L'EXTRACTION DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE INDUSTRIEL AVEC LE MIBK

Hchaichi H., Hannachi A., et Ouederni A.

Département de Génie Chimique-Procédés, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès, Rue Omar Ibn Elkhattab, 6029 Zrig, Gabès, Tunisie.

L'acide phosphorique industriel produit par une attaque sulfurique du phosphate selon le procédé di-hydrate, contient plusieurs impuretés minérales et organiques. Ces substances organiques gênent le transfert de matière entre l'API et le solvant lors de l'opération d'extraction, étape clé du procédé de purification de l'acide. L'API doit donc subir un prétraitement destiné à réduire la teneur en composés organiques. Ce prétraitement est souvent réalisé par des procédés physiques et/ou chimiques permettant la fixation de la matière organique sur un substrat et/ou sa la minéralisation plus ou moins complète.

Dans ce travail on se propose d'étudier l'effet de l'association d'un traitement par un gaz oxydant lors de l'étape d'extraction. Les extractions ont été conduites dans un réacteur agité triphasique thermo staté en utilisant comme solvant le Méthyle Isobutyle cétone (MIBK). Ces extractions ont été réalisées en batch en présence et en absence de gaz oxydant. Le taux de solvant massique a été fixé à 1,5. Les extractions ont été réalisées à 40°C en respectant un nombre de Reynolds de l'ordre de 1600 et un nombre d'aération de l'ordre 0.01. Le temps d'extraction a été varié de 5 à 30 minutes.

Les analyses des différentes phases ont montré que la durée de barbotage à une influence sur la distribution de P_2O_5 et des impuretés de l'API. Il semble que l'extraction de l'acide est améliorée en présence du flux de gaz oxydant.

Cristallisation assistée par ultrasons :

Etude expérimentale et étude microscopique

Hassen Harzali^{1,2}, Olivier Louisnard¹, Fabienne Espitalier¹ et Arbi Mgaidi²
¹Ecole des Mines d'Albi, RAPSODEE, UMR 2392, 81013 ALBI Cedex 09, FRANCE.
²Faculté des Sciences de Tunis, Laboratoire de chimie inorganique et industrielle, Tunis
1060. TUNISIE

Des études antérieures, portant sur l'influence des ultrasons sur la cristallisation de produits minéraux et organiques, ont montré que les ultrasons permettaient de diminuer le temps d'induction, la largeur de la zone métastable et de modifier la taille, la forme et le nombre des cristaux formés. Bien que l'utilisation des ultrasons soit reconnue très efficace, l'origine microscopique de cet effet reste à ce jour inexplorée. Les ultrasons de puissance engendrent dans un liquide la naissance et l'oscillation très violente de milliards de petites bulles de gaz, phénomène appelé cavitation. Le cycle d'une de ces bulles sur une période acoustique consiste en une phase explosive suivie d'une implosion violente, à la fin de laquelle la pression peut atteindre 1000 atm au voisinage de l'interface. Nous soupçonnons ce phénomène très violent d'être à l'origine des effets observés, et plusieurs hypothèses sur les mécanismes mis en jeu peuvent êtres émis et sont proposées dans la littérature : refroidissement important et augmentation de la pression au voisinage de l'interface, évaporation du solvant dans la bulle et ségrégation des molécules ou des ions du soluté au voisinage de la bulle, lors de la phase implosive. Les trois premiers phénomènes peuvent modifier la sursaturation locale, $S = C/C * (T,P_0) + (\overline{v}_s - v_c)(P - P_0)(k_BT)$, en modifiant soit la concentration d'équilibre C^* pour la température et la pression soit la concentration du soluté C pour l'évaporation, modifiant ainsi la vitesse de nucléation. Quant à elle la ségrégation moléculaire pourrait modifier le mécanisme d'agrégation des ions ou des molécules du soluté modifiant ainsi le mécanisme de nucléation primaire.

Toutes ces hypothèses semblent être raisonnables et doivent être examinées. Pour cela différentes expériences de mesure de temps d'induction ont été menées avec différents solutés présentant une croissance ou une décroissance de solubilités en fonction de la température et de la pression.

CONTRIBUTION A LA VALORISATION DU LAURIER PROVENANT DU MAROC ET DE LA TUNISIE

Lassaad Hedhili¹, Zrira Saadia², Mehrez romdhane³, Manef Abderrabba¹

¹Unité de recherche de physico chimie moléculaire. IPEST la Marsa. Tunis . Tunisie

Le laurier noble « *Laurus nobilis* L. » appelé laurier-sauce, laurier vrai, laurier franc, laurier des cuisinières, laurier d'Apollon., est originaire de la région de la Méditerranée du sud et est largement cultivé principalement en Europe et aux Etats-Unis comme une plante ornementale. Au Maroc, on le trouve à l'état spontané dans le Nord du Maroc (Tangerois, jbel Alam, Larache) En Tunisie, cette plante est envoie de disparition. La seule région où elle existe encore à l'état naturel est celle de Zaghouane et « *kaf errand* » de la région de Cap Bon Tunisien. Le *Laurus azorica* (Seub.) est une espèce endémique du Maroc et des iles Canaries. Au Maroc, on la trouve à l'état spontanée dans la région de Beni-Mellal et de Ksibah. L'huile essentielle de L. nobilis de la région de Larache (Nord du Maroc) et de Zaghouan (nord ouest de la Tunisie) est caractérisée par les composés suivants: eucalyptol, linaol , ester de linalyle , eugénolmethylether , p-cymène. L'huile essentielle de *Laurus azorica* de la région de Béni-Mellal (maroc) a une composition assez proche : elle est plus riche en eucalyptol et en linalol. La composition de cette huile essentielle semble différente de celles de *Laurus azorica*, étudiées par d'autres auteurs, qui contiennent moins d'eucalyptol (10% et 12% respectivement).

Dans le présent travail nous chercherons, à rationaliser l'exploitation de cette plante dans ces deux pays en maîtrisant la production et la qualité commerciale de ses différents extraits. L'étude comprendra les parties suivantes :

- a) Délimiter l'aire de répartition des deux espèces de laurier aussi bien au Maroc qu'en Tunisie et caractériser chimiquement leurs huiles essentielles. Cette caractérisation nous a permis d'analyser et de comparer les différentes huiles essentielles et d'apprécier leurs qualités.
- b) Étudie l'effet des différents facteurs susceptibles d'influencer la production et la qualité commerciale de l'huile essentielle des deux espèces de laurier, tels que l'origine, la période de récolte, le milieu, le niveau de coupe, la partie de la plante, les traitements avant la distillation, etc.

²Laboratoire SUBNAROMES Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles. Institut Agronomique et Vétérinaire Hassaan II . Rabat . Maroc

³Unité de Modélisation, Analyse et commande des systèmes, Ecole Nationale d'Ingénieur, 6029 Gabés, Tunisie

CONTRIBUTION A L'ETUDE THERMODYNAMIQUE DU SYSTEME TERNAIRE AgNO₃-LiNO₃-NaNO₃

D. Hellali¹, D. Boa², H. Zamali¹, M. Jemal¹, J. Rogez³

Université d'Abobo-Adjamé, UFR SFA, 02 BP 801 Abidjan 01, Côte d'Ivoire.

La création de banques de données basée sur la compilation des données expérimentales disponibles et sur l'optimisation des paramètres résultant de la cohérence entre toutes les données thermodynamiques et les diagrammes de phases est de nos jours la préoccupation des laboratoires spécialisés. Dans cette optique, notre laboratoire s'intéresse aux diagrammes de phases binaires et ternaires à base de nitrates d'alcalins.

Ce travail concerne les systèmes binaires à base de nitrate d'argent, de lithium et de sodium et le système ternaire correspondant.

Comme la détermination expérimentale d'un diagramme de phases d'un système ternaire nécessite un nombre très élevé de mesures et l'emploi de différentes techniques telles que l'analyse thermique directe et différentielle, la radiocristallographie à différentes températures, ...etc..., nous avons choisi la méthode actuellement retenue qui, s'appuie sur des calculs thermodynamiques et permet de réduire le nombre de mesures expérimentales.

En effet, la compilation de toutes les données expérimentales brutes relatives aux corps purs et aux mélanges binaires permet d'étudier la cohérence entre les données thermodynamiques et les diagrammes de phases des différents systèmes binaires limitrophes d'un système ternaire. Les résultats obtenus pour les binaires sont alors utilisés pour l'estimation de leur ternaire. Le diagramme de phases calculé est confronté par la suite aux données expérimentales relatives à ce dernier.

Nous avons étudié et optimisé au moyen d'un logiciel approprié (THERMOCALC) les données thermodynamiques relatives aux binaires (Ag, Na)NO₃, (Ag, Li)NO₃ et (Na, Li)NO₃. L'étude du ternaire (Ag, Li, Na)NO₃ a nécessité, en plus des données expérimentales disponibles, d'une part l'établissement de l'isoplèthe $X_{AgNO3}/X_{liNO3} = 3/2$, et d'autre part, des mesures ponctuelles pour localiser les points invariants ternaires. Ces mesures ont été réalisées au moyen d'un DSC822 de type METTLER.

¹Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar. Campus universitaire-2092 - El Manar II.

² Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie du Milieu.

³Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence, UMR 6242 CNRS, Université Paul Cézanne Provence et Sud Toulon-Var, Av. Escadrille Normandie-Niemen, 13397 Marseille Cedex 20, France.

SYNTHESE ET ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE ET STRUCTURALE D'UN NOUVEAU CYCLOTETRAPHOSPHATE [o-C₂H₅C₆H₄H₃]₄P₄O₁₂.2H₂O

H. Hemissi, S. Abid et M. Rzaigui

Laboratoire de chimie des Matériaux, Faculté des sciences de Bizerte 7021-Zarzouna-Bizerte, Tunisie.

La synthèse des phosphates associés aux molécules organiques est en plein essor pour l'intérêt que portent de nombreux domaines d'applications à ce type de matériaux. A titre de contribution à l'étude de ces composés hybrides, nous rapportons dans la présente communication la synthèse et l'étude d'un nouveau cyclotétraphosphate organique $[o\text{-}C_2\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{H}_3]_4\text{P}_4\text{O}_{12}.2\text{H}_2\text{O}$. L'étude par diffraction des rayons X sur monocristal révèle que ce composé cristallise dans le système monoclinique $P2_1/a$ avec les paramètres de maille $a=15,625(8),\ b=8,479(3),\ c=15,899(8)$ Å, $\beta=111,46(4)^\circ,\ Z=2$ et V=1960(2) ų. Sa structure est résolue aux facteurs de reliabilité R=0,049 et $R_w=0,055$ en utilisant 2860 réflexions indépendantes. L'arrangement atomique est décrit par une organisation des chaînes anioniques formées par les anions phosphoriques $P_4O_{12}^{\ 4^-}$ et les molécules d'eau qui s'étendent suivant la direction \vec{b} . Les cations organiques se fixent de part et d'autre de ces chaînes à travers des liaisons hydrogène N-H...O pour assurer la cohésion et la stabilité de l'édifice cristallin. En plus de l'étude par diffraction des rayons X, une caractérisation par spectroscopie d'absorption IR et analyse thermique du composé élaboré est également rapportée.

CRYSTAL STRUCTURE AND DFT CALCULATIONS OF THE ENERGY BAND AND OPTICAL PROPERTIES OF DYSPROSIUM MONOPHOSPHATE DyPO₄

K. Horchani-Naifer and M. Férid

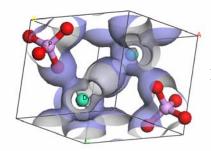
Unité de Recherches de Matériaux de Terres Rares, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, B.P. 95 Hammam-Lif, 2050, Tunisie.

Correspondant author e-mail: karima.horchani@inrst.rnrt.tn

Abstract

Dysprosium monophosphate crystals of DyPO₄ have been synthesized by high temperature solid-state reactions and structurally characterized by single crystal X-ray diffraction analysis. On the basis of crystallographic data of DyPO₄, the calculation of electronic band structures and density of states were made with the density functional theory (DFT) using one of the three non local gradient corrected exchange-correlation functionals (GGA-PBE) and performed with the CASTEP code [1, 2] which uses a plane wave basis set for the valence electrons and norm-conserving pseudopotential [3] for the core states. The calculated results by DFT indicate that the compound DyPO₄ is insulator with a band gap of 2.5 eV. What is more, the bonding and optical properties were also investigated with the CASTEP code.

The calculated total and partial densities of states indicate that the top of valence bands is mainly built upon O-2p states which interact with P-3p states via $\sigma(P-O)$ interactions, and the low conduction bands mostly originates from unoccupied Dy-5d states. The P-O bond is mostly covalent in character, and those between Dy and O atoms are significantly ionic.



Electron density of DyPO₄

^[1] M. Segall, P. Lindan, M. Probert, C. Pickard, P. Hasnip, S. Clark, M. Payne, Materials Studio CASTEP version 2.2, (2002).

^[2] M.D. Segall, P.L.D. Lindan, M.J. Probert, C.J. Pickard, P.J. Hasnip, S.J. Clark, M.C. Payne, J. Phys.: Condens. Mater. 14 (2002) 2717.

^[3] D.R. Hamann, M. Schluter, C. Chiang, Phys. Rev. Lett. 43 (1979) 1494.

NOUVELLE METHODE DE SYNTHESE D'UNE ARGILE ANIONIQUE

Khaled Hosni*, Ezzeddine Srasra

Centre des Recherches en Sciences des matériaux, Pôle technologique de Borj Cedria, BP 95 - C.P 2050 -Hammam-Lif. Tunisie

* E-mail: hosnikhaled@gmail.com

Résumé:

Dans ce travail, nous avons utilisé la dolomite en tant que source de magnésium pour préparer, par une nouvelle méthode, des hydroxydes doubles lamellaires (noté LDHs acronyme de layered double hydroxyde). Ces matériaux sont constitués de feuillets à base de magnésium et d'aluminium contenant des anions carbonates intercalés. Plusieurs techniques sont utilisées pour caractériser les échantillons synthétisés à savoir la diffraction des rayons X, la spectroscopie infrarouge (IR) et la thermogravimétrie (ATG).

Les résultats expérimentaux montrent que le pH, le rapport M^{2+}/Al^{3+} , et la température de réactions sont des facteurs déterminants de synthèse qui orientent les propriétés structurales et texturales des LDHs. Les conditions optimales trouvées pour synthétiser l'hydrotaleite pure sont : un pH = 9,5, un rapport dolomite/Al = 1 et une température de 150°C.

L'application de cette hydrotalcite dans le domaine de déphosphoration a été étudiée. Les résultats expérimentaux, ont montré que l'élimination des ions phosphate en solution aqueuse par l'argile anionique est rapide, simple et efficace. Les conditions optimales pour une déphosphoration performante sont : un temps de réaction = 3h, un pH compris entre 6 et 8 et un rapport solide/liquide = 4.

Mots-clés: hydrotalcite; dolomite; effet mémoire; DRX; adsorption; déphosphoration.

ELABORATION, PROPRIETES STRUCTURALES, OPTIQUES ET SPECTROSCOPIQUES DE Gd₂O₃ DOPE Eu³⁺

Sana Hraiech, Karima Horchani-Naifer, Mokthar Férid

Unité des Matériaux de Terres Rares, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, BP 95, 2050 Hammam-Lif, Tunisia

Les lanthanides ou les éléments de terre rare forment un groupe d'élément particulier du tableau périodique, ils présentent des propriétés spectroscopiques intéressantes. Ces ions trouvent de nombreuses applications dans des domaine aussi divers que la télévision couleur, les écrans à plasma, les lampes fluorescentes, les fibres optique, les matériaux lasers etc...

Parmi ces ions nous avons choisi d'utiliser l'ion Eu^{3+} comme activateur. Cet ion luminescent est bien connu pour émettre une fluorescence rouge, en général très intense, vers 600 nm attribuée à l'émission ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$. L'ion europium est très utilisé dans les techniques d'affichage et d'éclairage. De nombreux travaux [1-3] ont été publiés sur les propriétés de luminescence de l'ion europium.

Dans ce cadre, nous nous sommes intéressés à la préparation de l'oxyde de gadolinium Gd_2O_3 non dopé et dopé avec l'ion europium à différentes concentrations. Deux méthodes d'élaborations : la méthode de l'état solide et la méthode de combustion, ont été adaptées à la croissance de ces matériaux sous forme de poudres. Le contrôle des phases est effectué par diffraction de rayons X, deux phases ont été obtenues, une phase cubique et une phase monoclinique.

L'excitation à 254 nm de ces composés à 300 K, nous a permis d'enregistrer une émission rouge caractéristique de l'ion europium (Eu³⁺). Les spectres d'émission indiquent que l'ion Eu³⁺ peut occuper plus qu'un site dans les deux phases.

Références

- [1] S. Hraiech, F. Chehimi-Moumen, M. Trabelsi-Ayadi, Oriental Journal of Chemistry. 23(3), (2007) 809-814
- [2] M. Ferhi, K. Horchani-Naifer, M. Férid, Journal of Luminescence, 128, 11 (2008) 1777-1782
- [3] R. El Ouenzerfi, C. Goutaudier, M.Th. Cohen-Adad, G. Panczer, G. Boulon, Journal of Luminescence 102-103 (2003) 426-433.

CARACTERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES ET STRUCTURALE D'UN NOUVEAU ORGANOBISMUTHATE [C₆H₄(NH₃)₂]₂Bi₂I₁₀

Chakib HRIZIa, Habib FEKIb, Younes ABIDb et Slaheddine CHAABOUNIa

a : Laboratoire des sciences des matériaux et d'environnement

b : Laboratoire de physique appliquée

Un composé stable de formule chimique $[C_6H_4(NH_3)_2]_2Bi_2I_{10}$ a été synthétisé par évaporation lente d'un mélange équimolaire de 1,4-phénylènediamine, une solution de trinitrate de bismuth $Bi(NO_3)_3$ et une solution de HI concentrée selon la réaction suivante :

$$2 C_6 H_4 (NH_2)_2 + 2 Bi(NO_3)_3 + 10 HI$$
 [C₆H₄(NH₃)₂]₂Bi₂I₁₀ + 6 HNO₃

La composition chimique de ce composé a été vérifiée par microscopie électronique à balayage, spectroscopie infrarouge, photoluminescence et par diffraction des rayons X sur monocristal.

L'étude radiocristallographique du matériau choisi nous a permis de résoudre la structure de notre composé avec des facteurs de reliabilités assez satisfaisants : R = 0,0597 et wR = 0,1650. Ce composé cristallise dans le système monoclinique de groupe d'espace $P2_1/n$, la structure est formée par deux cations de 1,4-phénylènediammonium et d'entités binucléaires $[Bi_2I_{10}]^{4-}$. Ces derniers sont formés par deux octaèdres légèrement distordus mettant en communs une arête, et qui occupent des positions spéciales avec un centre de symétrie au centre de l'arête I_1 - I_1^i (i: -x+1, -y+1, -z+1), ayant pour résultat le dimère centrosymétrique $[Bi_2I_{10}]^{4-}$ qui est situé sur un centre cristallographique d'inversion.

Une étude comparative du modèle expérimental avec un modèle théorique donné par une modélisation moléculaire moyennant un programme approprié nous a permis de s'assurer de la concordance entre les deux modèles.

ELECTROCATALYTIC HYDROGENATION AND HYDROGENOLYSIS OF AROMATIC HALIDES BY RANEY NICKEL IN THE PRESENCE OF DIFFERENT SURFACTANTS

¹H. Ilikti, ¹T. Benabdallah, ¹S. Boukreris, ¹R. Aouad and ²E. S. H. El Ashry

1 Université des Sciences et de Technologie d'oran, faculté des Sciences, Département de Chimie, Bp 1505 EL Menaouer Bir el Djir oran Algerie 2 Université d'Alexandrie

Abstract:

Electrocatalytic hydrogenolysis and hydrogenation of 4-halophenols, 4-chloroaniline and chloronitrobenzene have been investigated in aqueous media using different surfactant agents on two kinds of cathodes investigated on, Raney nickel electrode and carbon electrode.

The catalysts for hydrogenation can be also used in hydrogenolysis of C–C and C–X (X=O, N, S and halogens) to cleave bonds. The same process is used for the deprotection of alcohols benzyl ethers.

Competition between the hydrogenation and the hydrogenolysis depends on three factors; the nature of the catalyst, the experimental conditions and the substrates.

The hydrogenolysis follow the same pattern as the hydrogenation, both are taking place under high pressure for classical hydrogenation or atmospheric pressure for electrocatalytic hydrogenation.

Hydrogenolysis of organic halides has shown to take place in presence of Ni–Al or Co–Al alloys in strong basic media. The hydrogen generated from Ni–Al alloy with NaOH had been found to affect the aromatic rings of halophenols during the hydrogenolysis.

Electrocatalytic hydrogenolysis (ECHS) can proceed as electrocatalytic hydrogenation (ECH) by using Ru or Rh as catalytic electrodes in the hydrogenolysis of aryl-halides.

The use of Raney Ni in the electrocatalytic hydrogenolysis of C–O bond was also reported [7]. It was reported that the hydrogenolysis proceeded in basic medium better than in acidic and neutral media, and polar solvents such as alcohols enhanced the hydrogenolysis. Elevated temperatures increased the yield of hydrogenolysis in general.

In our previous work on the catalytic hydrogenation of: iodophenol, the presence of cationic surfactants instead of organic solvents had showed better results. On the basis of these findings, the effect of surfactants on electrocatalytic hydrogenolysis of various aromatic halides has been investigated.

Key words: Hydrogenation, hydrogenolysis, aromatic halides, surfactants

NOUVEAU POLYMERE SEMI-CONDUCTEUR A BASE DE DISTYRYLBITHIOPHENE : SYNTHESE, PROPRIETES ET APPLICATION

Nejmeddine JABALLAH, a Saloua CHELLY, a Mustapha MAJDOUB, a Jean-Louis FAVE

^a Laboratoire des Polymères-Biopolymères-Matériaux Organiques (LPBMO), Faculté des Sciences de Monastir, Bd. De l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie

b Institut des NanoSciences de Paris (INSP), Université Paris 6 et 7 et CNRS, 140 rue de Lourmel, 75015 Paris, France

e-mail: nejm_1@yahoo.fr

Le poly(*p*-phénylènevinylène) (PPV) et le polythiophène (Pth) représentent deux types de polymères conjugués semi-conducteurs parmi les plus prometteurs. Actuellement, ils sont très exploités en élaboration des diodes électroluminescentes, ¹ des cellules photovoltaïques ² et des capteurs chimiques. ³ L'atout de ces matériaux est la possibilité de moduler, au choix, leurs propriétés physiques en agissant sur la structure macromoléculaire. ⁴ La structure du polymère que nous décrivons dans cette contribution (**PPVTh**) est une combinaison de celles des PPV et PTh:

Ce polymère a été synthétisé via la polycondensation de Wittig et sa structure a été confirmée par spectroscopies RMN et IR-TF. Il est totalement soluble dans le chloroforme et le tétrahydrofurane. Il est filmogène, amorphe et thermiquement stable jusqu'à 260 °C. En film mince, il absorbe à 414 nm et émet dans le vert avec un maximum à 543 nm. Les valeurs des niveaux d'énergie des HOMO et LUMO ont été déterminées par voltampérométrie cyclique et valent - 5,16 et - 2,29 eV, respectivement. Le gap est alors égal à 2,87 eV et permet de classer **PPVTh** parmi les matériaux semi-conducteurs. Une diode électroluminescente multicouches de structure ITO/PEDOT:PPS/**PPVTh**/Bathocuproine/Al a été élaborée et caractérisée. Une lumière verte a été détectée (536 nm) sous une tension de 42 V.

Mots clés : poly(*p*-phénylènevinylène), poly(thiophène), polymères photoluminescents, semiconducteurs, diodes électroluminescentes organiques.

² J. L. Segura, N. Martin, D. M. Guldi, Chem. Soc. Rev. (2005) 34:31.

¹ L.S. Hunga, C.H. Chen, Mater. Sci. Eng. R (2002) 39:143.

³ U. Lange, N. V. Roznyatovskaya1, V. M. Mirsky, anal. Chim. acta (2008) 614:1.

⁴ A. Kraft, A. C. Grimsdale, A. B. Holmes, Angew. Chem. Int. Ed. Eng. (1998) 37:402.

Growth, X-ray single crystal and Vibrational study of a new Rubidium - Bismuth polyphosphate RbBi(PO₃)₄ Comparison with the polyphosphate NaBi(PO₃)₄

K. Jaouadi^{(1)*}, N. Zouari⁽¹⁾, and T. Mhiri⁽¹⁾

(1) Laboratoire de l'Etat Solide, Faculté des sciences de Sfax, Université de Sfax, 3018, Sfax, Tunisie.

* E-mail address: khaledjaouadi@Yahoo.fr

Abstract

Solid-solution studies in the ternary $Rb_2O - Bi_2O_3 - P_2O_5$ system, carried out in a search for inorganic materials have a considerable interest mainly for their optical properties, specifically in laser technology, yielded the new compound $RbBi(PO_3)_4$ (Rubidium-Bismuth polyphosphate). Single-crystal X- ray measurement (performed at room temperature) revealed that $RbBi(PO_3)_4$ crystallizes in space group $P2_1/c$ with a structural type IV and has lattice parameters a = 10.430 (5), b = 8.984 (4), c = 12.967 (4) Å and $\beta = 126.1$ (3)°. The title compound has a unit-cell volume of 981.6 (7) ų and four formula units per cell, giving a calculated density of 4.130. The all eighteen atoms were located in the asymmetric unit. Refinement using anisotropic temperature factors for all atoms yielded weighted residuals based on F and F^2 values, respectively, of $R_1 = 0.0131$ and $WR_2 = 0.0252$ for all observed reflections. The atomic arrangement can be described as a long chain polyphosphate organization, helical ribbons $(PO_3)_n$. Two types of infinite chains, with a period of eight PO_4 tetrahedra run along the longest unit-cell directions. Bismuth atoms have eightfold coordination while rubidium atoms have teen oxygen neighbors.

In comparison, the compound NaBi(PO₃)₄ [1] is monoclinic P2₁/n with a structural type II and with the following unit cell dimensions: a = 7.194 (1) Å, b = 13.097 (2) Å, c = 9.858 (2)Å, $\beta = 90.43$ (1)°, V = 928.8 (3) Å³, Z = 4 and $d_{cal} = 3.918$. The structure was solved from 3097 independent reflections with $R_1 = 0.0211$ and $WR_2 = 0.0527$, refined with 164 parameters. The atomic arrangement can be described as a long chain polyphosphate organization, helical ribbons (PO₃)_n.. The ribbons run along the shortest unit-cell directions with a period of four tetrahedra. Bismuth atoms have eightfold coordination while Sodium atoms have seven oxygen neighbours.

Infrared and Raman spectra at room temperature of the new compound $RbBi(PO_3)_4$, were investigated respectively in the frequency range 400 - 1500 and 10 - 1400 cm⁻¹, show clearly some characteristics bands of infinite chains structure of PO_4 tetrahedra linked by a bridge oxygen.

<u>Keywords</u>: Inorganic materials, Polyphosphate, Chemical synthesis, Crystal structure, X-ray diffraction, IR and Raman

Reference: [1] K. Jaouadi, N. Zouari, T. Mhiri and M. Pierrot, Journal of Crystal Growth, 273 (2005) 638.

BIOACCUMULATION DES METAUX LOURDS PAR *L'ARTEMIA*SALINA SUR DEUX POPULATIONS DE SEBKHA MOKNINE ET SEBKHA SIDI EL HENI

Hela JAZIRI*; Halim HAMMI**; Adel M'nif**; Med Salah ROMDHANE*

* Unité de recherche Ecosystème & Ressources Aquatiques Institut National Agronomique de Tunisie

43, Avenue Charles Nicolle 1082 Tunis *E-mail*: romdhane.medsalah@inat.agrinet.tn

** Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération Centre de Recherche en Sciences des Matériaux Pôle Technologique de Borj Cedria B.P.95 - 2050 Hammam-Lif. République E-mail: mnif.adel@inrst.rnrt.tn

Dans ce présent travail on s'intéresse à l'étude de la bioaccumulation des métaux lourds par un microorganisme vivant dans les milieux hyper salins « *Artémia salina* ». Notre étude a été réalisée sur deux populations tunisiennes d'*Artémia* à savoir la population de Moknine et de Sidi El Heni.

Après caractérisation physico-chimique des saumures des 4 stations étudiées (MK₁, MK₂, SH₁, SH₂), nous avons suivi l'évolution des différents ions majeurs (Ca²⁺, Mg²⁺, SO₄²⁻, K⁺, Na⁺ et Cl⁻), au cours de l'évaporation isotherme à 35°C. En plus nous avons procédé à l'identification des sels obtenus par DRX ainsi que le suivi de l'évolution des métaux lords au cours du temps. L'exploitation des résultats obtenus, on montré que la station MK₁ contient les concentrations les plus élevées des métaux lourds dosés, pour l'interaction du sel avec l'*Artémia* on a remarqué la mortalité de l'Artémia dés la première séquence de cristallisation.

La deuxième partie de cette étude est consacrée à l'effet de la salinité sur l'Artémia, à l'issue de laquelle, on a pu conclure que l'Artémia salina peut supporter une salinité de 300‰ pendant 13 jours d'une part et d'autre part qu'elle a survécu plus longtemps pour les salinités 100 et 150 ‰. Mais les individus de Sidi El Heni sont plus résistants que ceux de Moknine.

Dans la dernière partie, on a déterminé la concentration létale CL50 pour les deux métaux les plus toxiques, à savoir le cadmium et de chrome. Les résultats ont montré que le chrome est plus toxique que le cadmium pour l'Artémia adulte et les nauplii ainsi que l'Artémia est très résistante au cadmium car elle supporte des concentrations qui peuvent atteindre les 250mg/L pour les adultes et 30mg/L pour les nauplii.

Synthèse et caractérisation structurale par DRX et RMN 31 P des phosphates Na_{2,5}Mg₇M_{0,5}(PO₄)₆ (M = Y, Er, Yb) à structures type fillowite

Hasna JERBI, Khiem TRAD, Mongi BEN AMARA

U.R. Matériaux inorganiques, Faculté des sciences de Monastir, Tunisie E-mail : hasna jerbi@yahoo.fr.

Dans le cadre de la recherche de nouveaux monophosphates de terre rare appartenant au système Na₃PO₄-Mg₃(PO₄)₂-MPO₄ (M = Y, Er, Yb), des composés de formule générale Na_{2,5}Mg₇Mg₇M_{0,5}(PO₄)₆ (M = Y, Er, Yb) ont été préparés par la méthode de flux. L'étude structurale effectuée par diffraction des rayons X sur monocristaux a montré qu'ils cristallisent dans le système trigonal avec le groupe d'espace R-3 et que leur structure est apparentée à celle de la fillowite minérale de formule générale Na₂Ca(Mn,Fe)₇(PO₄)₆ [1]. La structure peut être décrite sur la base de trois rubans parallèles à la direction [001]. Les deux premiers sont formés exclusivement de polyèdres oxygénés de magnésium, d'yttrium et de sodium connectés à travers de sommets, d'arêtes et de faces. Le troisième est constitué d'une alternance de tétraèdres PO₄ et de polyèdres oxygénés partiellement occupés par le magnésium. Ces trois files s'associent par la mise en commun de sommets et d'arêtes pour former un réseau tridimensionnel assez complexe.

L'examen de la distribution cationique a montré qu'elle est corrélée à la taille de l'élément trivalent. En effet, l'yttrium occupe totalement deux sites cristallographiques indépendants et partage un troisième avec le sodium. En revanche, l'erbium et l'ytterbium, de taille plus petites partage, chacun, deux sites supplémentaires avec le magnésium.

Bien que la structure comporte six tétraèdres PO₄ cristallographiquement indépendants, la déconvolution du spectre RMN du solide du phosphore ³¹P du composé de l'yttrium révèle l'existence de neuf pics. Ce résultat s'explique par l'existence d'un désordre partiel dans le site occupé par le sodium et l'yttrium. Ce qui modifie localement les environnements de trois phosphores parmi les six dénombrés dans la structure.

[1] T. Araki, P. B. Moore, *American Mineralogist*. 66, 287-242(1981).

Synthèse de quinoléines phosphonatées

Nourchaine Jelaiel, Mohamed Lotfi Efrit

Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique Département de chimie, Faculté des Sciences de Tunis 2092-Tunisie

La synthèse de quinoléines suscite depuis des années un intérêt considérable en raison de leurs propriétés biologiques (1-4). L'introduction du motif phosphonate sur ces hétérocycles risque d'exalter ces propriétés.

La condensation mole à mole des β-cétophosphonates avec la 2-amino-5-chlorobenzophénone, réalisée sous reflux de toluène, en présence de quantité catalytique d'acide paratoluène sulfonique a permis d'isoler des quinoléines phosphonatées.

La réaction débute par une attaque du doublet de l'azote sur la fonction carbonyle pour conduire à l'imine correspondante qui se tautomérise. Les énamines formées peuvent évoluer de deux façons différentes et fournissent les hydroxyquinoléines correspondantes. Ces dernières se déshydratent spontanément au fur et à mesure de leur formation.

$$(RO)_{2}P-CH_{2}-C-R' + H_{2}N$$

$$Ph-C$$

$$(RO)_{2}P$$

$$(RO)_{2}P$$

$$(RO)_{2}P$$

$$(RO)_{2}P$$

$$(RO)_{2}P$$

R'=Me, R=Me; R=Et, R=Me: Rdt=71%, R=Et: Rdt=74% Pour (R=R'=Ph), la réaction fournit un produit unique.

Bibliographie

- (1) R. BONNETT et S.A. NORTH, Heterocyclic. Chem. 1987, 29, 341.
- (2) M. HADDEN et J.P. STEVENSON, Tetraheoron Lett. 1999, 40, 1215.
- (3) B.J. FREIXAS, Span ES 2, 010, 948. Chem. Abstr. 1991, 114, 185302p.
- (4) H. HAGEM; J. DUPUIS et B. WUERZER, German Offen DE 3, 628, 356. Chem. Abstr. 1988, *109*, 149370x.

ETUDE STRUCTURALE DE LA REGIOSELECTIVITE DES CYCLOADDITIONS DIPOLAIRE-1,3 D'ARYLNITRILOXYDES SUR LES ENAMINES D'INDANONE SUBSTITUEES

H. JELIZI^a, M. ASKRI^a, M.B. RAMMAH^a, M. KNOOR^b, C. STROHMANN^c

^aLaboratoire de Physique et-Chimie des Interfaces (LPCI/LCOH), Faculté des Sciences de Monastir, 5019 Monastir, Tunisie.

^bLaboratoire de Chimie des Matériaux et des Interfaces, Besançon.
^cInstitut für Anorganische Chemie der Universität Würzburg, Am Hubland, D-97074,
Würzburg, Germany.

Ce travail décrit la synthèse et la caractérisation des nouveaux composés qui résulte de la réaction de cycloaddition 1,3-dipolaire d'enamines d'indanone substituées <u>3a-c</u> avec les arylnitriloxydes <u>4d-f</u> dans le but d'accéder à des hétérocycles pentagonaux doués d'activités biologiques et pharmacologiques.

Les enamines d'indanone substituées <u>3a-c</u> se préparent par des réactions de condensation d'une amine secondaire sur une cétone cyclique en milieu acide selon le mode opératoire décrit par Koelsch et Coll¹.

L'étude structurale des cycloadduits obtenus confirme bien la régéospécificité de cette réaction en donnant lieu dans chacun des cas à une seule isoxazoline 5.

Les composés obtenus ont été identifiés par une étude spectroscopique en RMN 1D (¹H et ¹³C) et RMN 2D (NOESY et HMBC).

La régiochimie est confirmée par une étude radiocristallographique du cycloadduit 3bd.

[1]-Koelsch, Hocmmann, Le Claire; J. Ann. Chem.; 1943, 59.

SYNTHÈSE STÉRÉOSPECIFIQUE DES 1-ALKYL-2-ÉTHOXYCARBONYL-3-PHÉNYLAZIRIDINES

A. KAÂBI, B. OULD ELEMINE, R. BESBES et M. R. ENNIGROU

Laboratoire de synthèse organique par voie organométallique Faculté des sciences de Tunis Campus Universitaire-1060-Tunis-TUNISIE

Dans le cadre de ce travail, nous montrons que l'ester trans β -phénylglycidique 1 peut être transformer d'une façon stéréospécifique en trans 1-alkyl-2-éthoxycarbonyl-3-phénylaziridine 4 et ceci en deux étapes :

- La première étape permet d'accéder aux amino-alcools mono et diesters **2** et **3** par ouverture hautement stéréo et régiosélective de l'ester trans β-phénylglycidate d'éthyle par l'action d'amines primaires simples (R-NH₂, R= secondaire) et d'aminoesters.

Ph O
$$\frac{R-NH_2}{tBuOH}$$
 EtOOC, OH $\frac{2}{tBuOH}$ Ph NH $\frac{2}{tBuOH}$ Ph NH $\frac{2}{tBuOH}$ OH $\frac{2}{tBuOH}$ O

- Dans la deuxième étape, la mésylation de la fonction alcool des amino-alcools 2 et 3 a permis la substitution de celle-ci par un bon groupement partant ce qui nous a conduit directement aux aziridines 2-carboxylates d'éthyle 4 avec de bons rendements.

Y=R (secondaire), $C(R_1R_2)CO_2Et$.

Effect of hexanoic acid catalyst on the synthesis of TiO₂ co-doped by Rb⁺ and Y³⁺ using sol–gel process

W. Kallel, S. Bouattour, A.W. Kolsi

Laboratoire de l'Etat Solide, Facuté des Sciences de Sfax, B.P. 802-3018, Sfax, Tunisia

Abstract

Sol-gel process is frequently performed in the presence of an acid catalyst. Acids are supposed to increase the lability of protonated OR groups and favor electrophilic substitution. Carboxilic acids seem to play a specific role. They act as nucleophilic agents and react with the alkoxide giving rise to a new molecular precursor.

Three different sol-gel protocols are used in order to study the stability and cristallinity of the ternary system Y_2O_3 -Ti(OBu)₄-Rb₂CO₃. The samples are prepared using the following precursors Y_2O_3 , Ti(OBu)₄ and Rb₂CO₃. They are dissolved separately on a mixture of acetic acid/ hexanoic acid with different proportion of volume (100/0; 50/ 50 and 30/70).

Many techniques such as IR, ¹³C NMR, TGA/ DTA and XRD are used to characterize the xerogels and the final products. Results demonstrate that the introduction of the hexanoic acid during the sol step preparation is responsible of some changes on structural properties in the precursor gels. Moreover, according to the XRD results, the addition of this acid appears to reinforce the stability of the rutile form of TiO₂, since the anatase to rutile transformation occurs at lower temperature. The transformation sequence among anatase and rutile can also be related to their initial particle size, as this determines the thermodynamic stability of the polymorphs at ultra-fine sizes.

On the other hand, the increase of the amount of hexanoic acid results in a broadening of peaks indexed in the anatase phase. Whereas, Rb dopant seems to be better dispersed when the solvent is only acetic acid and the powder is sintered at 800°C

UNE NOUVELLE VOIE D'ACCES AUX BENZOPYRANO[2,3-c]ISOXAZOLES

Myriam Kammoun, Hamida Turki, Rachid El Gharbi

Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, 3038 Sfax, Tunisie. Fax : 0021674676606 e-mail : tur.hamida@yahoo.fr

Les benzopyranoisoxazoles sont des composés très recherchés dans le domaine pharmacologique eu égard aux diverses activités biologiques (antagoniste, antidépressante^[1, 2],...) qu'ils peuvent présenter. La principale méthode utilisée pour la préparation de ces composés est basée sur la transformation des chromènes sous l'action de l'hydroylamine qui conduit à des benzopyranoisoxazoles^[3,4] ayant une jonction de type [3,4-d] et [4,3-c].

benzopyrano [3,4-d] isoxazole

benzopyrano [4,3-c] isoxazole

Le travail faisant l'objet de la présente communication concerne la mise au point d'une nouvelle méthode de synthèse permettant d'accéder aux benzopyrano [2,3-c] isoxazoles. Cette méthode fait intervenir dans un premier temps la transformation par réaction Knoevenagel des 2-hydroxy benzaldéhydes en 3-cyano iminocouarines. Ces derniers sont aisément transformés en benzopyrano [2,3-c] isoxazoles sous l'action de l'hydroxylamine dans le chloroforme en présence de quantité catalytique d'acide acétique glacial.

benzopyranoisoxazoles ont été caractérisés par spectroscopies IR, RMN ¹H et RMN ¹³C.

¹⁻J. I. Andres, J.Alcazar, J. M. Alonso, A. I. De Lucas, L. Iturrino, I. Biesmans, A. A. Megens. Bioorganic. Med. Chem. Letteres, **2006**, 4361-4372.

²⁻ J. I. Andres, J. Alcazar, J. M. Alonso, R. M. Alvarez, M. H. Bakker, I. Biesmans, J. M. Cid, A. I. De Lucas, W. Drinkenburg, J. Fernandez, L. M. Font, L. Iturrino, X. Langois, I. Lenaerts, S. Martinez, A. A. Megens, J. Pastor, S. Pullan, T. Steckler. Bioorganic. Med. Chem. Letteres, **2007**, 3649-3660.

³⁻T. Ghosh, C. Bandyopadhyay. Thetrahedron Letters, 2004, 6169-6172.

⁴⁻V. Ya. Sosnovkikh, V. S. Moshkin, R. A. Irgashev. Tetrahedron Letters, 2006, 8543-8546.

ETUDE CINETIQUE DE L'HYDROLISE EN MILIEU ACIDE DE LA N-PROPANOYL-2,2-DIMETHYLAZIRIDINE

Madiha Kamoun Mhiria, Néji BESBESb, Mohamed Lotfi El Efrita.

^a Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092, El Manar, Tunis, Tunisie.

Les N-acylaziridines réagissent d'une part avec l'eau distillée pour conduire à des amidoalcools et d'autre part avec l'acide sulfurique concentré pour former des oxazolines. L'isomérisation de ces N-acylaziridines en allylamides est réalisée par chauffage dans le toluène à reflux alors que leur traitement par le gel de silice favorisent l'obtention de ces trois produits à la fois.[1]

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet de l'acidité du milieu réactionnel lors de l'hydrolyse de la N-propanoyl-2,2-diméthylaziridine 1 en utilisant des mélanges d'eau et d'acide sulfurique de concentrations variables, à la température ambiante et pendant des temps variables. Les résultats montrent que nous sommes en présence des trois produits 2, 3 et 4 résultant de l'ouverture régiospécifique du cycle aziridine du côté du carbone C2.

A partir des rendements de ces produits, nous pouvons suggérer qu'il y a une compétition entre la cyclisation intramoléculaire et l'attaque de l'eau sur le carbocation aliphatique tertiaire pour conduire à l'oxazoline 2 et l'amidoalcool 3 d'une part, et l'arrachement d'un proton d'un des groupes méthyles par l'anion amidate intermédiaire pour conduire à l'allylamide 4.

Références bibliographiques

[1] (a) N. Besbes, Tetrahedron Lett. 39 (1998) 4275 (b) N. Besbes, Tetrahedron Lett. 40 (1999) 6569; (c) N. Besbes, Bull. Pol. Ac. Sc. Chem. 49 (2001) 313; [6] (a) N. Besbes, P. Pale, J. Mar. Chim. Hétérocycl. 1 (2002) 60; (b) N. Besbes, 2^{ème} colloque Trans-Méditerranéen de Chimie Hétérocyclique, 20-24 Juin 2002, Bari, Italie.

b Unité de matériaux, Centre de Recherche et de Technologie, Technopole de Bordj Cédria, Hammam Lif, 2050 Tunisie. E-mail : besbesneji@yahoo.fr

LES COURANTS D'HYDROGENE MIS EN JEU LORS LA DEPOSITION DU TARTRE PAR VOIE ELECTROCHIMIQUE DANS L'EAU DE MER : EFFET DE LA TEMPERATURE ET DU POTENTIEL DE POLARISATION

KAROUI H.a,b; TLILI M. M.b; RIFFAUT B.a; GIL O.a; BEN AMOR M.b

- (a) IUT de Caen E.R.P.C.B. (EA3914) Campus II- Sciences 2- Université de Caen. Bd du Maréchal Juin 14032 CAEN Cedex. France
- (b) Laboratoire d'Entartrage et Physico-Chimie de l'Eau. Centre de Recherche et Technologie de l'Eau. Technopole Borj Cédria, Tunisie

La précipitation du carbonate de calcium par voie électrochimique a été imaginée pour la première fois par LEDION en 1969 [1] et développer par ce même auteur [2] dans l'objectif d'obtenir des couches recouvrantes stables, continues et compactes améliorant la tenue à la corrosion du métal sous-jacent. Ainsi, il a proposé pour la première fois le mécanisme électrochimique du dépôt de CaCO₃ admis jusqu'à nos jours. Pourtant toutes ces études se sont accordé à utilisées des électrodes en or ou platine, rare sont à utiliser des électrodes en acier ou même en Inox pourtant très présent dans l'environnement marin.

Afin d'étudier la précipitation du carbonate de calcium dans l'eau de mer standard (ASTM D1141) sur une électrode en inox, on s'est intéressé à déterminer les paramètres qu'on adoptera pour les futurs essais de précipitation du carbonate de calcium sur ce type d'électrode.

La formation du tartre par voie électrochimique est induite par la réduction électrochimique de l'oxygène dissous. Les ions hydroxydes formés sur la surface de l'électrode engendrent une augmentation du pH local ce qui provoque la précipitation du carbonate de calcium. Cette réaction s'accompagne par la réaction de dégagement de l'hydrogène qui pourrait perturber le dépôt formé. Une étude est menée dans une solution de d'eau de mer standard en absence de calcium et magnésium (réaction électrochimique sans dépôt) sur une électrode à disque tournant en inox dans la gamme de vitesse de 100 à 2500 tr/mn. L'étude montre qu'un potentiel de polarisation très cathodique et une température élevée favorisent un courant de dégagement d'hydrogène élevé.

TRAITEMENT D'UN MELANGE DE PESTICIDES PAR DIFFERENTS PROCEDES D'OXYDATION AVANCEE

<u>Aida KESRAOUI ABDESSALEM</u>^{1,2}, Nizar BELLAKHAL^{2,3}, Nihal OTURAN¹, Mehmet A. OTURAN¹, Mohamed DACHRAOUI

Dans ce travail nous avons comparé quatre procédés d'oxydation avancée, à savoir les procédés électro-Fenton avec anode BDD, électro-Fenton avec anode Pt, oxydation anodique et photo-Fenton. Le suivi par CLHP et COT a permis de déterminer la quantité de matière organique éliminée par chaque quatre technique, de comparer leur performances et enfin de suivre la cinétique de dégradation. L'analyse quantitative et le suivi de l'évolution des ions minéraux constituent une preuve supplémentaire de minéralisation.

Les résultats obtenus montrent que le procédé photo-Fenton permet de dégrader totalement les trois pesticides dans une durée de traitement assez court. Mais ce procédé présente un coût de fonctionnement élevé (ajout de produits et la consommation importante d'énergie de la lampe UV). Quant au procédé électro-Fenton (BDD), oxydation anodique et électro-Fenton (Pt), ils permettent de dégrader totalement tous les pesticides au bout de 90, 150 et 180 min respectivement. L'inconvénient des deux premiers procédés est l'utilisation de l'électrode BDD qui ne peut pas être utilisé, à ce jour, à l'échelle industrielle à cause de son coût élevée et sa fragilité. Quant au procédé électro-Fenton, il possède l'inconvénient de la diminution de l'efficacité du courant au cours du traitement, ainsi que le recyclage des ions ferriques en fin d'expérience. Les quatre procédés permettent d'atteindre des taux de minéralisation supérieurs à 93%. La vitesse de minéralisation du mélange est rapide par le procédé photo-Fenton suivi du procédé électro-Fenton (BDD). Du point de vue de coût de fonctionnement, le procédé électro-Fenton (BDD) semble être favorisé avec un faible coût de l'ordre de 88 dinars / m³.

Mots clés: Pesticides, Procédés d'oxydation avancée, Radicaux hydroxyles, Minéralisation.

¹ Université Paris-Est, Laboratoire Géomatériaux et Géologie de l'Ingénieur, Cité Descartes, 77454 Marne la Vallée Cedex 2, France.

²Laboratoire de Chimie Analytique et Électrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis-Tunisie.

³Département de Chimie et de Biologie Appliquées, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie (INSAT), B.P. N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.

NOUVEAUX COPOLYÉTHERS THERMOSTABLES SYNTHÉTISÉS SOUS MICRO-ONDES

A. Khabthani (a), H.Ben Romdhane (a) et R. Mercier (b)

(a) Laboratoire de Chimie Organique Structurale – Synthèse et Études Physicochimiques Faculté des Sciences de Tunis – Département de Chimie – 2092 El Manar – Tunisie (b) Laboratoire de Matériaux Organiques à Propriétés Spécifiques – CNRS UMR 5041 – 69390 Vernaison – France

Des polymères aromatiques et hétérocycliques ont vu le jour depuis les années 60 quand des besoins notamment dans les secteurs aérospatial et aéronautique se sont imposés afin d'alléger les structures et remplacer progressivement les métaux. Les noyaux aromatiques et hétérocycliques de structures rigides et conjuguées que présentent ces polymères engendrent des températures de transition vitreuses élevées, une bonne stabilité thermique et une bonne résistance à l'oxydation et aux agents chimiques [1]. Parmi ces polymères, les poly-aryléthers sont des thermoplastiques connus pour leur excellente combinaison de propriétés chimiques, physiques et mécaniques. Plusieurs types de ces polyéthers ont été mis au point à partir de bisphénols A et de monomères dihalogénés. Cette classe de matériaux continue à susciter une attention particulière pour des applications potentielles dans l'électronique, la microélectronique et d'autres domaines de haute technologie [2]. Cependant, la faible solubilité de ce type de matériaux rend, à un stade avancé de la réaction, leur polymérisation et ultérieurement leur mise en œuvre assez difficiles. Par conséquent, beaucoup d'efforts ont été entrepris pour la préparation de polyéthers aromatiques solubles.

Le travail que nous présentons ici s'inscrit dans ce cadre. Les polyéthers que nous avons mis au point appartiennent à deux familles :

- des polyéthers à base de bisphénols 2,2'-diallyliques et divers monomères dihalogénoaromatiques (Schéma1)

divers monomeres dinalogenoaromatiques (Schema1)

des copolymères à base de Bisphénols A,
de bisphénols 2,2'-diallyliques et de 4,4'-dichlorodiphénylsulfone (Schéma 2)

Schéma 1

Schéma 2

Nous nous sommes intéressés à l'emploi de bisphénols 2,2'-diallyliques car outre l'augmentation de solubilité que pourraient engendrer ces groupements allyles, ces derniers peuvent servir de sites pour déclencher la formation de réseaux tridimensionnels ou pour réaliser la modification chimique des chaînes linéaires.

Nous avons également profité de la technique de polymérisation sou irradiations micro-ondes pour synthétiser ces polymères car non seulement elle permet de gagner en temps de chauffage par rapport à la polycondensation "classique", mais aussi d'avoir un chauffage uniforme sans gradient de température dans tout le milieu réactionnel.

Tous ces polymères ont été caractérisés par RMN ¹H et ¹³C, chromatographie d'exclusion stérique, analyse calorimétrique différentielle et analyse thermogravimétrique.

- [1] B.Sillon, High Perform. Polym. 11, 417, 1999
- [2] Baijun Liu, Wei Hu, Yuhui Jin, Chunhai Chen, Zhenhua Jiang, Zhongwen Wu, Toshihiko Matsumoto, Akiko Matsumura, *Macromol. Chem. Phys.* 205, 1677, 2004

SYNTHESE ET ETUDE DU COMPORTEMENT EN MILIEU AQUEUX DE TENSIOACTIFS DERIVES DE SUCCINATE ETHERS COURONNE

A. Khalfallah, A. Ayari et A. Hedhli

Laboratoire de Chimie Moleculaire Organique Ecole Supérieure des Sciences et Techniques de Tunis, 5 Avenue Taha Hussein, Montfleury, 1008, Tunis, Tunisie

Les éthers Couronnes et leurs dérivés jouent un rôle important aussi bien dans le domaine de la science fondamentale qu'appliquée [1].

L'addition d'une chaîne latérale hydrophobe aux éthers couronnes peut conduire à des surfactants [2]. Lorsque la chaîne est perfluorée, les propriétés de surface du surfactant sont souvent exaltées.

Dans ce travail, nous décrivons la synthèse et l'étude des propriétés physico-chimiques de nouveaux surfactants fluorés 2.

La voie de synthèse adoptée pour la préparation de ces surfactants est illustrée dans le schéma réactionnel suivant:

Schéma

Etude de l'élimination du Chrome(VI) et du Plomb(II) par adsorption sur charbon actif *

K. ELMERZOUKI¹, <u>A. KHALIDI¹</u>, I. BIMAGRA¹, R. ABDELHEDI² P. TAXIL³, B. LAFAGE³, A. SAVALL³.

- 1- Laboratoire d'Electrochimie et Chimie Physique, Faculté des Sciences et Techniques Mohammedia, B.P 146 Avenue Hassan II-20650 Mohammedia, Morocco.
- 2- UR Electrochimie et Environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax BPW, 3038 Sfax-Tunisie
- 3- Université de Toulouse, INPT, UPS; Laboratoire de Génie Chimique, F-31062 Toulouse cedex 09, France.

Correspondant: khalidiabderrahim1@yahoo.fr

Résumé

Diverses méthodes d'élimination des métaux lourds des eaux usées ont été utilisées telles que : la microfiltration, la précipitation chimique, les dépôts électrolytiques, les échanges ioniques et les procédés à membrane mais ces méthodes restent limitées. Toutefois, l'adsorption sur charbon actif présente des avantages (efficace et facile à mettre en œuvre...).

Ce travail a pour objectif l'élimination du chrome hexavalent et du plomb bivalent par le charbon actif préparé (CAP). Différents paramètres expérimentaux ont été étudiés ainsi que la cinétique et les isothermes d'adsorption.

Les résultats expérimentaux ont montré que le charbon actif (CAP) est un adsorbant efficace du Cr(VI) et du Pb(II) avec des taux respectifs de capacité d'adsorption de 16,65 mg/g et 12,417mg/g. Les paramètres expérimentaux correspondant à la meilleure extraction des métaux est explicitée ont été optimisés.

L'étude cinétique de l'adsorption des ions Cr(VI) et Pb(II) par le CAP a montré que la réaction est rapide et d'ordre 2. L'adsorption des ions Cr(VI) par le CAP suit les modèles Temkin et Freundlish, mais l'adsorption des ions Pb(II) suit seulement le modèle Temkin.

Nous déduisons de ce travail que le CAP est une biomasse efficace et économique pour le traitement d'effluents industriels contenant des métaux lourds et notamment du chrome et du plomb.

*

Recherches effectuées dans le cadre du Programme Thématique d'Appui à la Recherche Scientifique PROTAS (III).

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND STUDIES OF POLY ELECTROLYT EFFECT OF AROMATIC AND SEMI-AROMATIC POLYAMIDES

N. KHELLAFI-KHALDI ab, G.TABAK b

a Département de chimie, Faculté des Sciences, Université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou b Laboratoire de Synthèse Macromoléculaire et Thio Organique Macromoléculaire, Faculté de Chimie, USTHB

E-mail: nassima012001@yahoo.fr

Abstract:

Aromatic and semi aromatic polyamides are best resistant polymers, that generally exhibit mechanical properties and excellent thermal and oxidative stability. Because of these proprieties, they are of major commercial and industrial importance.

The synthesis of polyamides from dicarboxylic acids and diamines is a well known reaction.

Several aromatic and semi aromatic polyamides were prepared in high yields by solution condensation reaction at low temperature from aromatic or aliphatic diamines and dicarboxylic acids or dichloride.

These polyamides moderate to high inherent viscosities and exhibit a polyelectrolyte effect when C is less then 0.2 g. dl⁻¹.

Synthesis is usually carried out in solution at low temperature (0-60°C)

Semi aromatic and fully aromatic polyamides were obtained often in low molecular weight samples. Amidation is very fast, lightly specific and irreversible. The goal of the present research was to prepare some aromatic and semi aromatic polyamides, to study the polyelectrolyte effect of these polyamides and to obtain polyamines by reduction of these polyamides.

STUDY OF MICROSTRUCTURAL, THERMAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF COLD CONSOLIDATED NANOCRYSTALLINE AL ALLOYS

M. Azabou⁽¹⁾, M. Khitouni*⁽¹⁾, M. Ghrib⁽²⁾, T. Ghrib⁽²⁾, N. Yacoubi⁽²⁾ and A.W. Kolsi⁽¹⁾.

- ⁽¹⁾ Laboratoire de Chimie Inorganique, Faculté des Sciences de Sfax, BP 802, 3018 (Tunisie).
- ⁽²⁾ Laboratoire Photothermique, El Mrazka 8000, Nabeul (Tunisie).

* Corresponding author : khitouni@yahoo.fr

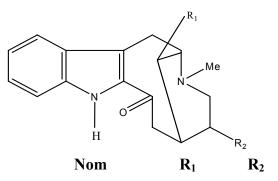
Abstract:

In the present study high energy mechanical milling followed by cold high-pressing consolidation has been used to obtain bulk nanocrystalline aluminum based alloys. Quantitative XRD analysis, Scanning electron microscopy and Vickers hardness were used to characterize the material evolution during thermal treatments in the temperature range 25-500 °C. The cold-worked structure has been synthesized with microstructure showing a mixture of a significant low size of crystallite and a high level of lattice strains. In addition, the elevated value of hardness which was obtained for the consolidated disks and the favorable comparison with the value measured for the same as-received alloy confirm the potential of the SPD technique when it is collected with high energy mechanical milling for producing higher performance materials. Starting from the nanocrystalline specimens, considered in this study, isochronal experiments were carried out to monitor the reserve transformations. One can observe that the experimental thermal conductivity and diffusivity of the Al alloys increased with annealing temperatures.

REVISION DE LA STRUCTURE DE LA TABERNEAMONTANINE

Imed koubaa, Houda Feki et Mohamed Damak Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles, Faculté des Sciences de Sfax B.P 1171, 3000 Sfax (Tunisie)

L'étude chimique de *Hazunta silicicola* nous a permis d'isoler, moyennement les différentes techniques chromatographiques (cristallisation, chromatographie sur colonne sous pression normale, CCE) 3 alcaloïdes α-acylindoliques : la Vobasine 1, la Méthuénine 2 et la Taberneamontanine 3. L'étude structurale de ce dernier par les différentes téchniques spectroscopiques (UV, IR, RMN1D (proton, carbone 13, DEPT), RMN 2D (HMQC, HBMC, NOESY) et RX) nous a permis de lever la confusion sur sa structure souvent confondue avec celle de la drégamine 4 et de corriger les attributions des déplacements chimiques en RMN du proton et du carbone 13.



<u>1</u> vobasine COOMe éthylidène

 $\underline{3}$ tabernaemontanine COOCH₃ éthyle β

 $\underline{\mathbf{4}}$ drégamine COOMe éthyle α

R₁ H N Me

TRANSPORT DE L'ACIDE SALICYLIQUE A TRAVERS UNE MEMBRANE A LIQUIDE SUPPORTE CONTENANT LES LIQUIDES IONIQUES COMME TRANSPORTEUR

Noura Kouki, Rafik Tayeb et Mahmoud Dhahbi

Laboratoire Eau et Technologies Membranaires, CERT Eaux, BP 273, Soliman8020, Tunisie. Tel +216(79)412798; Fax +216(71)430934; e-mail: mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn

Les membranes à liquides supportés (MLS) ont connu un grand intérêt ces dernières années pour le traitement de milieux liquides chargés en ions métalliques et molécules organiques. Les liquides ioniques ont été envisagés comme nouvelles alternatives des solvants organiques classiques. L'utilisation de ces liquides ; incarnant la chimie verte ; dans la phase membranaire a pour conséquence la stabilisation de MLS.

L'objectif de ce travail été de définir les paramètres optimaux pour l'extraction de l'acide salicylique par MLS contenant l'hexafluorophosphate de 1-hexyl-3-méthyl-imidazolium (C_6C_1 -im PF_6) ou le nitrate d'éthyl ammonium (NEA) comme liquide ionique.

La première partie a été consacrée à l'étude de l'extraction de l'acide salicylique à traves une MLS contenant le C₆C₁-imPF₆. L'efficacité du transport diminue quand le pH augmente indiquant que c'est la forme non dissocié de l'acide salicylique qui est majoritairement extraite. Pour les trois solutions réceptrices utilisées (NaCl, NaOH et Na₂CO₃) un transport incomplet non facilité a été mentionné. Ce transport incomplet est le résultat de la formation de microenvironnements d'eau dans la membrane liquide ionique (micelles inverses).

Dans la deuxième partie on a présenté les résultats relatifs à l'étude de l'extraction de l'acide salicylique à traves une MLS contenant le NEA. L'acide salicylique est transporté sous sa forme ionique par un mécanisme d'échange anionique puisque l'efficacité du transport augmente quand le pH augmente. Une solution de NaCl à faible concentration s'avère comme la plus adéquate pour réextraire l'acide salicylique complexé par le NEA. Le même phénomène de formation de microenvironnements d'eau a été noté. Par comparaison de flux de transport entre les deux liquides ioniques, l'utilisation de NEA comme liquide ionique contenu dans la MLS parait plus efficace que le C₆C₁-imPF₆.

CONTRIBUTION DE LA SPECTROMETRIE DE MASSE MULTIETAGES A PIEGEAGE D'IONS DANS LA DETERMINATION DES ORIGINES DE FRAGMENTATION DES STEROÏDES.

S. Kraiem, M.H. Loueslati et N. Ben Hamida

Laboratoire National de Contrôle des Médicaments et de Dépistage du Dopage .11 bis rue Djebel lakhdar, bab Saadoun 1006 . Tunis Tunisia,

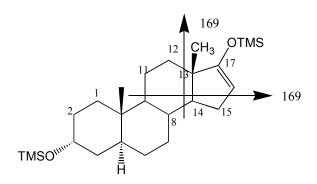
Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 1060 Tunis

Résumé

Les anabolisants comme la nandrolone et ses métabolites sont des substances dopantes appartenant à la famille des stéroïdes ayant un noyau estrane caractérisé par une fonction cétonique en position C-17.

La mise en évidence de ces substances dans les matrices urinaires par GC/MS repose sur l'identification de ses ions caractéristiques et en particulier l'ion de m/z 169. On a longtemps décrit que cet ion caractéristique est issu de la fragmentation de ces stéroïdes par clivage des liaisons entre les carbones 10-11, 13-14 et 15-16 et/ou les carbones 8-14 et 12-13 donnant lieu à l'ion $C_9H_{17}OSi$. Toutefois, l'étude de la fragmentation par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse multi-étages à piégeage d'ions (GC-MSⁿ), des métabolites de la nandrolone le 3α -hydroxy- 5α -estran-17-one (19-Norandrosterone) et le 3α -hydroxy- 5β -estran-17-one (19-Norethiocholanolone) ainsi que leurs homologues deutérés, nous a permis de mettre en évidence une deuxième voie de fragmentation conduisant à la formation de ce dernier.

Il ressort de cette étude que l'ion m/z 225 généré en MSⁿ par dissociations successives, conduit à l'apparition du fragment de rapport m/z=169 indiquant ainsi une autre voie de fragmentation.



3a-hydroxy-5a-estran-17-one

3α-hydroxy-5α-estrane-17-one

SYNTHESIS, CALORIMETRIC AND X-RAY POWDER CHARACTERIZATION OF THE MIXED SOLID SOLUTION Rb₂(SO₄)_{0.5}(SeO₄)_{0.5}Te(OH)₆

L. Ktari a*, M. Abdelhedi a, b, M. Dammak a, A. Cousson and A. W. Kolsi a

a- Laboratoire de l'Etat Solide (LES), Faculté des Sciences de Sfax, 3000 Sfax, Tunisia.
 b- Laboratoire Léon Brouillon, CEA Saclay, 91191 Gif-Sur-Yvette Cedex, France.
 *Email: liliaktari@yahoo.fr

Single crystals of $Rb_2(SO_4)_{0.5}(SeO_4)_{0.5}Te(OH)_6$ (RbSSeTe) were grown by slow evaporation from a mixture of telluric acid H_6TeO_6 and two solutions of rubidium sulphate and rubidium selenate prepared separately. The rubidium sulphate selenate tellurate solid solution (RbSSeTe) crystallizes in the monoclinic $P2_1/c$ space group. They were analyzed at room temperature using X-ray diffractometer data. The main feature of the atomic arrangement is the coexistence of three and different anions $(SO_4^{2-}, TeO_6^{6-} \text{ and } SeO_4^{2-} \text{ groups})$ in the unit cell, connected by hydrogen bonds which make the building of the crystal. The distribution of atoms can be described as isolated TeO_6 octahedra and SO_4 and/or SeO_4 tetrahedra occupying the same positions. The Rb^+ cations are located between these polyhedra. The molecular species present in the lattice are S/SeO_4^{2-} tetrahedra and TeO_6^{6-} octahedra disposed in a number of sheets.

The thermal analysis of the RbSSeTe compound show two distinct endothermal peaks at 421 and 498 K. X-ray powder diffraction data at different temperatures confirm that the first anomaly at 421 K can be attributed to a structural phase transition.

The high temperature phase for RbSSeTe solid solution is determined by x ray powder structural studies. In fact the structure of the (RbSSeTe) mixed compound is refined using the reitveld method. In the other hand, the x ray powder diffraction study at different temperatures confirms that both the two phase transitions at 421 and 498 K are reversible.

Iminium Activation in Organocatalysis: A Look Inside the "Black Box"

Sami Lakhdar, Roland Appel and Herbert Mayr

Department Chemie und Biochemie, Ludwig-Maximilians-Universität, Butenandtstr. 5–13 (Haus F), 81377 München, Germany sami.lakhdar@cup.uni-muenchen.de

Iminium ions are among the most important intermediates in organic chemistry. They play a significant role in a range of enzyme-catalyzed processes and synthetic transformations. In the growing field of organocatalysis, numerous enantioselective methods have been achieved that rely on the use of chiral iminium ions.² On the other hand, there is a lack of kinetic data which are necessary for the rational design of organocatalytic processes.

In this communication we report on the determination of the rate constants for the reactions of the iminium ions 1 with nucleophiles that possess known nucleophilicity parameters N and s. We will discuss how these parameters can be employed for the quantification of their electrophilic reactivities on the basis of equation 1.4 The reaction mechanism of some organocatalytic reactions will be also discussed.⁵

$$\log k_2(20 \, ^{\circ}\text{C}) = s(N+E)$$
 (1)

¹ (a) Wong, C. H.; Whitesides G. M. Enzymes in Synthetic Organic Chemistry; Pergamon: Oxford, 1994. (b) Jencks, W. P. Catalysis in Chemistry and Enzymology; Dover: New York, 1987. (c) Böhme, H.; Haake, M. In Iminium Salts in Organic Chemistry; Advances in Organic Chemistry; Taylor, E. C., Ed.; John Wiley and Sons: Weinheim, 1976; p 145.

a) P. I. Dalko, L. Moisan, Angew. Chem. Int. Ed. 2001, 40, 3726-3748; b) B. List, Tetrahedron 2002, 58, 5573-5590; c) P. I. Dalko, Moisan. L, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2004**, 43, 5138–5175; d) A. Berkessel, H. Gröger, Asymmetric Organocatalysis: From Biomimetic Concepts to Applications in Asymmetric Synthesis; Wiley-VCH: Weinheim, **2004**; e) J. Seayad, B. List, *Org. Biomol. Chem.* **2005**, *3*, 719–724; f) B. List, *Chem. Commun.* **2006**, 819–824; g) C. Palomo, A. Mielgo, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2006**, *45*, 7876–7880.

³ S. Lakhdar, T. Takayasu, H. Mayr. Angew. Chem., Int. Ed. 2008, 47, 8723-8725.

⁴ a) H. Mayr, M. Patz, *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1994**, *33*, 938–957. b) H. Mayr, T. Bug, M. F. Gotta, N. Hering, B. Irrgang, B. Janker, B. Kempf, R. Loos, A. R. Ofial, G. Remennikov, H. Schimmel, *J. Am. Chem. Soc.* **2001**, *123*, 9500–9512. c) H. Mayr, B. Kempf, A. R. Ofial. *Acc. Chem. Res.* **2003**, *36*, 66–77. d) H. Mayr, A. R. Ofial, *Pure Appl. Chem.* **2005**, *77*, 1807–1821.

⁵ S. Lakhdar, R. Appel, H. Mayr, Unpublished results.

ADSORPTION DE L'ION URANYLE UO₂²⁺ SUR UN MATERIAU MICROPOREUX DE TYPE ZEOLITE FAUJASITE NaY

F. Lekouara*, D. Nibou et S. Lebaili

*Centre de Recherche Nucléaire de Draria, COMENA, Alger, Algérie Université des Sciences et Technologie Houari Boumediene, FGMGP, LSGM, B.P. 32, El-Alia, Bab-Ezzouar, Alger, Algérie. E-mail: dnibou@yahoo.fr.

Résumé

Les problèmes écologiques liés aux métaux lourds et radioactifs constituent la source de dégradation de l'environnement la plus importante et la plus dangereuse.

En effet, ces effluents ne peuvent être rejetés dans la nature en (raison de leurs nocivités) sans traitement préalable les faisant baisser aux normes admissibles .

L'échange ionique sur les zéolites a été reconnu comme étant efficace et d'un coût raisonnable dans le traitement des rejets industriels.

En effet, la grande stabilité des zéolites vis à vis des irradiations, leur a valu leur place dans le traitement des effluents radioactifs.

Ce travail consiste à tester la capacité de rétention de l'ion uranyle sur une zéolite de type faujasite Y synthétisée, dans le but de traiter des effluents uranifères. Les paramètres liés à l'échange ionique et à d'adsorption sont étudiés : pH de la solution uranifère, rapport solide liquide, temps de contact, température... etc.

Des taux d'adsorption de l'ordre de 98 % ont été obtenus dans des conditions optimales pour des solutions de nitrate d'uranyle de concentration initiale de 100 ppm.

Mots clés: Environnement, effluent radioactif, zéolite, ion uranyle, échange

ESTROGENIC AND STRESS INDUCTION POTENTIALS OF TUNISIAN WATER AND WASTEWATER AS DETERMINED BY IN VITRO BIOASSAYS

<u>Atef LIMAM</u>¹, Terence P.N. TALORETE², Amel BENREJEB JENHANI³, Ahmed GHRABI¹ and Hiroko ISODA²

Abstract

In this study, we chose to examine the estrogenic and stress induction potentials of water and wastewater samples from a wide range of sites and wastewater treatment plants in Tunisia, given the lack of information in Tunisia concerning environmental risk assessment using bioassays. Estrogenic potential was determined by the modified E-Screen assay using human breast cancer MCF7 cells, methyl tetrazolium (MTT) and neutral red (NR). The stress induction potential of the water samples, on the other hand, was determined by the Heat Shock Protein 47 (HSP47) assay using Chinese hamster ovary (CHO) cells transformed with the heat shock protein 47 promoter. In the case of wastewater samples, preliminary results reveal that discharges from Tunisian urban sewage show estrogenic potential, which is clearly reduced by wastewater treatment particularly after activated sludge treatment, which tended to be more effective than stabilization ponds. In the case of surface waters, it was clearly shown that they have no specific estrogenic activity. On the other hand, the leachate samples show a cytotoxic effect on MCF7 cells. Results of the HSP47 assay using leachate samples show that these samples caused a significant stress response on HSP47-transformed CHO cells, with a significant cytotoxic effect at high concentrations.

Keywords: Estrogenic activity; E-Screen assay; Stress response, HSP 47 assay, Wastewater treatment plants; Surface waters; Leachate.

¹ Wastewater Treatment and Recycling Laboratory, CERTE. Route touristique Borj-Cedria. B.P. 273-8020 Soliman, Tunisia,

² Alliance for Research on North Africa (ARENA), Graduate School of Life and Environmental Sciences, University of Tsukuba, Tsukuba, Japan,

³ Institut National Agronomique de Tunisie. 43, Avenue Charles Nicolles. 1082 Cité Mahrajène. Tunisie.

ETUDE DE LA VISCOSITE ET DE CONDUCTIVITE D'UN LIQUIDE IONIQUE (NITRATE D'ETHYLAMMONIUM) DANS DEUX SOLVANTS ORGANIQUES DIFFERENTS

Yousra Litaiem, Zarrougui Ramzi et Mahmoud Dhahbi

Laboratoire eau et technologies membranaire, CERT Eaux, BP 273, Soliman8020, Tnisie. Tel +216(79)412798 ; Fax +216(71)430934 ; e-mail : mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn

Les liquides ioniques (LI) ont été envisagés comme de nouvelles alternatives des solvants organiques classiques étant donné qu'ils présentent des propriétés physicochimiques attrayantes telles que leur tension de vapeur négligeable voire non mesurable, leur grande stabilité thermique, leur viscosité élevée et leur bonne conductivité.

Le but de ce travail est d'étudier le comportement d'un LI très utilisé dans l'industrie chimique (le nitrate d'éthylammonium) dans deux solvants différents, en mesurant sa viscosité et sa conductivité pour des concentrations et des températures différentes.

Les deux solvants utilisés sont le diméthylcarbonate ($\varepsilon = 3,12$) et le formamide ($\varepsilon = 111$). La variation de la viscosité en fonction de la concentration se fait selon la loi semi empirique de Jones et Dole. Alors que sa variation en fonction de la température suit une loi de type Arrhenius. Cette loi nous a permis de déterminer les énergies d'activation du flot visqueux variant linéairement en fonction de la concentration. Toutes ces constatations ont été prouvées pour les deux mélanges.

La variation de la conductivité en fonction de la concentration présente un maximum qui peut être du à une compétition entre l'augmentation du nombre de transporteurs de charge et la diminution de la fluidité. La variation de la conductivité molaire (Λ) en fonction de la racine cubique de la concentration montre que celle-ci suit la loi linéaire prévue par le modèle du pseudo- réseau ionique.

UTILISATION DES COMPLEXES SALEN POUR LA PREPARATION DE MOLECULES OPTIQUEMENT ENRICHIES

Radia Mahboub

Département de Chimie, Faculté des Sciences, Université Abou Bakr Belkaid, Tlemcen, 13 000, Algérie.

Résumé:

La configuration absolue des composés chiraux détermine leurs propriétés physiologiques et pharmacologiques. L'activité de ces produits dépend essentiellement de la reconnaissance des récepteurs spécifiques chiraux. L'obtention d'isomère sous une forme énantiomériquement pure est essentielle.

Les complexes organométalliques sont largement utilisés puisque leurs propriétés stériques et électroniques sont modulables avec les ligands chiraux mis en œuvre. Ainsi, au cours de cette dernière décennie, des progrès spectaculaires ont été réalisés dans le développement de nouveaux ligands optiquement actifs, capables de former des complexes métalliques susceptibles de catalyser des réactions chimiques avec induction de chiralité [1-10].

Dans le présent travail, nous décrivons les principaux résultats relatifs aux catalyseurs de Jacobsen et de Katsuki. Nous développons les différents travaux réalisés avec les complexes salen du manganèse et du cobalt pour la préparation des molécules optiquement pures en mettent en relief l'intérêt d'employer ces ligand.

Mots Clés: complexes salen, molécules optiquement pures, synthèse asymétrique.

Références bibliographiques :

- [1] G.D. July, E.N. Jacobsen, J. Am. Chem. Soc. 2004, 126, 4102.
- [2] Y.C. Jeong, S. Choi, K. Yu, K.H. Ahn, Bull. Koran. Chem. Soc. 2003, 24, 537.
- [3] T. Katsuki, Synlett. Account. 2003, 292.
- [4] S. Lochynski, B. Frackowiak, T. Librowski, R. Czarnecki, J. Grochowski, P. Serda, M.P. Gierula, *Tetrahedron: Asymmetry* **2002**, *13*, 873.
- [5] K.B. Sharpless, Angew. Chem. 2002, 114, 2126.
- [6] R. Kureshy, N.H. Khan, S.H.R. Abdi, S.T. Patel, R.V. Jasra, *Tetrahedron: Asymmetry* **2001**, *12*, 433.
- [7] E.N. Prabhakaran, J.P. Nandy, S. Shukla, J. Iqbal, Tetrahedron Lett., 2001, 42, 333.
- [8] E.K. Dorling, E. Ohler, A. Mantoulidis, J. Mulzer, Synlett 2001, 7, 1105.
- [9] E.N. Jacobsen, Acc. Chem. Res. 2000, 33, 421.
- [10] J.S. Johnson, D.A. Evans, Acc. Chem. Res. 2000, 33, 325.

BLEACHING OF ALFA PULP USING A MIXTURE OF HYDROGEN PEROXIDE AND CARBOXYLIC ACIDS

Hichem MALLEK, Houcine AMMAR, Souhir ABID, Rachid EL GHARBI

Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, Tunisie

The production of paper pulp from annual plants could resolve problems related to the increase of paper consumption notably in countries that do not possess forests. However, traditional non-wood pulping is difficult because of the high amount of silicates formed. To avoid this silicate formation, the delignification can be mode with organic acids [1].

In a recent study, we showed that the destructuration of Alfa straw could be achieved successfully by an Organosolv process using a mixture of acetic acid/formic acid/water (AA/FA/water).

In the first step, the unbleached pulp was treated by a solution of peroxoacids synthesized by adding hydrogen peroxide in a mixture of acetic acid/formic acid [2]. Several parameters (reaction time, acid ratio, temperature) were investigated. This step shows that the peroxoacids were suitable for delignification of the unbleached pulp, significant decrease in the kappa number, and high selectivity of the reaction.

These interesting results can be explained by the action of the hydroxonium ion OH⁺, strong electrophilic agent which can react with lignin, formed during the peroxoacids stage in acidic medium.

In the second step, the delignified pulp obtained after treatment by peroxyacids was mixed in a sodium hydroxide solution (4%) containing 3% hydrogen peroxide. The perhydroxyl anion HOO⁻ formed reacts with the quinones formed during lignin degradation by peroxyacids and this induces the elimination of the last conjugated compounds responsible for unbleached pulp colour.

References:

- [1] H. Q. Lam, Y. LE Bigot, M. Delmas, G. Avignon, *Ind. Crops. Prod.* **2001**, 14, 139.
- [2] M. Delmas, G. Avignon, French Patent 00/11813, PCT FR 01/02867 2001.

DÉPOLLUTION DU LIXIVIAT PAR ÉLECTROCOAGULATION

D. MANSOUR¹, E. BEL HADJ HMIDA^{1,2}, N. BELLAKHAL^{1,3}, M. DACHRAOUI¹

¹Laboratoire de Chimie Analytique et Électrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis-Tunisie.

Le lixiviat est un liquide résiduel provenant de l'infiltration et de la percolation de l'eau à travers les déchets. Par extraction des composés solubles, il se charge de polluants organiques, minéraux et métalliques et risque alors de provoquer la pollution de la nappe phréatique, ce qui entraîne la contamination des eaux de surface. Plusieurs tentatives, basées essentiellement sur des procédés physico-chimiques (coagulation-floculation, procédés d'oxydation avancée, filtration membranaire,...) et biologiques ont été développé afin d'atteindre les normes du rejet dans le milieu récepteur. Dans l'ensemble, les résultats sont satisfaisants mais les procédés sont souvent coûteux et peu performants au niveau de l'élimination de la DCO résiduelle, ce qui nécessite le développement d'autres procédés plus efficaces. C'est dans ce cadre que s'inscrit notre travail. Il a pour objectif d'appliquer la technique d'électrocoagulation pour le traitement d'un rejet du lixiviat qui consiste à utiliser une anode soluble (électrode attaquable) souvent en aluminium ou en fer. L'étude a porté sur l'évolution de la dégradation de la couleur et du taux d'abattement de la DCO en fonction des différents paramètres expérimentaux (pH du milieu, densité du courant et durée d'électrolyse) et sur l'optimisation des conditions de traitement électrochimique du lixiviat en utilisant un plan d'expérience selon l'approche de Doehlert. Les conditions opératoires optimales obtenues, favorisent l'élimination de 94 % de la charge organique et une décoloration de 96 %. Ces résultats prouvent l'efficacité et la performance de cette technique au niveau de l'élimination des composés nocifs et polluants.

² Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur, El Manar, 2092 Tunis El Manar.

³ Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie (INSAT), B.P. N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.

SYNTHESE ET ETUDES PHYSICO-CHIMIQUE ET STRUCTURALE D'UN NOUVEAU DIPHOSPHATE [2,3-(CH₃)₂C₆H₃NH₃]₂H₂P₂O₇

Houda Marouani, Lamia Elmi et Mohamed Rzaigui

Laboratoire de Chimie des Matériaux, Faculté des Sciences de Bizerte. 7021 Zarzouna, Bizerte, Tunisie.

Résumé

La réaction de l'acide diphosphorique sur la xylidine conduit à un nouveau diphosphate organique, $[2,3\text{-}(CH_3)_2C_6H_3NH_3]_2H_2P_2O_7$. L'étude d'un monocristal de ce composé par diffraction des rayons X, montre qu'il cristallise dans une maille monoclinique C2/c de paramètres a = 32,940(1) Å, b = 4,535(1) Å, c = 15,560(8) Å, β = 113,06(4)°, V = 2138(1) Å³ et Z = 4. L'arrangement atomique peut être décrit par des rubans formés par des groupements $H_2P_2O_7$ liés entre eux par de fortes liaisons hydrogène du type O-H...O (O...O = 2,505 Å). Les rubans inorganiques sont placés en x = 0 et x = 1/2. La cohésion entre ces rubans est assurée par des liaisons hydrogène de type N-H...O. La résolution de la structure et son affinement ont conduit à des facteurs de reliabilité R = 0,033 et Rw = 0,038 en utilisant 4179 réflexions indépendantes. Nous donnons aussi dans ce travail une caractérisation du phosphate élaboré par analyse thermique et par spectroscopie d'absorption IR.

Etude comparative des propriétés texturales et structurales et de la réactivité des solides aérogel et xérogel à base de zircone sulfatée et dopée au cérium

Imène Mejri¹, M. K. Younes¹, A. Ghorbel¹, P. Eloy² et E. M. Gaigneaux²

¹Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie Faculté des Sciences de Tunis Campus universitaire 2092 El Manar Tunis Tunisie ²Unité de catalyse et chimie des matériaux divisés, Université catholique de Louvain, Louvain-la-Neuve, Belgique.

La zircone sulfatée est un oxyde doté d'une forte acidité, il a été largement étudié dans les réactions d'isomérisation des paraffines linéaires en paraffines ramifiées dans le but de substituer les additifs des complexes du plomb par les alcanes ramifiés dans les carburants pour moteur à explosion. Cependant cet oxyde se désactive rapidement au cours de la réaction. Afin de promouvoir sa stabilité et sa réactivité, plusieures alternatives ont été utilisées telle que l'addition des métaux nobles tel que le platine ou les métaux de transition en particulier le fer et le manganèse. L'amélioration de la stabilité de la zircone sulfatée est aussi possible en supportant la zircone sulfatée sur la silice, l'alumine ou la cérine. Dans ce travail nous nous sommes intéressés à comparer les propriétés texturales, structurales et catalytiques des catalyseurs aérogel et xérogel à base de zircone sulfatée et dopée au cérium. Les catalyseurs aérogel et xérogel ont été préparés par la méthode Sol Gel puis calcinés à différentes températures.

Le catalyseur aérogel présente une texture développée meilleure que celle du xérogel et développe la phase ZrO₂ quadratique et la phase oxyde de cérium cubique à haute température de calcination. Cependant le catalyseur xérogel, doté de surface spécifique faible, ne développe que la phase ZrO₂ quadratique

Les études par spectroscopies IR et RAMAN montrent qu'une calcination à haute température provoque le départ des groupements sulfate et que ce départ est plus accentué pour le catalyseur xérogel. D'autre part la spectroscopie XPS montre que l'aérogel présente un nombre plus important d'ions Ce⁴⁺ à la surface et par suite une acidité plus forte.

Les propriétés catalytiques des deux solides ont été évaluées dans la réaction d'isomérisation du n-hexane. L'ensemble des résultats obtenus montre que l'aérogel est plus actif que le xérogel. L'activité faible de ce dernier semble être du au blocage des sites acides par agglomération du cérium dans le solide.

CYCLOADDITION INTRAMOLECULAIRE 1,3-DIPOLAIRE D'AZIDO-ALCYNES: SYNTHESE DE NOUVEAUX POLYHETEROCYCLIQUE 1,2,3-TRIAZOLO-1,4-OXAZINES

Nejib MEKNI et Ahmed BAKLOUTI

Laboratoire de Chimie Structurale Organique, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Almanar, 2092 Tunis, TUNISIE. e-mail : mekninejib@yahoo.fr

La cycloaddition intramoléculaire 1,3-dipolaire des azido-alcynes présente un intérêt particulier à cause de son application dans la synthèse des systèmes polyheterocycliques¹ connus pour leurs propriétés biologiques².

Dans le présent travail les azido-alcynes 3 sont obtenus à partir de l'ouverture d'époxydes simples ou doubles 1 par action de l'ion azoture qui conduit exclusivement aux azido-alcools correspondants 2, suivie par la condensation sur ces derniers du bromure de propargyle.

La cycloaddition intramoléculaire des azido-alcynes 3, que nous avons synthétisés, conduit exclusivement aux isomères *exo*-cycliques 4 qui sont plus stables que les isomères *endo*-cycliques 5 pour lesquels les contraintes stériques nécessaires à leurs formations sont importantes⁴ (Schéma 1).

Mots clés: Intramolecular 1,3-dipolar cycloaddition, [3+2] Cycloaddition, Triazolo-oxazine, 1,4-Oxazine, Azidoalkyne, Click Chemistry.

Schéma 1

Références

- [1] A. I. Oliva, U. Christmann, D. Font, F. Cuevas, P. Ballester, H. Buschmann, A. Torrens, S. Yenes, M. A. Pericas, *Org. Lett.*, **2008**, *10* (8), 1617-1619
 - [2] V. D. Bock, D. Speijer, H. Hiemstra, J. H. van Maarseveen, Org. Biomol. Chem., 2007, 5, 971-975.
- [3] A. Ray, K. Manoj, M. M.Bhadbhade, R. Mukhopadhyay, A. Bhattacharjya, *Tetrahedron Lett.*, **2006**, 47, 2775-2778.

Préparation de matériaux carbonés nanoporeux fibreux ou pulvérulents Etude des applications potentielles

Seifeddine SAADALLAH, Nizar MEKSI, Med Farouk Mhenni

Unité de Recherche Chimie Appliquée et Environnement. FSM - Monastir.

Les charbons actifs commerciaux en forme de poudre ou de grains sont les matériaux carbonés nanoporeux les plus répandues ayant des applications potentielles dans le traitements des eaux usées, de l'air ou autre...

Cependant, ces matériaux présentent deux inconvénients majeurs : la nanoporosité désordonnée, et la difficulté de manipulation à l'état de poudre.

Nous présentons deux voies de contourner ces inconvénients : soit par la préparation de carbones activés à nanoporosité contrôlée par la méthode « Template » à partir de matrices siliciques mésoporeuses, soit par la préparation de matériaux carbonés nanoporeux sous forme fibreuse à partir de fibres cellulosiques par une méthode d'activation chimique à 500°C.

Au niveau application des fibres de carbones activés, nous avons étudié leurs performances dans le traitement des rejets colorés de l'industrie textile en prenant le bleu de méthylène comme modèle. Les résultats des essais de rétention de ce colorant par les fibres de carbone activés ont montré que ces matériaux ont des capacités de rétention proches de celles de charbons actifs commerciaux en poudre et supérieures à celles de charbons actifs en grain, ce qui avantage ces matériaux fibreux surtout quand on pense à préparer des non tissés ou des tissus de carbones activés plus faciles à manipuler.

Par ailleurs, les matériaux carbonés à nanoporosité contrôlée ont déjà fait l'objet d'applications antérieures dans le stockage de l'hydrogène, en électrochimie en tant qu'électrode de supercondensateur, ainsi que dans le traitement des COV (Composés Organiques Volatiles)... A partir de nos études antérieures sur le sujet, il semble que le contrôle de la taille des pores par la voie « Template » permet de comprendre et de déterminer les tailles de pores optimum pour les applications envisagées ; à titre d'exemple, pour le stockage de l'hydrogène une taille de pores de 0,8 nm semble être la taille idéale pour atteindre 8% de stockage d'hydrogène.

Outre les considérations texturales et morphologiques des matériaux carbonés nanoporeux, il semble que les fonctions chimiques de surface sont aussi importants dans l'ensemble des applications précités, surtout que la fonctionnalité de surface est contrôlable.

Synthèse des zéolithes à partir d'une argile illitique

Mohamed Mezni *1, Adel Hamzaoui2, Ezzeddine Srasra1

¹ Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, Technopôle de Borj Cedria, BP 95 - C.P 2050 -Hammam-Lif. Tunisie

² Institut Préparatoire aux Etudes Scientifiques et Techniques La Marsa. Tunisie

* E-Mail: mezni.mohamed@gmail.com

Résumé:

Dans ce travail, nous avons étudié la synthèse, des zéolithes à partir d'une argile non gonflante du type illitique en tant que source d'aluminium et de silicium. La méthode utilisée est la fusion alcaline. Plusieurs techniques sont utilisées pour caractériser les échantillons synthétisés à savoir la diffraction des rayons X, la spectroscopie infrarouge (IR), l'adsorption d'azote (S_{BET}) et la microscopie électronique à balayage (MEB).

Le rapport Si/Al dans la matrice initiale, la température et le temps sont les paramètres optimisés au cours de cette étude. Les résultats montrent que la méthode par fusion alcaline est adéquate pour convertir l'argile en zéolithe. Les résultats expérimentaux ont montrés que la faujasite X pure est obtenue à une température relativement basse de 60° C pour un temps de 24 heures. De plus, on note une transformation des zéolithes X et A en zéolithe HS (Sodalite) en augmentant la température et/ou le temps de cristallisation. L'apparition de La zéolithe A est favorisée lorsque le rapport Si/Al tend vers 2. La caractérisation des meilleurs produits synthétisés révèle des capacités d'échange cationique de l'ordre de 265 méq/100g et 225 méq/100g respectivement pour la faujasite X et la zéolithe A alors que les surfaces spécifiques sont respectivement de 113 et 293 m²/g.

Mots-clés: Zéolithe; Illite; Synthèse; Fusion alcaline; DRX; IR; MEB; CEC; SBET.

SYNTHESE DE NOUVEAUX NAPHTOPYRANO[2,3-d]PYRIMIDINES

K. MKAOUAR; F. CHABCHOUB et M. SALEM

Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycles, Corps Gras et Polymères Faculté des Sciences de Sfax. 3000 Sfax Tunisie

Les 2-amino-3-cyanopyranes peuvent être considéré comme des substrats de base pour accéder à des hétérocycles naphtopyraniques polycondensés.

Nous nous sommes intéressés dans ce travail à la préparation des nouveaux imidates <u>2a-d</u> par action de quelques orthoesters sur les 2-amino-3-cyano-4*H* naphto[2,1-b]pyranes <u>1a-f</u>. Les 2-[(éthoxyalkylidène)amino]-3-cyanonaphtopyranes <u>2a-d</u> condensés avec la tosylhydrazine permettent l'obtention d'une série de N-aminonaphtopyrano[2,3-d] pyrimidines tosylés <u>3a-d</u>.

$$\begin{array}{c} \text{CN} \\ \text{NH}_2 \\ \\ \text{R}: \text{H}; \text{Me}; \text{Et} \\ \\ \text{Ar} \\ \end{array} \begin{array}{c} \text{RC(OEt)}_3 \\ \\ \text{R}: \text{H}; \text{Me}; \text{Et} \\ \end{array} \begin{array}{c} \text{NH}_2 \text{NHTs} \\ \\ \text{NH}_2 \text{NHTs} \\ \\ \text{NH}_2 \text{NHTs} \\ \\ \text{NH}_2 \text{NHTs} \\ \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \\ \\ \\ \text{NHTs} \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\$$

APPLICATION DES PLANS COMPOSITES CENTRES POUR LA DETERMINATION DU DOMAINE DE VALIDITE DU DOSAGE DIRECT DU STRONTIUM DANS LES SAUMURES PAR SAAF

K. Trabelsi, H. Hammi, A. M'nif

Laboratoire de Valorisation des Ressources Naturelles et des Matériaux de Récupération Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux Pôle technologique de Borj Cédria B.P 95, 2050 Hammem Lif Tunisie E-mail: mnif.adel@inrst.rmrt.tn

Le strontium contenu dans les saumures naturelles pose des difficultés de dosage liées au fait qu'il est très dilué dans ces matrices salines constituées essentiellement d'alcalins et d'alcalinoterreux à des très fortes teneurs. Dans un travail antérieur, nous avons montré la limite de la spectrométrie d'absorption atomique en l'appliquant directement ou en utilisant la méthode des ajouts dosés classique et celle du point H. Aussi, l'application de l'ICP et l'utilisation des tampons spectrochimiques se sont avérées non concluantes.

Ainsi, l'élimination des éléments perturbateurs s'est imposée pour atteindre des recouvrements de matrice satisfaisants (compris entres 95% et 105%). Afin de prévoir les quantités d'éléments interférents à éliminer, ce travail a été entrepris.

A traves cette étude, nous avons établie des modèles mathématiques qui traduisent la variation du recouvrement de la matrice RM (%) en fonction des teneurs en éléments interférents. Ces modèles ont été établis en utilisant la méthodologie des plans d'expériences et plus précisément les plans composites centrés.

L'analyse de l'effet des facteurs a montré l'existence d'interactions significatives entre le sodium et le potassium d'une part et entre le magnésium et le calcium d'autre part lors du dosage du strontium. Les modèles établis ont été validés par l'analyse de la variance, par le calcul des résidus et par le calcul des coefficients de corrélations multilinéaires. Le traçage des courbes d'isoréponse nous a permis de prévoir avec exactitude la quantité d'éléments perturbateurs à éliminer.

Mots clés: Strontium, plans d'expériences, interférences.

ETUDE PHYSICOCHIMIQUES DE TROIS VARIETES DE GRAINES DE NIGELLA SATIVA L. ET DE LEURS EXTRAITS HUILEUX

<u>F. Mraihi</u>⁽¹⁾, J.K. Chérif ⁽¹⁾⁽²⁾, M. Trabelsi-Ayadi ⁽¹⁾

e-mail: cherif j2000@yahoo.fr

(1), Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources Naturelles et à l'Environnement(LACReSNE). Faculté des sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna-Bizerte Tunisie

(2) Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs de Tunis (IPEIT), Monfleury1008 Tunis-Tunisie

Nigella Sativa L (NS) est une plante de la famille des Renonculacées, elle existe parmi une vingtaine d'espèces répartis dans l'Afrique septentrionale, l'Europe méridional, et l'Asie mineure.

Dans ce travail nous nous sommes intéressés aux caractéristiques physicochimiques et aux teneurs d'antioxydants de trois variétés de Nigella *Sativa*: Sinouj NST (Tunisie), *Achanouz* NSL (Libye) et *Alhabbat assouda* NSS (Arabie Saoudite) ainsi qu'a leurs extraits huileux obtenus par hydrodistillation, soxhlet et CO₂ supercritique.

L'analyse des graines présentent respectivement pour les trois variétés NST, NSL et NSS: (26,26; 35,01; 21,88 %) de protéines totaux, (5,73; 9,33; 12,66 %)d' humidité, (26; 32 et 42%) cendre, (35, 33et 32%) de matière organique; des taux de polyphénols: (7,15;7,85 et 8,35mg EAGg⁻¹) des teneurs en caroténoïdes totaux(27,049; 37,868 et 14,262 mg EβC.100g⁻1)

Les facteurs de qualités des huiles, respectivement pour NST, NSL et NSS , incluent : la densité $d^{20}_{20}(\ 0.89,\ 0.86,\ 0.84)$, l'indice de réfraction (1,474 ; 1 ,453 ; 1,477). Le taux d'acidité (21,87 ; 25,24 ; 29,78)mg KOH g^{-1} d'huile, l'indice d'ester (1,23 ,1,21 , 1,36) mg de KOH g^{-1} , les cœfficients d'adsorption spécifiques $K_{232}(0,98$; 0,5 et 0,74) et $K_{270}(0,32$;0,2 et 0,4).

Les antioxydants présentent des teneurs respectivement pour NST, NSL et NSS : polyphénols (200,57, 399,42, 375,14 mg EAG kg⁻¹); caroténoïdes: (0,8;0,5 et 0,2 mg kg⁻¹MS).

Nigella Sativa L, graines et huile sont riches en molécules bioactives (polyphénols et caroténoïdes) en protéines, en éléments minéraux et la qualité de l'huile montrent la grande potentialité de cette graine pour son utilisation dans différents domaines industriel, cosmétique, agroalimentaire et pharmaceutique.

Mots clés : Nigella Sativa L, Extraction supercritique, antioxydants, facteurs de qualité

INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE SUR LA DÉCARBOXYLATION D'ADDUITS OBTENUS PAR CYCLOADDITION DE DIELS- ALDER D'UNE MONOPYRONE AVEC LE N-BENZYLMALÉÏMIDE

O. Mzani (a), (b), H.Ben Romdhane (a), R. Mercier (c)

^(a) Laboratoire de Chimie Organique Structurale – Synthèse et Études Physicochimiques - Faculté des Sciences

de Tunis – Département de Chimie – 2092 El Manar – Tunisie

- ^(b) Institut National de Recherche et d'Analyse Physico- Chimique- Pôle Technologique de Sidi Thabet 2020
- ^(c) Laboratoire de Matériaux Organiques à Propriétés Spécifiques CNRS UMR 5041 69390 Vernaison – France

Dans un travail récent, nous avons décrit la synthèse et la caractérisation de nouveaux polyimides obtenus par une polycycloaddition de Diels-Alder de bis-pyrones et de bismaléimides [1] (**schéma1**). Les cycloadduits formés présentent des ponts CO₂, lesquels peuvent être éliminés par un traitement thermique ultérieur générant ainsi des systèmes aromatiques stables. Le CO₂ libéré, joue le rôle d'agent gonflant conduisant à des structures poreuses très recherchées dans la fabrication des mousses thermostables.

Cependant dans ce type de matériaux, il faut toujours chercher le bon compromis entre les températures de polymérisation, de décarboxylation et de début de dégradation.

Dans ce travail, nous présentons un suivi par la RMN du fluor de l'effet de la température sur l'orientation de la réaction et par conséquent la nature des cycloadduits obtenus.

Schéma 1

Cette étude est réalisée à l'aide d'une pyrone fluorée, la 2-oxo-2H-pyran-5-carboxylate de 2-fluorophényle, synthétisée au laboratoire par estérification du chlorure de l'acide coumalique avec le 2-fluoro-phénol et réagissant avec le benzylmaléimide (schéma2).

Schéma 2

Les résultats montrent que la cycloaddition est rapide à 130°C et que cette température représente le seuil de début de décarboxylation des adduits formés. À des températures supérieures (160°C), l'équilibre de la réaction est très déplacé dans le sens de la formation du cycloadduit carboxylé qui subit aussitôt une décarboxylation donnant lieu à un dihydrophtalimide. Une analyse par la RMN du proton a également confirmé la structure du dihydrophtalimide obtenu par chauffage prolongé à 160°C de l'adduit carboxylé correspondant correspondant. La détermination des masses des adduits formés a été réalisée par couplage LC/MS.

[1] O. Mzani, H.Ben Romdhane, M.Baklouti et R.Mercier; *Designed Monomers and Polymers, Vol. 9, No. 1,13-27, 2006.*

SYNTHESE ET CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DU COMPOSE (C₅H₉N₃)ZnCl₄•H₂O

Sondra WALHA^a, Samia YAHYAOUI^a, <u>Houcine NAÏLI</u>^a, Tahar MHIRI^a et Thierry BATAILLE ^b

Résumé:

La possibilité de combiner les propriétés de composés organiques et inorganiques dans un seul matériau est un défi de longue date. Cependant, le concept de « matériau hybride organique-inorganique » n'est en réelle expansion que depuis une dizaine d'années avec l'utilisation des procédés dits de « chimie douce ». Ces matériaux composites trouvent des applications dans différents domaines tels que l'optique, l'électronique, la catalyse, la biologie etc. Dans le présent travail, nous nous sommes focalisés sur la synthèse d'un nouveau matériau hybride associant des tétraèdres ZnCl₄ avec l'amine 2,5-diaminopyridine comme agent directeur de structure. Le composé obtenu, de formule (C₅H₉N₃)ZnCl₄•H₂O, cristallise à la température ambiante dans le système orthorhombique, groupe d'espace Pca2₁, avec les paramètres de maille suivants : a = 22,714(5); b = 7,313(5); c = 7,301(5) Å et V = 1212,8(12)Å³. Sa structure cristalline supramoléculaire est formée par des entités organiques [C₅H₉N₃]²⁺ qui sont connectées via des liaisons hydrogène aux anions [ZnCl₄]²⁻ et aux molécules d'eau libres donnant lieu à un aspect tridimensionnel de la structure. La décomposition thermique de ce composé, étudiée par TG et TDXD, est très intéressante du fait que sa déshydratation aboutit à deux phases anhydres cristallisées. Dans le présent travail, nous décrivons la synthèse, l'étude structurale, le comportement thermique et les propriétés optiques du matériau élaboré.

^a Laboratoire de l'Etat Solide, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Sfax, BP 802, 3018 SFAX, Tunisie.

^b Sciences Chimiques de Rennes (CNRS, UMR 6226), Groupe Matériaux Inorganiques : Chimie Douce et Réactivité, Université de Rennes I, Avenue du Général Leclerc, 35042 Rennes CEDEX, France.

SYNTHESE DE DIOXYDE DE MOLYBDENE PAR VOIE HYDROTHERMALE

R. Naouel, F. Touati et N. Gharbi

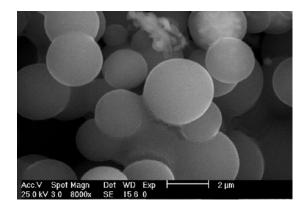
Laboratoire de Chimie de la Matière Condensée (99/UR/12-16), Université de Tunis., Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Tunis, 2 rue Jawaher Lel Nehru 1089 Montfleury-Tunis (Tunisie)

L'objet de cette communication est de présenter les résultats de synthèse, par voie hydrothermale, et de caractérisation du dioxyde de molybdène MoO₂ dans lequel sont dispersés des composés organiques. Ces matériaux sont obtenus en utilisant le trioxyde de molybdène en tant que précurseur inorganique et le 1-4 diaminobenzène comme agent réducteur et structurant.

Les résultats de la caractérisation des produits par différentes techniques telles que DRX, MEB, ATD-ATG et IR ont montré qu'ils sont formés de microsphères de diamètres compris entre 1 et 3 µm.

Cette étude a montré que la cristallinité du produit dépend essentiellement de la température, du temps de séjour et de la vitesse de refroidissement. Il est à noter que la morphologie des matériaux est fortement influencée par le rapport molaire n(inorg)/n(org).

Les oxydes de molybdène pourraient être utilisés en catalyse et principalement dans les réactions d'isomérisation des alcanes.



Frittage de fluorapatites substituées au magnésium synthétisées par voie hydrothermale

Samia Nasr, Khaled Bouzouita

U.R. Matériaux Inorganiques, Institue Préparatoire aux Etudes d'Ingéniera Monastir, 5000 Monastir, Tunisie

Résumé

Des fluorapatites substituées au magnésium de formule $Ca_{10-x}Mg_x(PO_4)_6F_2$ (avec $0 \le x \le 2.5$) synthétisées par la méthode hydrothermale ont été étudiées par dilatométrie. Après calcinées à 800° C pendant 1 heure, les poudres ont été densifiées dans l'intervalle de température $900\text{-}1300^{\circ}$ C pendant des temps variables. Les produits obtenus ont été caractérisés par diffraction des rayons X et microscopie électronique à balayage. Les résultats acquis indiquent que ces apatites présentent une bonne aptitude au frittage. Le meilleur taux de densification a été observé à 1050° C et un palier isotherme d'une heure. Cependant, on note une diminution du taux de densification avec l'augmentation de la quantité de magnésium incorporée.

L'augmentation de la durée du palier isotherme ne semble pas améliorer la densification.

A study on the lipid fraction extracted from *Phoenix canariensis* date seeds during the ripening process

Imededdine NEHDI*, Hedi ZARROUK

National Institute of Research and Physico-Chemical analysis (INRAP), Pôle Technologique de Sidi Thabet, 2020 Sidi Thabet, Tunisia. Faculté des sciences de Gafsa

* Corresponding author. Tel.: 21671537666; Fax: 21671537688; E-mail address: imed12002@gmail.com
(I. Nehdi).

Abstract

Tunisian *Phoenix Canariensis* dates grown in the north of Tunisia were handpicked at three different ripening degrees [beginning of ripening, b.r. (green date), middle-ripeness, m.r. (yellow date) and end of ripening, e.r. (red date)]. The seeds were submitted to hexane extraction. During the maturation of the dates, oil yield was decrease at 14.7 % to 10.4 %.

The study on quality parameters and the physical-chemical characterisation of obtained oils gave very interesting results. The saponification number increases during the maturation of seeds at 179.24 to 191.28, whereas the iodine number, p-Anisidine value, peroxide value and total free fatty acid percentage decrease at 89.37 to 76.66, at 5.5 to 3.6 and at 17.66 to 3.62 meq O₂/Kg and at 1.49 % to 0.59 % respectively. The unsaponifiable matter was also decreased at 2.72 % to 1.77 %. The contents of tocopherols increased as maturity advanced. The percentages of the sterols show continuous changes during ripening. Saturated fatty acids contents (C12, C14) increase during all the ripening process. Oleic fatty acid content decreases during the maturation of seeds, but increases at the end of maturation, whereas linoleic acid content initially increases, then decreases. Total phosphorus content shows a rise during ripening. The three samples of the seed oil showed high kinetic stability during heating and cooling, as characterised by differential scanning calorimetry (DSC). The DSC curves revealed that the melting point increases at -7.73 °C to 3.71 °C but the melting enthalpy stay the same, 62.06 J/g, during ripening. Based on these results, the *Phoenix canariensis* seed oil (e.r.) appears to be a good potential source of alimentary oil.

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DU SABLE DU GRAND ERG ORIENTAL ALGERIEN.

D. Nibou et K. Lazar

Université des Sciences et Technologie Houari Boumediène, Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, Département Sciences des Matériaux*.B.P. 32, El-Alia, Bab-Ezzouar, Alger, ALGERIE (dnibou@Yahoo.fr)

Résumé

Le présent travail vise la contribution à l'étude de la caractérisation physico-chimique du sable du grand erg oriental Algérien. Les différentes caractérisations réalisées sont la granulométrie par tamisage et laser, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage et la diffraction des rayons X. Les indices de classement S_o et S_k ont permis de déterminer le degré de classement des cinq échantillons de sable prélevés de différents endroits de l'erg oriental. Les essais d'équivalent de sable (ES) ont permis la détermination de la proportion des impuretés dans les sables.

L'essai au VBS (valeur au bleu de méthylène) qui représente la quantité de bleu de méthylène pouvant être adsorbée par le sable a été aussi réalisé. Les différents résultats de ces essais et ceux de différentes caractérisations sont présentés dans ce présent travail.

PURIFICATION DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE TUNISIEN PAR UTILISATION D'ADSORBANTS

Hayet OMRI et Narjès BATIS

Unité de Recherche d'Elaboration de Nanomatériaux et leurs Applications Centre Urbain Nord B.T n° 676-1080 Tunis Cedex -Tunisie

Résumé

L'acide phosphorique obtenu par voie humide est beaucoup moins pur que l'acide préparé par voie sèche, il peut contenir des impuretés organiques et surtout minérales avec la présence d'éléments tels que Fe, V, Cu, Mn, Al, F, Si, Cd, C, Pb, Cr, etc.

Certaines de ces impuretés peuvent être toxiques soit pour la santé de l'être humain soit pour l'environnement. On procède donc à la purification de l'acide phosphorique industriel en utilisant des matrices adsorbantes argileuses.

Les argiles intercalées ou pontées au fer semblent constituer des substituts aux adsorbants conventionnels de métaux polluants présents dans l'acide phosphorique présentant le double avantage d'un faible prix de revient et d'une importante capacité de piégeage due, entre autres, à leur meilleur état de division.

Les résultats expérimentaux obtenus montrent une fixation des métaux polluants tels que le cadmium de l'ordre de 34%, le fluor \sim 56%, la silice \sim 99%, les chlorures \sim 44% et le carbone organique \sim 68%.

Diverses méthodes physico-chimiques ont été utilisées pour caractériser l'acide phosphorique avant et après purification (spectroscopie d'absorption atomique, analyses chimiques)

OXYDATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DANS L'ACIDE PHOSPHORIQUE INDUSTRIEL CONCENTRE (54% P₂O₅) PAR LE COUPLE H₂O₂/ARGILE

Omri Zeineb^a; Ben Amor Hédi^a; Jeday Mohamed Razak^a;

Département de génie chimique- procédés, Unité de recherche: énergétique et environnement,

Ecole Nationale d'ingénieurs de Gabès, Rue Omar Ibnlkhattab, 6029, Zrig, Gabès, Tunisie Zeineb.Omri@enig.rnu.tn

De nos jours, la purification de l'acide phosphorique industriel (API), fait objet de plusieurs études, dans l'objectif d'une purification totale ou partielle. Dans ce travail, on se propose de réduire le taux de matières organiques dans l'acide phosphorique concentré marchand (54% P_2O_5) fabriqué selon le procédé dihydrate, moyennant l'utilisation de l'eau oxygénée et de l'argile d'une façon séparée ou combinée.

Les résultats obtenus avec l'argile seule, montrent que le pourcentage d'abattement de la matière organique, dans l'API atteint 39% avec une dose d'argile de 10g/l d'acide. Il est à noter que l'argile n'a pas une influence notable sur la teneur en P_2O_5 ainsi que sur les concentrations de certains métaux. En revanche, les taux de zinc et de cadmium accusent une augmentation dans l'API.

En ce qui concerne l'action de H₂O₂ seule, la valeur maximale d'abattement de la densité optique est de l'ordre de 40% à 25°C pour une dose de 0,7 g de H₂O₂ par litre d'acide. Une augmentation de la température défavorise l'action de H₂O₂. L'abattement de la matière organique augmente en fonction de la concentration de peroxyde d'hydrogène, pour atteindre 34% avec une dose de 3,4 g de H₂O₂ par litre d'acide. Le peroxyde d'hydrogène n'influence pas les teneurs en impuretés inorganiques qui se trouvent dans l'acide phosphorique concentré.

L'action combinée n'améliore pas la réduction de la matière organique dans l'acide concentré, comparativement à celle obtenue en présence de l'argile seule, de fait que la matière organique que renferme cet acide a subi des modifications importantes lors de l'étape de concentration et est devenue réfractaire à l'oxydation chimique. Pour cela, nous recommandons de traiter l'acide phosphorique industriel concentré uniquement par l'argile. Le traitement par H₂O₂ peut être envisagé au niveau de l'acide phosphorique dilué avant l'étape de concentration.

Conception et réalisation d'un cuiseur solaire parabolique

M. Ouannene, B. Chaouachi

Unité de recherché: Environnement, catalyse et analyse des procédés Ecole nationale d'ingénieur de Gabés (E.N.I.G) – Rue Omar Ibn ElKhattab -6029 Gabes-Tunisie.

L'énergie solaire est vraiment puissante. Elle est gratuite et renouvelable. Nous pouvons l'employer pour produire l'électricité, pour chauffer des bâtiments et pour cuire. Le domaine de la cuisson consomme beaucoup de combustibles fossiles tels que le gaz et le bois. Des millions de personnes ne peuvent pas trouver assez de gaz et/ou de bois pour faire cuire, ainsi l'utilisation des cuiseurs solaires est une bonne idée.

La cuisson solaire est une technologie simple et propre. Elle permet de diminuer les couts de cuisson en n'employant aucune matière première couteuse ou polluante. De plus grâce à une cuisson lente, les aliments ne sont pas dégradés et conservent toutes leurs qualités nutritionnelles et gustatives. Tous les cuiseurs solaires fonctionnent avec le principe de concentration des rayons solaires directs pour soulever la température pour faire cuire les aliments.

De diverses conceptions de cuiseurs solaires ont été étudiées en vue d'optimiser leur performance. Ils différent par la forme géométrique et par l'emplacement du bouilleur. Les fours solaires efficaces sont généralement de deux types. L'un est de type boite, l'autre est à réflecteur parabolique focalisant. Le principe de base d'un cuiseur solaire type boite est de concentrer la chaleur en laissant passer la lumière du soleil à travers une vitre dans une boite fermée bien-isolée. La lumière est 'emprisonnée' dans la boîte et se transforme en chaleur quand elle est absorbée par la marmite. Le cuiseur solaire parabolique, dont on a choisi, repose sur le principe de la concentration des rayons. Le faisceau de rayons parallèles du soleil est réfléchi sur le miroir parabolique en un même point appelé foyer de la parabole. En heurtant un récipient sombre placé en ce point, les rayons vont libérer leur énergie sous forme de chaleur. Il est évident que plus la parabole est grande, plus le four sera puissant.

Pour mieux accumuler la chaleur sans laisser passer l'air frais, on doit choisir la profondeur de la parabole et on met parfois un sachet en plastique bon marché (les sacs colorés ne fonctionnent pas) autour de la marmite reposant sur des cales (morceau du bois).

Au cours de ce travail, Nous avons conçu, réalisé et étudié expérimentalement un cuiseur solaire parabolique. Les caractéristiques de notre cuiseur solaire sont les suivantes :

La parabole a une surface d'ouverture 2.94 m² elle est couverte par des pièces rectangulaires de matériaux réfléchissants en inox de faible épaisseur. Nous avons choisi une casserole en aluminium de capacité 2 litres peinte en noire et afin de la maintenir au foyer, nous avons construit un support sous forme d'une grille circulaire attachée aux extrémités de la parabole par deux tiges. Le temps de chauffage d'eau de 40 a 80°C est 12 min. La température maximale (en utilisant l'huile) est 130°C. La température sans soleil descend de 100°C jusqu'à 80°C pendant 45 min, et suite à l'enlèvement du couvercle, la même chute est atteinte en 8 min.

Mots clés: Energie solaire, cuisson solaire, cuiseur solaire parabolique, réalisation et expérimentation.

IDENTIFICATION DES METABOLITES DU CLOMIFENE DANS LES MATRICES URINAIRES PAR LC-ESI-MS/MS

F. Oueslati^a, Z. Osman, H. Loueslati^a, N. Ben Hamida^b

a: Laboratoire National de Contrôle des Médicaments et de Dépistage du Dopage, 11 Rue Djebel Lakhdar Bab Saadoun 1006, Tunis, Tunisie.

b: Laboratoire de Chimie analytique et Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis, 1060 Tunis, Tunisie. foueslati@yahoo.fr

RESUME

Le Clomifène ou le 2-[p-(2-chloro-1,2-diphénylvinyl) phénoxy]triéthylamine est un médicament anti-oestrogénique, appartenant à la famille de diéthylstilbestrol (Figure), préconisé dans le traitement de l'absence et/ou l'irrégularité de l'ovulation. Devant l'augmentation de la consommation des anti-oestrogéniques, par les athlètes de sexe masculin, les laboratoires anti-dopage ont été engagés à développer des procédures permettant leur détection dans les matrices urinaires. Toutefois, les faibles doses thérapeutiques employées associer à un métabolisme important dans l'organisme rend la détection du clomifène pratiquement impossible dans les urines. Récemment, X. de la Torre a rapporté la présence de deux métabolites glucoconjugués du clomifène dans les matrices urinaires en utilisant la chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse avec ionisation electrospray.

Dans le présent travail, l'étude des excrétions urinaires, après administration d'une dose unique de 50 mg de clomifène (Serpafar®) chez deux sujets sains, a montré la présence de nouveaux métabolites glucoconjugué. L'analyse des extraits urinaires, par chromato-graphie liquide à polarité des phases inversée couplée à la spectrométrie de masse en tandem (LC-ESI-MS/MS), nous a permis de mettre en évidence la présence du 4-hydroxyclomifène, 3-méthoxy-4-hydroxyclomifène, 4-hydroxy-déséthylclomifène, 3-méthoxy-4-hydroxy-dés-éthylclomifène, N-oxide-4-hydroxy-clomifène.

$$H_3C$$
 N CH_3

Figure : Formule semi-développée du clomifène

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'IONISATION DES HYPOLIPIDEMIANTS PAR LC-ESI-MS/MS

S. OUESLATI*; F. OUESLATI**; S. BEN REJEB*

- * Département de Chimie-Faculté des Sciences de Tunis-Tunis
- ** Laboratoire National de Contrôle des Médicaments-Tunis

L'électrospray ESI est une technique d'ionisation douce, qui génère la formation d'ions pseudo-moléculaires relativement stables ayant des durées de vie suffisantes pour traverser l'analyseur et arriver jusqu'au détecteur du spectromètre de masse. La formation de plusieurs espèces chargées, tels que les ions pseudo-moléculaires [M+H]⁺ et les adduits de sodium [M+Na]⁺ et de potassium [M+K]⁺, est souvent observée avec ce type d'interface, avec toutefois des abondances variables et non contrôlées rendant la méthode d'analyse correspondante non reproductible.

Afin de rendre cette méthode reproductible lors de l'analyse des hypolipidémiants, particulièrement les inhibiteurs de la HMG CoA-réductase ou statines, destinés au traitement des hypercholestérolémies, nous avons étudié l'effet de la nature et de la composition de la phase mobile, en particulier celui de l'additif alkylamine et du solvant organique, sur l'ionisation de quatre statines : la simvastatine, la lovastatine, la pravastatine et la mévastatine. La phase mobile formée d'un mélange de méthylamine à 5 mM et d'acétonitrile, aux proportions (70:30), est trouvée la plus appropriée pour réduire la dispersion des signaux des analytes et rendre la méthode d'analyse par LC-ESI-MS/MS plus reproductible.

L'étude de la dissociation induite par collision des statines par électrospray en mode positif (ES⁺) a conduit à la formation d'un nombre relativement important d'ions caractéristiques et a montré que le schéma de dissociation de ces molécules dépend essentiellement de la nature des sites riches en électrons, le cycle β-lactone et les fonctions ester et acide carboxylique. Ainsi, la dissociation des ions précurseurs [M+CH₃NH₃]⁺, générés dans la source de collision en mode électrospray positif, a engendré des ions diagnostics spécifiques qui ont été à la base de l'identification des statines et leurs métabolites.

Study of the impact of the solvent evacuation mode on the physico-chemical properties and reactivity of n-hexane isomerisation catalysts

S. Raissi, M.K. Younes and A. Ghorbel

Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie Faculté des Sciences de Tunis Campus universitaire 2092 El Manar Tunis Tunisia

Catalyst preparation method constitutes an influent parameter on the physico-chemical properties and reactivity of catalysts. In this work, we present the effect of drying mode of solvent in the preparation step and calcination temperature, on the textural, structural and catalytic properties of chromium doped sulphated zirconia, used as n-hexane isomerization reaction. The preparation of the catalysts was carried out in two steps. The first one consists on the dissolution of zirconium propoxide in propanol, followed by the adjunction of sulphate groups and chromium, finally the hydrolysis by water. The issued gels are then divided into two parts. One is dried under atmospheric pressure at 110°C to provide xerogels. The other is dried under the hypercritical conditions of propanol to provide aerogels. The final catalysts are obtained after calcinations between 400 and 700°C of those solids

Aerogels are doted with a well developed specific surface area, a homogenous porosity and a crystalline structure in the tetragonal ZrO2 phase, even before calcinations. On the contrast, xerogels are characterised by a small surface area, a heterogeneous porosity and an amorphous structure even at high calcination temperatures. The nature and the abundance of sulphate groups is also altered by the drying mode. It seems that sulphur is better retained in the case of aerogels and it persists until high calcination temperature. However, in xerogels, sulphur is lost at low calcination temperature. The uv-visible spectroscopy reveals that chromium presents the same oxidation state independently of the drying mode. However the zircomium coordination is affected. Spectra of aerogels are characterized by a band at 210 nm relative to the Zr⁴⁺ octacoordinated. For xerogels, this band is shifted to higher energies which suppose that Zr4+ is heptacoordinated. All these results suggest different catalytic behaviour of the tow types of solids. In fact, the evaluation of the catalytic properties of aerogels and xerogels chromium doped sulphated zirconia in the n-hexane isomerization reaction revealed that while xerogels are completely inactive, the aerogels are performing catalysts with an activity that increase with calcinations temperature. This can be due to the crystallisation of the later in the ZrO₂ tetragonal phase which stabilise active sites. Moreover, the nature of sulphate groups, which determine the active site for the reaction, seems also to be of a great importance in the catalytic behaviour of chromium doped sulphated zirconia.

REDUCTION DE L'EXCES D'IONS FLUORURES DES EAUX SAUMÂTRES SUR DIVERS MATERIAUX ACTIVES PAR LA METHODE POTENTIOMETRIQUE

Ramdani Amina*, Taleb Safia*, Benghalem Abderrazzek*

* Laboratoire de Matériaux & Catalyse, Faculté des Sciences, Université
Djilali Liabès, BP89 Sidi-Bel-Abbès 22000 Algérie.

safiatal@yahoo.fr / minnna 83@yahoo.fr E-mail:

Résumé

Les eaux saumâtres sahariennes contiennent un excès de fluorures, leur consommation prolongée provoque la fluorose endémique, l'alimentation en eau potable est assurée principalement par des eaux souterraines provenant des nappes du Complexe Terminal et du Continental Intercalaire (nappe albienne).

L'excès de l'ion fluorure peut être réduit soit par une pratique de dilution permettant de respecter les limites de qualité de l'eau destinée à la consommation humaine, soit par des techniques correctives permettant d'associer l'élimination des fluorures en utilisant des traitements possibles à deux échelles différentes : à l'échelle domestique, avec des procédés rustiques d'adsorption employant des matériaux locaux, dotés d'un grand pouvoir adsorbant, et à l'échelle industrielle avec des procèdes à membranes pour une défluoration sélective d'eaux saumâtres hyperfluorurées .

Les meilleures performances d'élimination des polluants toxiques de l'eau, par des matériaux peu onéreux, à cet effet nous proposons la réduction de ces ions par adsorption sur des matériaux naturels locaux telle que la Montmorillonite Elle est connue par son abondance dans la nature, ses multiples propriétés physicochimiques (l'échange ionique et la capacité d'adsorption élevée). Deux types d'argiles ont été testés, l'une à caractère calcique et l'autre non. Elles sont activées chimiquement afin d'évaluer leur capacité sorption vis-à-vis des ions fluorures. Leur capacité de rétention est estimée par le suivi des cinétiques d'adsorption et par le tracé graphique des isothermes d'adsorption. Divers paramètres influençant le phénomène d'adsorption sont déterminés et optimisés par la méthode potentiométrique : masse d'adsorbant, le temps de contact solide-liquide, concentration initiale d'adsorbât, température et pH de la solution.

Mots clés/ Keywords: eau saumâtre fluorée, adsorption, argile, méthode potentiométrique, environnement.

SPIROCYCLISATION ELECTROPHILE. ACCES A DE NOUVELLES SPIROSUCCINIMIDES-γ-BUTYROLACTONES

Mohamed M. Rammah, a,b Mohamed Othman, Mohamed B. Rammah

^a LCOH/LPCI, Université de Monastir, Faculté des Sciences de Monastir, Route de Kairouan, 5000 Monastir, Tunisie.

^bURCOM, Université du Havre, BP 540, 25 rue Philippe Lebon, 76058 Le Havre Cedex, France.

Les hétérocycles lactoniques (en particulier les énols lactones exocycliques) représentent un grand intérêt tant sur les plans pharmacologique que synthétique. En effet, on retrouve ces structures aux forts potentiels biologiques dans de nombreuses molécules naturelles ou non naturelles. Et à ce titre, la construction des spirolactones suscite actuellement un engouement très important dans la communauté scientifique.

Dans ce but, de nouveaux composés hétérocycliques spiraniques dérivés de la succinimide et possédant un motif butyrolactone¹ ont été préparés via une réaction de spirocyclisation utilisant la *N*-bromosuccinimide (*NBS*), la *N*-iodosuccinimide (*NIS*) ou le carbonate d'argent (Ag₂CO₃). Seul le processus de cyclisation 5-exo-dig a été observé et les spirolactones sont obtenues avec d'excellents rendements. Les dérivés hétérocycliques ainsi préparés peuvent servir d'intermédiaire pour accéder à de nouveaux alcaloïdes naturels d'intérêt biologique.

Schéma: Les divers spirosuccinimides-γ-butyrolactones obtenues.

_

¹ Rammah, M. M.; Othman, M.; Rammah, M. B. J. Soc. Chim. Tun., 2008, volume 10, pp11-21

UNE SONDE CONTROLEE ELECTROCHIMIQUEMENT POUR LE RELARGAGE DE NANOQUANTITES DE CALCIUM

Noureddine Raouafi, a* Damiano Genovese, b Emmanuel Maisonhaute, Bernd Schöllhorn, Christian Amatore, and Khaled Boujlel

^aDépartement de Chimie, Université Tunis El-Manar, Tunisie; ^bDépartement de Chimie, Université de Bologne, Italie; ^cEcole Normale Supérieure, Université Pierre et Marie Curie, France. Email : noureddine.raouafi@gmail.com.

Provoquer le largage ou la capture d'une nanoquantité d'espèces biologiquement actives d'une manière rapide, avec une résolution temporelle de l'ordre de la milliseconde, et avec une précision spatiale sous-micrométrique est l'un des défis actuellement lancés par les chimistes, les physiciens et les biologistes. Sa réussite devrait affecter positivement de nombreux secteurs de recherche ainsi que certains procédés de microfabrication avancés.¹

Dans ce travail, nous présenterons la synthèse d'une sonde électrochimiquement active, sa fonctionnalisation et son étude électrochimique en solution et après sa greffe sur la surface d'une électrode (schéma).

Ca²⁺ est choisi comme ion modèle, les études électrochimiques, réalisées dans l'acétonitrile, montrent que le ligand forme un complexe très stable [Ca(1)]²⁺. Par ailleurs, ils révèlent que durant le balayage aller en oxydation les ions calcium sont éjectés de la cage de l'aza-éther couronne à cause de la répulsion électrostatique due à la formation du radical cation par oxydation du phénylènediamine. Le balayage retour permet la regénération de l'entité neutre qui peut être réutilisé pour la recapture des ions calcium et ainsi de suite. Quand le dithiocarbamate (2) est adsorbé sur la surface d'une électrode en or aucun changement dans le mécanisme n'est constaté. La quantité de calcium et le temps nécessaire pour le relargage des ions peuvent être déduit à partir de l'aire de l'électrode utilisée et de la vitesse de balayage. Par ailleurs, l'utilisation d'un électrolyte aqueux ne pose pas de problème quant à la stabilité du cation ou du dication formé lors de l'oxydation centre rédox.

¹ a- Y. M. Tang, E. R. Travis, R. M. Wightman, *J. Neurochem.*, **2000**, 74, 702; b- C. L. Haynes, L. A. Buhler, R. M. Wightman, *Biophys. Chem.*, **2006**, 123, 20.

A Convenient Access to Substituted Cyclic Sulfamides in Nucleophylic Ring-Opening of Chiral 1,1'-Sulfonyl Bis-Aziridines

Nawel Khettache, Sihem Hessainia and Zine Régaïnia*

Laboratoire de chimie organique appliquée. Groupe de chimie des hétérocyles. Faculté des Sciences. Department de Chimie. Universite de Annaba, BP 12, Algeria. Tel/Fax (+213) 38 87 65 67

*Autors to whom correspondence should be addressed; E-mail: regainiadz@yahoo.fr

Key words: Amino acids, cyclosulfamides, bis-aziridines

The synthesis and reactivity of heterocyclic compounds containing sulfonyl moieties have attracted much interest in recent years because of the interesting chemical and biological properties. Cyclosulfamides have enjoyed popularity in the field of medicinal chemistry as non hydrolysable components in peptidomimics [1-2], agonist of 5H-T_{ID} receptor, HIV and serine protease inhibitors [3-4]. In previous publications [5-6], we have described a convenient access to a series of five and n-membered cyclic sulfamides. The optical 1,1'-sulfonyl bis-aziridine 1, serving as the starting point in the approaches, is prepared via intramolecular cyclization of dichlorosulfamide in alkaline medium by using the reported procedure [7].

We have carried out the nucleophilic opening of the active 1,1'-sulfonyl bis-aziridine 1 by various nucleophilic agents. Nucleophilic opening takes place regionselectevely at primary carbon leading to N2-sbstituted cyclic sulfamides 2 (scheme).

^{[1].} Groutas, W. C.; Kuang, R.; Ruan, S.; Epp, J. B.; Venkataraman, R.; Truong, T. M. *Bioorg. Med. Biochemistry* **8**, 4739-4750, 1997.

^{[2].} Huang, W.; Yamamoto, Y.; Li, Y.; Dou, D.; Alliston, K. R.; Hanzlik, R. P.; Williams, T. D.; Groutas, W. C. *J. Med. Chem.* **51**, 2003-2008, 2008.

^{[3].} Hultén, J.; Bonham, N. M.; Nillroth, U.; Hansson, T.; Zuccarello, G.; Bouzide, A.; Aqvist, J.; Classon, B.; Danielson, U. H.; Karlèn, A. *J. Med. Chem.* 40, 885-897, 1997.

^{[4].} Schal, W.; Kalsson, A.; Ahlsén, G.; Anderssson, H. O.; Danielson, U. H.; Classon, Unge, T.; Samuelsson, B.; Hultén, J.; Karlén, A. J. Med. Chem. 44, 155-164, 2001.

^{[5].} Régaïnia, Z.; Abdaoui, M.; Aouf, N.; Dewynter, G.; Montero, J. L. Tetrahedron 56, 381-387, 2000.

^{[6].} Régaïnia, Z.; Winum, J. Y.; Smain, F. Z.; Toupet, L.; Aouf, N.; Montero, J. L. *Tetrahedron* **59**, 6051-6056, 2003,.

^{[7].} Khettache N.; Bendjeddou, A.; Berredjem, M.; Régainia, Z.; Montero, V.; Menu, C; Aouf, N. E.; Winum, J. Y. Synth. Commun. 36, 2299-2305, 2006.

ELECTRODEPOSITION DU FER ET COBALT SUR CUIVRE

R. REKIK, N. CHAABANE et R. ABDELHEDI

Laboratoire d'Electrochimie et Environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, BP 802, 3018 Sfax. Tunisie E-mail: raouiarekike@yahoo.fr

Résumé

Ce travail se rapporte à l'étude de l'électrodéposition et des propriétés physicochimiques de couches minces de fer et de cobalt sur le cuivre.

La première partie est relative à l'étude de la réduction électrochimique de solutions aqueuses de fer(II), de Co(II) séparées et mélangées sur des disques de cuivre par voltamétrie.

La seconde partie représente les résultats de l'étude de l'électrodéposition de films de fer, de cobalt et de leur alliage sur des disques de cuivre par électrolyses à courant imposé. Il fallait caractériser les dépôts en fonction des conditions opératoires telles que la composition chimique des bains d'électrolyse et la densité de courant. Les dépôts sont caractérisés par les techniques spectroscopiques d'absorption de rayons X, à force atomique (AFM) et électronique à balayage (MEB).

CONTRIBUTION A LA VALORISATION DU MELALEUCA ARMILLARIS :

Extraction et analyse de ses huiles essentielles

Naziha CHABIR¹, Nadia BEN BRAHIM², Mohamed MARS³, Mehrez ROMDHANE¹

- 1: Unité de recherche de modélisation, analyse et commande de systèmes (MACS), ENIG, Route de Médnine, 6029, Gabes, Tunisie.
- 2 : Laboratoire de botanique et des plantes ornementales. Institut national de recherches agronomiques.
- 3 : Laboratoire de biotechnologie appliquée à l'amélioration des cultures. Faculté des sciences de Gabès. Cité Erriadh Zrig, 6072 Gabès, Tunisie.

Résumé

Ce travail rentre dans le cadre de la valorisation des plantes aromatiques tunisiennes et en particulier Melaleuca armillaris. Il porte sur l'extraction de ses huiles essentielles en utilisant quatre procédés: L'hydrodistillation, l'entraînement à la vapeur, l'hydrodistillation assistée sous ultrason et l'extraction par un solvant organique volatil. Ces huiles ont été caractérisées par la détermination aussi bien de leur composition chimique grâce à des analyses par CG/MS, que de leurs propriétés physico-chimiques. L'influence des paramètres liés aussi bien à la matière végétale qu'aux procédés d'extraction sur le rendement et la qualité des extraits a pu être étudié. En plus, l'optimisation des conditions opératoires d'un dispositif expérimental d'hydrodistillation a été réalisée selon la méthode de la planification des experiences, en utilisant un plan factoriel 2³, traitant simultanément trois facteurs: rapport volume d'eau/ masse végétale, la macération et le débit de la distillation. Ainsi une étude cinétique de l'hydrodistillation, l'entrainement à la vapeur, l'hydrodistillation assistée sous ultrasond et l'extraction par solvant organique a permis de mettre en évidence les différentes étapes intervenant lors de ces procédés. L'étude a révélé qu'une identification adéquate du procédé d'extration, une optimisation de ses paramètres opératoires, ainsi qu'une limitation de l'organe ou la partie à distiller, la période de sa cueillette, sont d'une importance primordiale et influent quantitativement et qualitativement sur les huiles essentielles obtenues.

Bien que la technique d'extraction et les différentes conditions opératoires utilisées, ont un effet non négligeable sur la composition chimique, toutefois, les composés majoritaires restent les mêmes à savoir le 1.8-cinéole et le borneol.

Mots clés: Melaleuca armillaris- huiles essentielles- valorisation – extraction – rendement

SYNTHESE DE NOUVEAUX DITHIOETHERDITHIOLS DISUBSTITUES

M. Romdhani Younes, M.M.Chaabouni. Laboratoire de Chimie Structurale Organique Faculté des Sciences de Tunis. Campus universitaire 2092 El Manar I

Nous avons montré dans un travail précédent que l'emploi de l'hydroxyde de Benzyltriméthylammonium (Triton B) dans la réaction d'ouverture des époxydes par le 1,2-éthanedithiol permet d'accéder en une seule étape à une nouvelle série de thioétherdiols disubstitués (Schéma 1) qui constitue une source potentielle dans la synthèse organique en particulier dans la préparation des thioéthercouronnes.

R =
$$CH_3$$
; C_2H_5 ; CH_2Cl ; Ph ; $PhOCH_2$; C_4F_{17} ; Cyclohexene oxide.

Schéma 1

Dans le présent travail nous montrons que l'étude de la réactivité de ces thioétherdiols aboutit aux dithioétherdithiols disubstitués (Schéma 2) qui sont utilisés non seulement comme précurseurs dans la synthèse de thioéthercouronnes mais d'excellents complexants de certains ions métalliques.

 $R = CH_3$; C_2H_5 ; CH_2Cl ; Ph; $PhOCH_2$; C_4F_{17} ; Cyclohexene oxide.

Schéma 2

Ce phénomène de complexation permet d'utiliser ces thioétherdithiols dans l'extraction de certains métaux, appliquée surtout dans la chimie médicale et l'environnement.

Synthèse, réactivité des cycloalcoxyphosphinallènes vis-à-vis des dérivés de l'hydrazine

N. Salah, A. Ben.Akacha, M.L. Efrit Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique-Département de chimie Faculté des Sciences de Tunis-2092- Tunisie

Le présent travail décrit la synthèse de cycloalcoxyphosphinallènes $\underline{1}$ à partir d'un dérivé acétylénique et d'un halogénure de phosphore (schéma a). L'addition des dérivés de l'hydrazine sur les allènes phosphorés $\underline{1}^{(1,2)}$ conduit à des hydrazones β -cyclophosphonatées $\underline{2}$ (schéma b). Des thiosemicarbazones β -cyclophosphonatés $\underline{3}$ sont ainsi préparés par action des hydrazones $\underline{2}$ sur des thioisocyanates à température ambiante (schéma c). La structure des composés synthétisés est confirmée par spectroscopie de RMN (1 H, 13 C et 31 P).

♦ (Schéma a)

$$R^{1}, R^{2} = alkyl$$

$$R^{1}, R^{2} = alkyl$$

$$R^{2}, R^{2} = alkyl$$

$$R^{2}, R^{2} = alkyl$$

$$R^{3}, R^{2} = alkyl$$

❖ (Schéma b)

♦ (Schéma c)

Bibliographie:

1. A.Ben.Akacha, Thèse de Spécialité Fac.Sci.Tunis (1987).

 R^{1} , R^{2} = alkyl; $R = H_{1}$, CH_{3} , $-C_{6}H_{5}$, $-CO_{2}C_{2}H_{5}$

2. A.Ben.Akacha, S.Barkallah, H.Zantour, Magn.Reson.Chem. 37, 916 (1999).

ETUDE DES PARAMETRES INFLUENÇANT LA CONSTANTE DE VITESSE APARENTE D'OXYDATION DU COLORANT METHYL VIOLET DANS LES EAUX DE REJETS TEXTILE ET DETERMINATION DES MODELES CINETIQUES DE DEGRADATION

C.Bouasla, M.E.H. Samar*, T.Chouchane, F.Ismail

Département de Génie des Procédés, Laboratoire Génie de l'Environnement, Université Badji Mokhtar, Annaba. Email: samarmeh@yahoo.fr

Résumé

Les eaux de rejet textile posent un problème de pollution vis-à-vis de l'environnement et la santé de l'homme. Ces eaux contiennent des matières organiques récalcitrant qui nécessitent un traitement adéquat. Les traitements classiques tels que la coagulation, floculation, l'adsorption n'éliminent pas ces polluants mais les transposent d'un milieu vers un autre. C'est pour cela que notre choix est fait sur un procédé simple est efficace qui dégrade le polluant. Dans notre cas le polluant étudié est le colorant méthyle violet, très utilisé dans l'industrie textile. Le procédé utilisé est la technique d'oxydation par le réactif de Fenton. Le but de ce travail consiste a optimisé les paramètres influençant la dégradation du colorant tel que la température, la concentration du colorant, la concentration de FeSO₄ etc. De même qu'à partir des résultats obtenus nous avons déterminé les modèles donnant la constante de vitesse de dégradation en fonction des paramètres étudiés.

Mots clés: Procédé Fenton, oxydation, méthyle violet, modèle cinétique.

APPLICATION DE PROCEDES D'OXYDATION AVANCEE: REACTIF DE FENTON ET PHOTO-FENTON POUR LA DEGRADATION DU 4-CHLOROGUAIACOL

Youssef Samet¹, Mohamed Ayadi², Mohsen Khlif², Ridha Abdelhedi¹

Laboratoire d'Electrochimie et Environnement, Ecole Nationale
d'Ingénieurs de Sfax, BP, 3038 Sfax, Tunisie

Unité Technologie et Qualité, Institut de l'Olivier, BP, 3000 Sfax, Tunisie

Résumé

Les procédés d'oxydations avancées (POA) permettent la minéralisation partielle ou totale des molécules organiques biologiquement récalcitrants.

Dans ce travail nous avons comparé deux POA, à savoir le procédé Fenton (Fe²⁺/H₂O₂) et photo-Fenton (Fe²⁺/H₂O₂/radiations solaires) dans le traitement des solutions contenant du 4-chloroguaiacol (4-CG). Le 4-CG est choisi comme molécule modèle pouvant caractériser les eaux usées des industries du papier.

Le suivie par CLHP et la mesure de DCO (Demande Chimique en Oxygène) ont permis de déterminer le taux d'élimination de la matière organique par les deux systèmes proposés. Les résultats ont montré que la vitesse de dégradation de cette molécule et son taux de minéralisation par le procédé Fenton peuvent être significativement améliorés par le couplage de la photochimie avec le réactif de Fenton.

Les conditions expérimentales optimales de la dégradation du 4-CG par le système photo-Fenton sont : pH = 3, rapport molaire H_2O_2/Fe^{2+} = 2, la dose de H_2O_2 = 16 mM, la dose de Fe^{2+} = 8 mM, DCO initiale = 640 mg.L⁻¹, temps de réaction environ 25 min et température égale 25 °C. Dans ces conditions le taux d'abattement de carbone organique en terme de DCO dépasse 90 %.

COMPLEXES DE CHLORURES D'ETAIN(IV) AVEC R₂NP(O)(OCH₂CF₃)₂ : SYNTHESE ET ETUDE STRUCTURALE PAR RMN MULTINUCLEAIRE (¹H, ¹⁹F, ³¹P ET ¹¹⁹Sn) EN SOLUTION

M. A. K. Sanhoury M.T. Ben Dhia et M. R. Khaddar

Laboratoire de Chimie de Coordination, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, El ManarI 2092, Tunis, Tunisie

Les deux complexes octaédriques SnCl₄.2(O)P(NR₂)(OCH₂CF₃)₂ (R = Me (1) ou Et (2)) ont été préparés à partir de SnCl₄ et les ligands R₂NP(O)(OCH₂CF₃)₂ dans le chloroforme[1]. Ces deux adduits ont été caractérisés par RMN multinucléaire (¹H, ¹⁹F, ³¹P et ¹¹⁹Sn). Les données RMN montrent que ces complexes existent en solution sous forme d'un mélange d'isomères cis et trans. Une comparaison de ces résultats avec les données RMN des complexes SnCl₄.2L (L = (Me₂N)₃P(O) [2] et Me₂NP(O)F₂ [3]) indique l'importance de l'effet stérique des substituents liés directement sur l'atome du phosphore du ligand.

Réferences:

- [1] M.A.M. K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia, K. Essalah, M.R. Khaddar, article en préparation.
- [2] S.E. Denmark, X. Su, Tetrahedron 55 (1999) 8727.
- [3] M.A.M. Khouna Sanhoury, M.T. Ben Dhia, K. Essalah, M.R. Khaddar, Polyhedron 25 (2006) 3299.

LA "CLICK CHEMISTRY", UNE NOUVELLE APPROCHE POUR LA SYNTHÈSE DE NOUVEAUX POLYMÈRES AROMATIQUES ET HÉTÉROCYCLIQUES

F. Sebai (a), N. Mekni (a), H. Ben Romdhane (a) et R. Mercier (b)

(a) Laboratoire de Chimie Organique Structurale – Synthèse et Études Physicochimiques
 Faculté des Sciences de Tunis – Département de Chimie – 2092 El Manar – Tunisie

 (b) Laboratoire de Matériaux Organiques à Propriétés Spécifiques – CNRS UMR 5041
 69390 Vernaison – France

Bien que la "click chemistry" a été initialement postulée comme étant un concept général en synthèse organique, cette stratégie a également un potentiel considérable en synthèse macromoléculaire [1-3]. Dans ce travail, de nouveaux polymères comportant des structures aromatiques et hétérocycliques ont été synthétisés par poly-cycloaddition 1,3-dipolaire à partir de monomères bia-azides et bis-acétyléniques. (schéma 1)

Schéma 1

Dans une première étape et afin de vérifier la faisabilité de cette cycloaddition 1,3-dipolaire sur l'ensemble des monomères synthétisés, de chercher les conditions les plus favorables pour l'obtention de rendements satisfaisants mais également de vérifier si de telles structures résistent bien à l'hydrolyse, à la température et aux agents d'oxydation, nous avons élaboré divers modèles en partant de monomères mono ou bis-azides que nous avons fait réagir avec des molécules mono ou bis acétyléniques .

Deux types de catalyseurs à base de cuivre (I) ont été essayés, le CuI et le Cu(PPh₃)₃Br. Nous avons montré qu'avec ce dernier, des rendements avoisinant 70 % et 50 % sont atteints respectivement pour les modèles et pour les polymères et à des températures ne dépassant pas 50°C.

Outre les techniques de reconnaissance moléculaires usuelles servant à caractériser les différents monomères et modèles, (RMN du proton et du carbone 13, IRTF), les polymères obtenus ont été également caractérisés par chromatographie d'exclusion stérique, analyse calorimétrique différentielle et par analyse thermogravimétrique.

$$oldsymbol{\mathsf{Ar}} \hspace{1.5cm} + \hspace{1.5cm} oldsymbol{\mathsf{N}} \hspace{1.5cm} oldsymbol{\mathsf{Ar'}} \hspace{1.5cm} oldsymbol{\mathsf{N}}$$

- [1] J.F.Lutz, Angew. Chem. Int. Ed., 46, 1018, 2007
- [2] H. Nandivada, X. Jiang, J. Lahann, Adv. Mater., 19, 2197, 2007
- [3] W. H. Binder, R. Sachsenhofer, Macromol. Rapid Commun., 28, 15, 2007

N

Ν

Ar=

Comportement Electrochimique et Activité anti-radicalaire du BHT seul et en présence d'acide ascorbique

Emna Sellami*, Karine Serrano[†], Ridha Abdelhédi*

* UR Electrochimie et Environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax,
BPW, 3038 Sfax, Tunisie

⁺ Laboratoire de Génie Chimique, URA CNRS 192, Université Paul Sabatier, 31062 Toulouse, France

E-mail: sellamiemna@yahoo.fr

Résumé

L'hydroxytoluène butylé également appelé BHT (E321) est un antioxydant synthétique. Il se présente sous forme de cristaux ou poudres incolores à jaune pâle dont la température de fusion est égale à 70°C. Il résiste aux hautes températures qui peuvent se produire durant la fabrication du produit, contrairement à certains antioxydants naturels comme la vitamine E. C'est un produit organique lipophylique (soluble dans les graisses et insoluble dans l'eau), le BHT s'oxyde d'une façon irréversible qu'elle soit le matériau d'électrode et le milieu du solvant. Le BHT est principalement employé comme un additif antioxydant dans les industries chimique, métallurgique, agro-alimentaire, pharmaceutique et cosmétique. Il a été montré qu'il s'agit d'un produit toxique.

En conséquence, le BHT a été interdit pour l'utilisation dans l'alimentation dans divers pays occidentaux.

Dans nous avons entrepris l'étude du comportement électrochimique du BHT et en présence d'acide ascorbique par voltamétrie cyclique sur des disques d'or prétraité, de carbone vitreux et une ultramicroélectrode de platine en fonction de différents paramètres expérimentaux contrôlables tels que la concentration initiale du (BHT), l'effet du potentiel limite et de la vitesse de balayage du potentiel.

Les résultats obtenus nous ont permis d'interpréter l'interaction BHT-acide ascorbique en établissant une corrélation entre les résultats de l'étude électrochimique et de mesure de l'activité anti-radicalaire.

LES MOLECULES BIOACTIVES DE L'URTICA DIOICA L. EVALUATION DE SON POUVOIR ANTIRADICALAIRE PAR L'ABTS'

F. Sidaoui⁽¹⁾, J.K. Chérif⁽¹⁾⁽²⁾, J. Hadj Salem⁽³⁾, D. Barth⁽³⁾ et M. Trabelsi-Ayadi ⁽¹⁾

e-mail: cherif j2000@yahoo.fr

L'ortie (*Urtica dioïca*, L.) est un genre de la famille des urticacées qui regroupe une trentaine d'espèces *. L'ortie présente de nombreuses propriétés médicinales, vantées depuis l'antiquité. De nos jours, elle entre dans la composition d'un grand nombre de médicaments et fait toujours l'objet de recherches.

Le but de cette étude est de valoriser cette plante en molécules bioactives : polyphénols, caroténoïdes et vitamine C et de déterminer son pouvoir antiradicalaire.

Les polyphénols totaux déterminés par la méthode utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu montrent que les tiges contiennent la teneur la plus élevée (8,32 mg EAG.g-1 MF).Les caroténoïdes totaux dans les tiges et les racines se trouvent à des teneurs respectives 23,35 et 22,21 mg EβC/100g MF. Les teneurs en vitamine C varient entre 15,41 et 20,7 mg/100g.

L'étude du pouvoir antiradicalaire des extraits obtenus par CO₂ supercritique à (150 bar, 60 ° C), a été déterminée par spectrophotométrie impliquant le radical stable ABTS' (sel d'ammonium de l'acide 2-2' azinobis (3-éthyle-benzothiazoline-6-sulfonique). La capacité antiradicalaire a été déterminée selon le test TEAC (Capacité Antioxydante en Equivalent de Trolox), varie de 4.3 et 6,1 mg.ml⁻¹.

L'Urtica dioïca L. est riche en antioxydants (polyphénols, caroténoides et vitamine C). Ces molécules sont réparties dans les différentes parties de la plante (feuilles, tiges, racines). La tige est la partie la plus concentrée en polyphénols et vitamine C, vienne en second lieu les racines puis les feuilles.

Mots clés: urtica dioïca L., molécules bioactives, pouvoir antiradicalaire, Radical ABTS, TEAC, extraction CO₂ supercritique.

Bibliographie

* M. I. Aksu, M. Kaya. Effect of usage urtica dioica L. ou microbiological properties of sucuk, a Turkish dry fermented sausage. Food control. 15, 2004; 591-595.

^{(1),} Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement (LACReSNE). Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna- Bizerte Tunisie (2) Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs de Tunis, Monfleury 1008 Tunis-Tunisie

⁽³⁾ Laboratoire des Sciences du Génie Chimique (LSGC). 1, rue Grandville, BP 20451, F-54001 Nancy-France

NOUVELLE VOIE D'ACCES A DES β-IMINO ET ENAMINOPHOSPHINEOXYDES ET SULFURES

Hosni SLIMANI et Soufiane TOUIL

Laboratoire de Synthèse et Réactivité Organiques, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna (Tunisie)

La condensation mole à mole d'une imine $\underline{\mathbf{1}}$ avec la P-chlorodiphénylphosphine, réalisée en présence d'une quantité équimolaire de triéthylamine, permet d'accéder dans une première étape, à une phosphine $\underline{\mathbf{A}}$. Une oxydation ou sulfuration subséquente fournit les β -imino et énaminophosphineoxydes et sulfures $\underline{\mathbf{2}}$ et $\underline{\mathbf{2'}}$ avec des rendements allant de 70 à 90%.

Nous avons constaté, au cours de nos essais, que les imines phosphonylées cycliques sont obtenues exclusivement sous la forme tautomère énamine 2' stabilisée probablement par une liaison hydrogène intramoléculaire. Pour les composés aliphatiques, en revanche, la forme imine 2 est exclusive ou nettement majoritaire (Schéma1).

SCHEMA 1

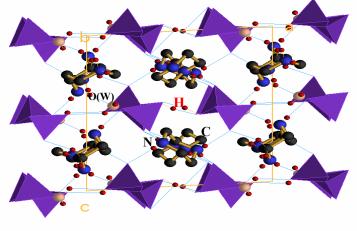
SYNTHESE, ETUDE STRUCTURALE ET CARACTERISATION DU PIPERAZINE-1,4-DIIUM TRIPHOSPHATE

Wajda Smirani et Mohamed Rzaigui Laboratoire de chimie des matériaux, Faculté des sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna, Tunisie

Les matériaux non centrosymétriques intéressent particulièrement plusieurs domaines d'applications [1]. Les composés hybrides qui combinent des entités organiques et inorganiques ont plus de chance de cristalliser avec une telle structure. Par réaction de l'acide triphosphorique sur la pipérazine nous avons synthétisé un nouveau triphosphate non centrosymétrique $[C_4N_2H_{12}]_2HP_3O_{10}.H_2O$.

L'étude par diffraction des rayons X, montre que se composé cristallise dans une maille monoclinique $P2_1$ de paramètres a=11.072(5), b=12.324(2), c=13.122(5) Å, $\beta=93.85(5)^\circ$, Z=4 et V=1787(1) Å³. La structure cristalline, déterminée sur monocristal en utilisant 4262 réflexions indépendantes, est affinée jusqu'à R=0,057. L'arrangement atomique est décrit par une organisation en couches inorganiques infinies qui se développent parallèlement au plan (a, b) et qui sont formées des anions triphosphates $HP_3O_{10}^{4-}$ et des molécules d'eau. Les cations piperaziniums se trouvent dans l'espace inter-couches et connectent les différentes couches par des forces coulombiennes et des liaisons hydrogène du type N-H...O pour créer un réseau tridimensionnel cohérent.

Une caractérisation par spectroscopie d'absorption IR et par analyse thermique est également donnée.



Projection de la structure de $(C_4N_2H_{12})_2HP_3O_{10}.H_2O$ suivant la direction \vec{b} .

[1] J. Pecaud et M. Bagieu-Beucher, Acta Cryst. C49, 834-837 (1993).

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DU COMPORTEMENT À LA CORROSION DU CUIVRE DANS LE SOL TUNISIEN

Nébil SOUISSI 1,2*, Ezzeddine TRIKI 2

¹ Département de Physique – Chimie, Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs El Manar, 1002 Le Belvédère, Tunis, Tunisie

² Unité de Recherche "Corrosion & Protection des Métalliques", École Nationale d'Ingénieurs de Tunis, BP 32, 1002 Le Belvédère, Tunis, Tunisie

* Auteur correspondant. Email : nebilsouissi@gmail.com

Résumé:

Le cuivre est constitutif des échangeurs thermiques, pompes, robinetteries, chaudières, chauffe-eau, batteries d'air conditionné et canalisations de distributions sanitaires et de chauffage. Il est également utilisé dans les « canisters » pour le stockage dans le sol du combustible hautement radioactif des centrales nucléaires.

Le comportement à la corrosion du cuivre dans les milieux aqueux a fait l'objet d'innombrables publications. Cependant, peu d'investigations ont traité l'altération du matériau dans les conditions réelles d'enfouissement. Nous rapportons dans ce travail une étude analytique et électrochimique du comportement vis-à-vis de la corrosion du cuivre dans un sol tunisien.

Les résultats analytiques nous ont permis de conclure à la dissolution du matériau à travers une couche rugueuse (Rq = 99nm) résultant de l'interaction du cuivre avec les fractions inorganiques et humiques solubles du sol. L'ordre de la réaction de corrosion par rapport à la fraction soluble a été calculé en étudiant l'effet de la concentration du sol dans l'électrolyte. En outre, la variation de la température a conduit au calcul de l'énergie d'activation.

La caractérisation de l'interface par les techniques électrochimiques a confirmé que la formation de la patine procède par adsorption des anions solubles du sol sur le matériau conduisant à un état de pseudo-préservation de la surface suite à un épaississement uniforme de la couche de produit de corrosion.

SYNTHESE DE NOUVEAUX HETEROCYCLES DERIVES DE L'HYDANTOINE

M. Saadouni, L. Adlani, S. Boukhris, N. Habbadi, A. Hassikou et A. Souizi

Equipe de Synthèse Organique, Organométallique et d'Agrochimie, Université Ibn Tofaïl Faculté des Sciences B.P 133, Kénitra, Maroc.

Dans le présent travail, nous rapportons la synthèse de nouveaux systèmes hétérocycliques associant les dérivés de l'hydantoine à différents hétérocycles.

En effet, les gem-dicyano époxydes 1 réagissent avec l'hydantoine et la thiohydantoine pour conduire respectivement, aux spiroimidazolino-dioxoles 2 et spiroimidazolino-oxathioles 3. Les composés de ce type jouent un rôle essentiel dans un grand nombre de réactions enzymatiques.

Les composés 2 sont stables au stade spirannique, alors que les composés 3 évoluent par thermolyse vers les composés mésoïoniques de type 4.

Les systèmes hydantoïniques ont fait l'objet de nombreux travaux. Ils constituent une famille de composés susceptibles de présenter des propriétés pharmacologique, biologique et agrochimique.

- 1) W. P. Jencks, Adv. Enzymol., 1975, 43, 370.
- 2) S. Boukhris, A. Souizi, Tetrahedron Lett., 2003, 44, 3259-61
- 3) S. Boukhris, A. Souizi, Tetrahedron Lett., 2000, 41, 2559-62.

SYNTHESE DE NOUVEAUX TENSIOACTIFS ET ETUDE DE LEURS PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES

L. Tebourski, A. Hedhli

Laboratoire de Chimie Moléculaire Organique, Ecole Supérieure des Sciences et Techniques de Tunis, 5, avenue Taha Hussein, Montfleury, 1008 Tunis, Tunisia e-mail: ahmed.hedhli@esstt.rnu.tn

La réaction de l'anhydride maléique avec des diols à chaînes hydrocarbonées fournit dans des conditions restrictives les produits cycliques 1.

L'addition de l'acide mercaptoacétique sur les composés 1 conduit aux tensioactifs 2.

POLYPHOSPHATES DE TERRES RARES Ln(PO₃)₃ (Ln= La, Ce, Eu) : RELATION STRUCTURE-PROPRIETES OPTIQUES

R. Ternane^{1*}, M. Trabelsi-Ayadi¹, M. Ferid², G. Panczer³ et G. Boulon³

¹Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna Bizerte, Tunisie. *e-mail : rternane@yahoo.fr ²Laboratoire des Matériaux, Centre de Recherches et des Technologies de l'Energie, B.P. 95, 2050 Hammam-Lif, Tunisie.

³Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Luminescents, UMR-CNRS 5620, Université Claude Bernard Lyon I, Bât. A. Kastler, 10 rue Ampère, 69622 Villeurbanne Cedex, France.

Ce travail concerne la synthèse et la caractérisation complète des polyphosphates à chaînes infinies de formule Ln(PO₃)₃ (Ln= La, Ce, Eu).

La caractérisation physico-chimique de ces phases a été effectuée par différentes techniques dont l'analyse chimique, la diffraction des rayons X, les spectroscopies vibrationnelles d'absorption infrarouge et de diffusion Raman ainsi que la Résonance Magnétique Nucléaire du solide (RMN-MAS).

La RMN à l'état solide des noyaux ³¹P et ¹³⁹La (à haut champ de 17,6 T) a permis, pour la première fois, d'affiner les résultats de la résolution structurale sur monocristal de La(PO₃)₃ décrit dans la littérature [1], en précisant, notamment, la distribution des sites d'occupation grâce à une version évoluée du logiciel Winfit (Bruker) [2].

La luminescence de l'ion Eu³⁺ en tant que sonde structurale locale [3, 4] a permis d'identifier les sites de substitution et de corréler les résultats avec les données cristallographiques. Les diagrammes des niveaux d'énergie de Eu³⁺ ainsi que les points couleur ont été déterminés pour le polyphosphate La(PO₃)₃: Eu³⁺ (2%) révélant des résultats prometteurs pour être considéré comme un candidat possible dans le domaine des luminophores rouges.

Quant à l'ion Ce³⁺, le rendement élevé de la luminescence sous excitation UV ou par rayons X, la faible valeur du décalage Stockes (760 cm⁻¹) et la faible durée de vie de 9 ns dans le polyphosphate Ce(PO₃)₃ lui acquièrent des propriétés intéressantes de scintillation.

Références bibliographiques

- [1] J. Matuszewski, J. Kropiwnicka, T. Znamierowska, J. Solid State Chem., 75 (1988) 285.
- [2] D. Massiot, H. Thiele, A. Germanus, Bruker Rep., 140 (1994) 43.
- [3] R. Ternane, M. Trabelsi-Ayadi, N. Kbir-Ariguib, B. Piriou, J. Lumin., 81 (1999) 165.
- [4] R. Ternane, M. Férid, G. Panczer, M. Trabelsi-Ayadi, G. Boulon, Opt. Mater., 27 (2005) 1832.

Etude conformationnelle par RMN de quelques dithiocarbamates synthétisés

M. Toumi^a, M. Bordeau^b, K. Boujlel^c

a) Institut Nationale de Recherche et d'Analyse Physico-chimiques
 b) Institut des Sciences Moléculaires de Bordeaux
 c) Faculté des Sciences de Tunis

En plus de la résolution structurale, la RMN nous permet d'obtenir des informations relatives à la dynamique moléculaire. La morphologie des signaux RMN est modifiée par la cinétique de certains processus tels la rotation interne ou les échanges de sites. Nous pouvons parler d'échange chimique. Dans le cadre de ce travail nous n'étudierons que des systèmes d'échange chimique à l'équilibre.

L'étude conformationnelle des monodithiocarbamates par RMN dynamique de quelques monodithiocarbamates synthétisés, nous a permis de mettre en évidence l'influence des substituants de l'azote et du soufre sur les paramètres thermodynamiques et cinétiques déterminés à partir des variations spectrales en fonction de la température et de l'attribution stéréochimique des signaux ¹H des substituants de l'azote en échange dans ces substrats.

En effet, nous avons attribué les signaux RMN ¹H des substituants R et R' des dithiocarbamates étudiés aux positions cis et trans par rapport au groupement thiocarbonyle.

Par ailleurs la proportion des deux conformères correspondant aux dithiocarbamates N-monosubstitués dépend fortement de la polarité du solvant avec une préférence pour le conformère où N-R est en position cis par rapport au groupe fonctionnel C=S.

Enfin, en tenant compte des valeurs de l'enthalpie libre d'activation nous avons noté que la nature des groupements hydrocarbonés portés par l'azote est sans influence notable sur les valeurs de ΔG^{\neq} comme il a été rapporté pour les amides.

REDUCTION CATALYTIQUE SELECTIVE DE NO PAR C₁₀H₂₂ SUR DES CATALYSEURS ZEOLITHIQUES Cu-ZSM-5 ECHANGES AU SAMARIUM

Hassib Tounsi a, samir Djemel a, Abdelhamid Ghorbela, Gérard Delahayb

^aLaboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaires 2092 - El Manar Tunis ,TUNISIE

^b Institut Charles Gerhardt, Matériaux Avancés pour la Catalyse et la Santé, UMR 5253, CNRS-ENSCM-UMII- UMI, 8 rue de l'Ecole Normale, Montpellier Cedex 5, France.

Résumé: Dans ce travail nous avons étudié l'influence de la teneur en samarium sur l'activité catalytique des catalyseurs Cu-ZSM-5 dans la Réduction Catalytique Sélective de NO par le ndécane (NO-RCS-C₁₀H₂₂). Pour ce faire, une série de catalyseurs Cu-Sm-ZSM-5 a été préparé par échange ionique entre phase solide (E.I.P.S). La préparation consiste à broyer dans un mortier en agate pendant 15 min, le mélange suivant : 1,00 g de NH₄-ZSM-5 ; 0,06 g de CuCl et une quantité variable de Sm(NO₃)₃.6H₂O. Chaque échantillon est maintenu à 500 °C sous flux d'azote pendant 2h. Les solides récupérés après traitement thermique sont lavés à l'eau distillée et étuvés à 80 °C pendant 12 heures. La diffraction des RX des catalyseurs préparés montre que l'E.I.P.S conserve la structure du support NH₄-ZSM-5. Cette stabilité peut être attribuée à la faible teneur en aluminium du support (rapport molaire; Si /Al =16). La réduction en température programmée par l'hydrogène (H₂-TPR), montre que les profiles de réduction de tous les catalyseurs comportent trois pics de réduction. Le premier a été attribué à la réduction de Cu²⁺ en Cu¹⁺, le deuxième à la réduction de CuO en une seule étape en Cu⁰ et le troisième à la réduction de Cu¹⁺ en Cu⁰. D'autre part, le fait le plus marquant des profiles H₂-TPR, c'est que la réduction des particules de CuO (deuxième pic) s'effectue à des températures plus élevées avec l'augmentation de la teneur en Samarium. Ceci pourrait indiquer que la dispersion des particules CuO est plus bonne en présence de Sm.

L'introduction d'une faible quantité de Sm dans les catalyseurs Cu-ZSM-5 exalte la conversion de NO en N₂. En effet, l'ajout de 1% de Sm fait passer la conversion de 85 % à 97%. Par ailleurs, les profiles de conversion de NO de tous les catalyseurs décrivent un pic de conversion entre 350°C et 390°C. Le passage de la conversion de NO par un maximum en fonction de la température traduit l'existence d'une compétition entre deux réactions. La première concernant la réduction de NO en N₂ et l'autre la combustion de l'hydrocarbure à haute température.

^{*} Faculté des Sciences de Sfax, Département de Chimie, route de la Soukra km 4 - B.P. n° 1171 - 3000 Sfax-TUNISIE (Adresse actuelle)

Etude théorique de la réactivité du complexe Bis-Hydrogéne [RuH₂ (CH₂)₂(PCH₃)] avec les Hétérocycles Aromatiques, Hydrogénation catalytique du Thiophène

Trabelsi-Harbi Lobna IPEI MANAR - TUNIS

Les travaux de recherche sont effectués à l'Unité de Recherche de Chimie Théorique et Réactivité de l'IPEIEM. Le but principal de ce travail est la détermination des différents mécanismes réactionnels lors de la réaction d'hydrogénation du thiophène et de ses dérivées en présence d'un complexe du ruthénium II comportant deux molécules de dihydrogène.

1ére partie : Hydrogénation du thiophène.

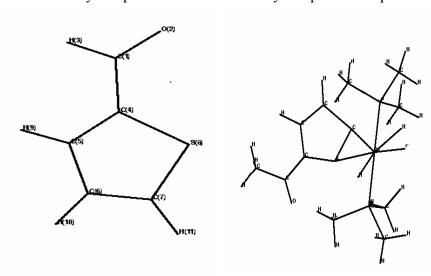
- 1- Quatre possibilités ont été envisagées pour la première étape :
- *Thiophène S-lié quand il s'agit d'une substitution de H₂ du complexe par le doublet libre du soufre du thiophène avec toutes les possibilités des phosphines en positions cis ou trans.
- * Thiophène η^2 (C-C) lié quand il s'agit d'une substitution de H_2 du complexe par l'une de deux liaisons π de thiophène avec toutes les possibilités des phosphines en positions cis ou trans
- 2- Pour la deuxième étape, elle a envisagé deux possibilités : $(S-\eta^2)$ ou η^4 (C-C) du thiophène liés avec les phosphines uniquement position en trans.

<u>2éme partie</u>: Hydrogénation des dérivées du thiophène à base d'acétate.

J'ai pu optimiser les géométries des composés suivants.

2-Acetylthiophène

2-Acetylthiophène complexé



Toutes les caractéristiques orbitalaires et énergétiques de ces composés ont été déterminées alors que les états de transition de chaque étape sont en cours de calcul.

SYNTHESE ET CARACTERISATION DE NOUVEAUX POLY(ESTER-AMIDE)S FURANO-ALIPHATIQUES

Rania TRIKI, Majdi ABID et Rachid EL GHARBI

Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, Tunisie

Les polyamides sont des matériaux qui possèdent une bonne stabilité thermique et d'excellentes propriétés mécaniques. Leurs applications dans un bon nombre de secteurs se trouvent quelque peu grevées par leur mauvaise solubilité. Des recherches récentes ont été de ce fait orientées vers la préparation de poly(ester-amide)s, dans le but de combiner les propriétés des homopolymères correspondants, afin d'obtenir des matériaux à la fois rigides et solubles dans une bonne gamme de solvants organiques.

C'est dans ce contexte que s'inscrit le travail que nous rapportons dans la présente communication. Nous nous intéressons à la préparation de nouveaux poly(ester-amide)s à partir de la polycondensation en masse d'un diester bifuranique avec un mélange d'éthylène glycol et d'hexaméthylène diamine dans différents rapports:

Et₂OC O CO₂Et + H₂N
$$\rightarrow$$
 NH₂

$$\begin{array}{c}
\text{lère phase} \\
\text{T = 200°C; Cat. = Ti (OBu)}_4; \text{t = 3h, N}_2 \\
\text{2ème phase} \\
\text{T = 240°C; 0,1mmHg; t = 6h}
\end{array}$$

Ces poly(ester-amide)s ont été judicieusement caractérisés par RMN ¹H, RMN ¹³C et FTIR.

Ce travail constitue une contribution à la valorisation d'un bon nombre de déchets végétaux dont la transformation chimique fournit aisément les monomères furaniques.

HETEROCYCLISATION DES 3-CYANO IMINCOUMARINES PAR ACTION DES HYDRAZIDES

Hamida Turki et Rachid El Gharbi

Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, 3038 Sfax, Tunisie. Fax : 0021674676606 e-mail : tur.hamida@yahoo.fr

Nous avons déjà montré dans notre laboratoire que les 3-cyano iminocoumarines constituent des substrats particulièrement attrayants en synthèse hétérocyclique^[1,2,3]. Ils peuvent en effet réagir avec divers nucléophiles pour conduire à des composés polyhétérocycliques à haute valeur ajoutée.

Dans la présente communication, nous décrivons l'hétérocyclisation de ces substrats avec divers hydrazides qui constitue une voie d'accès originale aux benzopyrano [2,3-c] pyrazoles répondants à la structure générale suivante :

Une série comportant une vingtaine de nouveaux benzopyranopyraoles a été ainsi synthétisée et judicieusement caractérisée par les techniques spectroscopiques (RMN ¹H, RMN ¹³C et IR). Ces structures ont été confirmées suite à une analyse par diffraction des RX réalisée sur le 7-diéthylamino-2-(3-fluorobenzoyl)-[2H]-3-imino-[3H] benzopyrano[2, 3-c] pyrazole.

Le mécanisme réactionnel impliqué dans ce procédé, est discuté sur la base de nos propres résultats et sur les données de la littérature. Une évolution faisant intervenir la fonctionnalisation de l'azote imidique selon Shmidt suivie d'une hétérocyclisation intramoléculaire impliquant le groupement cyano nous parait très plausible.

¹⁻ Turki, H.; Abid, S.; Le Bigot, Y.; Ferry-Forgue, S.; El Gharbi, R. Synth. Commun. 2004, 34, 19, 3353.

²⁻ Fakhfakh, M; Turki, H; Abid, S; El Gharbi, R et Fery-Forgues, S; Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry; 185, 13, 2007

³⁻ Kammoun, M; Turki, H; Ferry-Forgue, S.; El Gharbi. Journal of hetercyclic chemistry. Sous Presse.

RESOLUTION OF THE (±)-2.4-DICHLOROPHENYL ACETATE-BM METHANOL SOLVATES BY PREFERENTIAL CRYSTALLISATION IN METHANOL. STUDY OF THE PRODUCTIVITY SYSTEM [(+)-2.4-DICHLOROPHENYL ACETATE-BM - (-)-2.4-DICHLOROPHENYL ACETATE-BM - METHANOL]

S. Wacharine-Antar & G. Coquerel.

Unité de Croissance Cristalline et de Modélisation Moléculaire, UPRES EA 3233, IRCOF, Université de Rouen, 76821 Mont-Saint-Aignon Cedex- France Gerard.coquerel@univ-rouen.fr

Nowadays, a large number of active molecules developed by the pharmaceutical industry are chiral. It has been found that the efficiency of these molecules was ameliorated when only one of enantiomer is used instead of the racemic mixture¹. Therefore, the resolution of chiral compounds synthesized as racemic mixture is a recurrent problem in industrial research and development.

One of the cheapest and efficient methods is to use the preferential crystallization^{2, 3}. However the major restriction to this procedure is that the racemic mixture must crystallize as a stable conglomerate (i.e. a physical mixture of enantiomerically pure particles).

Racemic BM is a pharmaceutical product that does not crystallise as a conglomerate. Its derivative, the methanol solvate of the salt formed with the 2.4-dichlorophenyl acetic acid, has been found to crystallise as a stable conglomerate without any detectable partial solid solution under thermodynamic equilibrium. The boundaries of the stable domains in the ternary phase diagram [(-)-Methanol solvate-(+)-Methanol solvate- Methanol] were determined by means of DITA (Discontinious Isoperibolic Thermal Analysis)^{4,5,6}

The resolution of this derivative was carried out at 2 litre scale in pure methanol via two different processes: the Auto Seeded Programmed Polythermic Preferential Crystallization (AS3PC)⁷ process and the classical Seeded Isothermal Preferential Crystallization (SIPC) process.

The AS3PC process appears more efficient than SIPC process in terms of purity of the crops (optical purity), yield, and easiness of scale up. Nevertheless, the productivity of the system [(+)-2.4-Dichlorophenyl acetate-BM - (-)-2.4-Dichlorophenyl acetate-BM - Methanol] remains quiet modest. Additional attempts of preferential crystallization were carried out by increasing temperature in order to enhance the productivity.

² E. L. Eliel, S. H. Wilen, L. N. Mander, 1994, Stereochemistry of Organic Compound, New York, Wiley.

¹ E. Thall, J. Chem. Educ., 1996, 73, 481-484.

³ J. Jaques, A. Collet, S. H. Wilen., Enantiomers, Racemates and Resolutions, Krieger Publishing Company, Malabar Florida, USA, 1994.

⁴ P. Marchand, L. Lefèbvre, L. Courvoisier, J.-J Counioux, G. Coquerel., J. Phys. IV France; 2001, 11, 115-122.

⁵ P. Marchand, L. Lefèbvre, G. Perez, J.-J. Counioux, G. Coquerel, J. Therm. Anal. Cal. 2002, 68, 37-47.

⁶. Marchand, L. Lefèbvre, F. Querniard, P. Cardineal, G. Perez, J -J. Counioux, G. Coquerel., Tetrahedron Asymmetry, 2005, 15, 2455-2465.

⁷ G. Coquerel, M.-N. Petit, R. Bouaziz., PCT Patent WO 95/08522.

PERFORMANCE DES PROCEDES MEMBRANAIRES POUR LE TRAITEMENT DU JUS DE CUISSON DE THON

Walha Khaled⁽¹⁾, Patrick Bourseau⁽²⁾, Pascal Jaouen⁽³⁾

- ⁽¹⁾ Faculté des Sciences de Sfax, Laboratoire des Sciences de Matériaux & Environnement (MESLAB), BP 759, 3018, Sfax-TUNISIA.
- ⁽²⁾ Université Européenne de Bretagne, Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne, BP 92116, 56321 Lorient Cedex, France.
- (3) Université de Nantes, Laboratoire de Génie des Procédés Environnement-Agroalimentaire, GEPEA-UMR-CNRS, 6144, Nantes Atlantique Universités, BP406 44602, Saint Nazaire, France.

Résumé

Les industries de la pêche génèrent une quantité d'effluents faible (1.1 %) mais restent malgré tous polluantes. Déversés dans le milieu marin, ces rejets participeraient à la dégradation de la qualité du littoral. De plus, le mélange de ces rejets avec les eaux résiduaires urbaines perturbait le fonctionnement biologique des stations d'épuration en raison de la forte salinité de ces effluents. C'est pourquoi un procédé de traitement spécifique s'impose. L'objectif de cette thématique de recherche est le traitement des co-produits et des effluents générés par la filière de transformation des produits de la mer. L'utilisation des procédés membranaires en tant que technologie propre (double aspect : valorisation de sous produits/ recyclage de l'eau dans l'atelier) est aussi recherchée. Le jus de cuisson de thon semble contenir des matières intéressantes (protéines, arômes...) dont leur purification peut présenter un réel intérêt économique. Ces molécules aromatiques de bas poids moléculaires se trouvent isolés dans le perméat, seule des membranes de nanofiltration serrées ou des membranes d'osmose inverse peuvent être utilisés pour concentrer ces arômes. Le traitement selon une cascade: électrodialyse, Nanofiltration, osmose inverse ou osmose inverse à haute pression permet de produire un concentré aromatique et rejeter une eau pratiquement dépolluée. La filtration sur membrane doit réduire au maximum la DCO de l'effluent, tout en présentant des flux de perméation convenables.

L'ETUDE DE L'INTERACTION ENTRE LE NOIR DE BLEU D'ERIOCHROME R ET LES BROMURES DE N-ALKYLTRIMETHYL-AMMONIUM

Narjess Zaghbani, Amor Hafiane et Mahmoud Dhahbi

Laboratoire Eau et technologies Membranaires, Centre des Recherches et des Technologies des Eaux, BP 273

Hammam-Lif 2050, Tunisie

Tel.: +216 79 412 798; fax: +216 71 430 934. E-mail adresse: mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn

Résumé

L'interaction du Noir de Bleu d'Eriochrome R (EBBR), un colorant anionique, avec des divers tensioactifs cationiques: le bromure de dodecyltrimethylammonium ($C_{12}TAB$), le bromure de tetradecyltrimethylammonium ($C_{14}TAB$), le bromure de cétyltriméthylammonium ($C_{16}TAB$) et le bromure d'octadecyltrimethylammonium ($C_{18}TAB$) a été étudiée par spectrométrie UV-Visible en fonction de la concentration des tensioactifs de part et d'autre de la concentration micellaire critique.

Cette étude nous a permis de déterminer les constantes de la formation du complexe coloranttensioactif (*K*) et la fraction d'EBBR liée aux micelles (*f*) calculées au moyen de l'équation Benesi-Hildebrand. Les valeurs des constantes de complexation colorant-tensioactif suivent l'ordre suivant:

$$C_{18}TAB \ge C_{16}TAB > C_{14}TAB > C_{12}TAB$$

L'augmentation de la valeur de la constante de complexation avec la longueur de la chaîne aliphatique montre que l'interaction hydrophobe joue un rôle important dans le mécanisme de complexation.

Mots-clés: Noir de Bleu d'Eriochrome R; Micelles; tensioactifs cationiques; Interaction Hydrophobe; Constante de Complexation.

ETUDE ELECTROCHIMIQUE DE QUELQUES HERBICIDES APPARTENANT A LA FAMILLE DES ETHERS AROMATIQUES

A. ZAOUAK^a, F. MATOUSSI ^b, M. DACHRAOUI ^a.

a: Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Mannar, Tunisie.

b: Département de Chimie et de Biologie Appliquées, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, B.P. N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.

E-mail: amirazaouak@yahoo.fr

Résumé :

Notre travail concerne l'analyse du comportement électrochimique de molécules ayant des propriétés herbicides (figure I). Il s'agit de composés appartenant à la famille des éthers aromatiques dont les propriétés électrochimiques sont peu connues. L'étude a été réalisée par voltamétrie cyclique. Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence le caractère électroactif aussi bien en réduction qu'en oxydation des différents composés étudiés. Notre étude a permis en particulier d'éclaircir différents aspects du processus d'oxydation anodique. Ainsi le nombre d'électrons échangés au niveau du pic d'oxydation a été déterminé. De plus l'analyse de l'influence des paramètres expérimentaux tels que la concentration et la vitesse de balayage a permis de caractériser les premières étapes du mécanisme réactionnel.

L'ensemble de ces résultats a été exploité dans le but de développer une nouvelle méthode d'analyse des herbicides de la famille des éthers aromatiques (cas de l'aclonifen). Mots Clés : herbicides, éthers aromatiques, transfert d'électrons, voltamétrie cyclique, validation analytique.

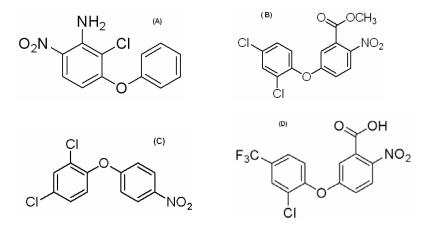


Figure I : Formules semi- développées de l'aclonifen (A), le bifenox (B), le nitrofen (C) et l'acifluorfen (D).

ÉTUDE DE LA SOLVATATION ET LES PROPRIETES DE TRANSPORT DES MELANGES D'UN LIQUIDE IONIQUE PROTIQUE AVEC UN DISSOLVANT APROTIQUE : NITRATE D'ETHYLAMMONIUM / γ- BUTYROLACTONE

R. Zarrougui ⁽¹⁾, M. Taggougui ⁽²⁾, M. Dhahbi ⁽¹⁾ and D. Lemordant ⁽²⁾

Laboratoire Eau et Technologies Membranaires, CERTE, BP 273, Soliman 8020 TUNISIE Tel.: +216. 79.412.798; Fax.: +216.71.430.934, *E-mail: mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn

Cette communication a pour objectif d'étudier la solvatation et les propriétés de transport des mélanges de nitrate d'éthylammonium (NEA) avec γ -la butyrolactone (BL), à différentes températures, variant de 293.15K à 318.15K, et pour toute la gamme de composition ($x_{NEA} = 0$ à $x_{NEA} = 1$). Des mesures de densité des mélanges ont été employées pour estimer le volume d'excès, V^E , et le coefficient thermique de dilation isobare d'excès, α^E . Les volumes d'excès ont des valeurs négatives et positives, alors que les coefficients thermiques de dilation isobare d'excès sont négatifs sur la gamme entière de composition. L'addition du NEA dans la BL a comme conséquence une diminution du volume molaire due à la solvatation d'ions du liquide ionique jusqu'à un minimum qui correspond environ à trois molécules dissolvantes pour une paire d'ion de LI. Les spectres Raman des mélanges étudiés, confirment les résultats obtenus par les mesures de densité.

La deuxième partie a été consacrée à la détermination de la conductivité et la viscosité des différents mélanges étudiés.

L'effet de la concentration en NEA sur la viscosité (η) et la conductivité (κ) de tous les mélanges a été discuté dans la limite de la relation de Jones-Dole. L'effet de la température sur la viscosité (η) et la conductivité (κ) des mélanges est bien décrit par la loi d'Arrhenius pour laquelle les énergies d'activation pour la viscosité $(E_{a,\eta})$ et la conductivité $(E_{a,\kappa})$ sont déduites. Le calcul du produit de Walden $(\Lambda\eta)$ pour tous les mélanges montre que la conductivité dépend de la viscosité et qu'il ya changement de structure du liquide ionique dans le dissolvant pour une concentration en NEA égale à 1,5 M.

Etude comparative de l'attaque acide à 18% et 10% en masse de P_2O_5 d'une fluorapatite carbonatée par microcalorimétrique

H. Zendah, I. Khattech, et M. Jemal Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, 2092 El Manar, Tunisie

Dans le cadre de l'étude du comportement des fluoraptites carbonatées vis-à-vis des solutions acides, une série de françolites variablement carbonatées a été synthétisée en vue d'une étude microcalorimétrique de l'attaque acide de ces phosphates par des solutions de concentrations en acide phosphorique de 18% et de 10% en masse de P₂O₅.

L'étude thermochimique de la dissolution de la francolite la moins carbonatée (1,6% en masse de carbonate) a été réalisée sur les thermogrammes bruts. Le tracé de la quantité de chaleur ΔH mesurée par intégration du signal brut en fonction de la masse introduite d'apatite, présente trois segments de droites pour l'acide à 18% en masse de P_2O_5 et deux segments de droites pour l'acide à 10% en masse de P_2O_5 . Ainsi, trois domaines ont été définis correspondants à des phénomènes successifs. De plus, les thermogrammes déconvolués pour chaque manipulation présentent selon la quantité de solide attaqué un, deux voire trois pics, aussi bien pour l'acide à 18% que l'acide 10% en masse de P_2O_5 .

Dans le premier domaine, et pour les deux concentrations d'acide, nous n'avons pas observé de précipité. La thermogenèse correspondante, pour des masses inférieures à 40mg, montre un seul pic dans le cas de l'acide à 18% en masse de P_2O_5 et trois pics qui se chevauchent dans le cas de l'acide à 10% en masse de P_2O_5 pour des masses inférieures à 55mg.

Pour le deuxième domaine, un précipité est obtenu au terme de la dissolution pour chaque acide. Dans le cas de l'acide à 18% en masse de P₂O₅ et pour des masses comprises entre 40 et 70mg, les thermogrammes déconvolués montrent la présence des deux pics qui se chevauchent. Par contre dans le cas de l'acide à 10% en masse de P₂O₅, et à partir d'une masse supérieure à 55mg, la thermogenèse indique la présence de deux pics bien séparés.

Le troisième domaine n'est observé que dans le cas de l'acide le plus concentré, pour des masses supérieures à 70 mg. La thermogenèse dans ce cas montre la présence de trois pics.

Bien qu'une différence a été observée dans le comportement de la francolite la moins carbonatée vis-à-vis des deux solutions acides, les valeurs de l'enthalpie de dissolution calculées dans le premier domaine restent néanmoins très proches :-196±3 kJ mol⁻¹ pour l'acide à 18% en masse de P₂O₅ et -192±3 kJ mol⁻¹ à 10% en masse de P₂O₅. Une étude cinétique de l'attaque acide est alors indispensable pour mieux élucider les phénomènes qui accompagnent cette réaction.

EXTRACTION DU PHENOL PAR MEMBRANE LIQUIDE SUPPORTEE CONTENANT LE TOPO OU LE TBP COMME TRANSPORTEUR

Chiraz Zidi, Rafik Tayeb, Mourad Ben Sik Ali et Mahmoud Dhahbi

Laboratoire Eau et Technologies Membranaires, CERT Eaux, BP 273, Soliman8020, Tunisie. Tel +216(79)412798; Fax +216(71)430934; e-mail: mahmoud.dhahbi@certe.rnrt.tn

Les effluents aqueux chargés en phénols constituent l'une des principales sources de pollution environnementale vue leur toxicité et leur accumulation. Les procédés basés sur les techniques membranaires connaissent un bel essor dans l'épuration et le recyclage des fluides contaminés.

Dans ce cadre, l'extraction du phénol contenu dans une solution aqueuse par le tributylphosphate (TBP) ou l'oxyde de trioctylphosphine (TOPO) en présence d'un solvant organique adéquat (alcools, alcanes, un mélange d'hydrocarbures – kérosène...) a été effectuée par extraction liquide-liquide et par membrane liquide supportée (MLS). Le choix du solvant adéquat, le temps nécessaire et suffisant pour l'extraction et la concentration optimale en TBP ou en TOPO ont été déterminé.

L'étude de l'extraction liquide-liquide montre que le temps nécessaire et suffisant pour atteindre l'équilibre d'extraction ne dépasse pas 5 minutes. Par contre, la cinétique de réextraction assurée par une solution de NaOH (par formation du phénate de sodium) est plus lente que celle de l'extraction. L'étude de l'effet de la concentration de TBP dans la phase organique a montré que l'addition de 20% TBP assure une extraction quasi-totale du phénol initialement présent dans une solution aqueuse à pH 2.

L'étude du transport de phénol à travers une MLS incorporant le mélange TBP-kérosène ou TOPO-kérosène comme liquide membranaire a révélé qu'une concentration de 20% en transporteur est optimale pour une extraction quantitative du phénol. L'efficacité du transport diminue quand le pH de la phase source est au delà de pH 2. L'efficacité de la réextraction (du transport) apparaît comme indépendante de la concentration d'hydroxyde de sodium dans la phase réceptrice pour la gamme de concentration étudiée 0,1-1 M.

Préparation chimique, caractérisation et étude structurale d'un Bromo-plombate (II) organique

Najla KARÂA, Besma HAMDI, Abdelhamid BEN SALAH et <u>Ridha ZOUARI</u>

Laboratoire de Sciences des Matériaux et d'Environnement,

Faculté des Sciences de SFAX, BP 1171, 3000 SFAX, Tunisie

Les complexes hybrides organiques-inorganiques constituent une famille de composé bien solliciter par les chercheurs pour leur application dans divers domaines en particulier en optique non linéaire.

Le présent travail est consacré à l'élaboration et aux caractérisations physico-chimiques d'un composé bromo-plombate à cation aromatique de formule $[(C_{10}H_{10}N)-Br]_3Pb_4Br_8$.

L'étude de la structure montre qu'il s'agit d'un arrangement original tridimensionnel d'octaèdre mettant en commun une face d'une part et des inversions par rapport aux autres sommets d'autre part. Entre ces octaèdres se placent les molécules organiques.

Des études complémentaires par spectroscopie vibrationnelle. IR, nous ont permis de confirmer les résultats de structure. L'étude du polymorphisme dans ce matériau par analyses calorimétrique DSC, ATG et par biréfringence, nous a permis de mettre en évidence une transition de phase probablement de second ordre.

Synthèse, Caractérisation et Comportement Thermique du Monohydrogénophosphate de Néodyme : HNdP₂O₇,3H₂O

R. Zrelli-Annabi, F. Chehimi-Moumen, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi

Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'environnement, Faculté des Sciences de Bizerte.

Résumé

Les études antérieures concernant les monohydrogénophosphates de terres rares de formulation HLnP₂O₇,xH₂O montrent que ces derniers peuvent cristalliser avec différents degrés d'hydratation^[1-2].

Le monohydrogénophosphate de néodyme a été obtenu à l'état trihydraté à partir d'un mélange de solutions aqueuses d'acide diphosphorique et de chlorure de néodyme hexahydraté. Ce sel a été caractérisé par diffraction des rayons X sur poudre, spectroscopies vibrationnelles IR et Raman et analyse thermique.

D'après les résultats de la diffraction des rayons X, le monohydrogénophosphate de néodyme fait partie de la deuxième famille structurale (type II, groupe d'espace Pnma) des diphosphates acides de lanthanides trihydratés^[2]. Ses spectres vibrationnels confirment l'existence des bandes de vibration de l'anion monohydrogénodiphosphate (HP₂O₇³⁻) et de l'eau de cristallisation.

L'étude du comportement thermique du composé synthétisé par Analyse thermique conventionnelle (ATD-ATG) et par Analyse thermique à vitesse de transformation contrôlée (ATVC) a permis de confirmer son degré d'hydratation et de proposer des schémas de décomposition de ce sel sous différentes conditions expérimentales. Les intermédiaires formés à la fin de chaque étape de décomposition ont été isolés et identifiés par diffraction des rayons X et par spectroscopie d'absorption IR.

Références

- [1] F. Chehimi-Moumen, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Ferid, M. Trabelsi-Ayadi, J. Therm. Anal. Cal. (2005) 87.
- [2] S. Ben Moussa, S. Ventemillas, A. Cabesa, E. Gutierrez-Puebla, J. Sanz, J. Solid State Chem. 177 (2004) 2129.

Liste des Participants



N°	Nom	Prénom	Institution
1	ABBES	Noureddine	Groupe Chimique Tunisien
2	ABDELHAK	Jawher	Faculté des Sciences de Tunis
3	ABDELHEDI	Ridha	ENIS - Sfax
4	ABDELKAFI	Med Mouldi	Faculté des Sciences de Tunis
5	ABID	Sonia	Faculté des Sciences de Bizerte
6	ABID	Mejdi	Faculté des Sciences de Sfax
7	ABID - GHARBI	Souhir	Faculté des Sciences de Sfax
8	ABIDA	Bochra	Faculté des Sciences de Tunis
9	ABIDI	Amor	Groupe Chimique Tunisien
10	ABIDI	Mbarek	Faculté des Sciences de Tunis
11	ADDOUN	Abdelhamid	USTHB - Alger
12	AFLI	Aljia	Faculté des Sciences de Sfax
13	AGOUGUI	Hassen	Faculté des Sciences de Monastir
14	AHMED	Hamed	Technopôle Borj Cédria
15	AHMED-ZAID	Toudert	ENP - Alger
16	AKRICHE	Samah	Faculté des Sciences de Bizerte
17	ALLOUCHE	Noureddine	Faculté des Sciences de Sfax
18	ALOUANI	Khaled	Faculté des Sciences de Tunis
19	ALOUI	Faouzi	Faculté des Sciences de Monastir
20	ALYANI	Khaled	Groupe Chimique Tunisien
21	AMAIRIA	Chahra	Faculté des Sciences de Tunis
22	AMAMI	Amira	Faculté des Sciences de Bizerte
23	AMAMI	Mongi	IPEIN - NABEUL
24	AMDOUNI	Noureddine	Faculté des Sciences de Tunis
25	AMMAR	Houcine	Faculté des Sciences de Sfax
26	AMOKRANE-NIBOU	Samira	USTHB - Alger
27	AMRI	Olfa	Faculté des Sciences de Bizerte
28	AMRI	Hassen	Faculté des Sciences de Tunis
29	ANTAR	Kais	Faculté des Sciences de Tunis
30	AOUNI	Anissa	Technopôle Borj Cédria
31	ARFAOUI	Aicha	Faculté des Sciences de Tunis
32	ARIBI	Imen	Faculté des Sciences de Monastir
33	AROUA	lotfi	Faculté des Sciences de Tunis
34	AROUS	Walid	Faculté des Sciences de Sfax
35	ASKRI	Moheddine	Faculté des Sciences de Monastir
36	ATTIA	Afef	ENIG - Gabès
37	ATTIA	Sameh	Faculté des Sciences de Bizerte
38	ATTOUR	Anis	Technopôle Borj Cédria
39	AWHIDA	Salmah	Al Fateh University - Lybiaa
40	AYARI	Abdelhamid	ESSTT - TUNIS
41	AYARI	Fadhila	Technopôle Borj Cedria
42	AYARI	Faouzi	Faculté des Sciences de Tunis
43	AYED	Faten	Faculté des Sciences de Monastir
44	BACCAR	Ikram	Faculté des Sciences de Sfax

N°	Nom	Prénom	Institution
45	BAGHDADI	Abdelmoula	Al Fateh University - Lybiaa
46	BAHLOUL	Lynda	Université de Annaba
47	BAHY	Amira	Faculté des Sciences de Monastir
48	BAKLOUTI	Samir	Faculté des Sciences de Sfax
49	BALLET TIMIA	Guy	Technopôle Borj Cédria
50	BARBOUCH - OUNI	Sana	Faculté des Sciences de Tunis
51	BARHOUMI	Thouraya	Faculté des Sciences de Tunis
52	BATIS	Habib	Faculté des Sciences de Tunis
53	BATIS	Narjess	INSAT - Tunis
54	BAYAOUI	Ahlem	Faculté des Sciences de Monastir
55	BCHIR	Sondos	Faculté des Sciences de Monastir
56	BEHIJ	Souheil	Technopôle Borj Cédria
57	BEJAOUI	Bochra	INRAP - Sidi Thabet
58	BEJAOUI	Dhikra	IPEI MANAR - TUNIS
59	BELAM	Wahid	Faculté des Sciences de Bizerte
60	BELGACEM	Besma	Faculté des Sciences de Sfax
61	BELGACEM	Kaouther	Faculté des Sciences de Bizerte
62	BELGAROUI	Hanen	Faculté des Sciences de Sfax
63	BELGHAIEB	Jalel	ENIG - Gabès
64	BELHADJ YAHYA	Faouzia	Faculté des Sciences de Tunis
65	BELHAJ MBAREK EL MKACHER	Najoua	Faculté des Sciences de Monastir
66	BELKHIRIA	Med Salah	Faculté des Sciences de Monastir
67	BELLAKHAL	Nizar	INSAT - Tunis
68	BEN ABDALLAH - ZRIBI	Fahima	Faculté des Sciences de Sfax
69	BEN ABDELKADER	Samia	Faculté des Sciences de Tunis
70	BEN AHMED	Samia	Technopôle Borj Cédria
71	BEN AMMAR	Hamed	Faculté des Sciences de Gabès
72	BEN AMOR	Ghazi	Faculté des Sciences de Tunis
73	BEN AMOR	Hédi	ENIG - Gabès
74	BEN AYED	Taicir	INSAT - Tunis
75	BEN CHAABANE	Radhia	ESSTT - TUNIS
76	BEN CHAABENE	Semy	Faculté des Sciences de Tunis
77	BEN DAOUD	Houcine	ENIG - Gabès
78	BEN DHIA	Taieb	Faculté des Sciences de Tunis
79	BEN ESSEGHAIER	Amira	Faculté des Sciences de Monastir
80	BEN HAMIDA	Nejib	Faculté des Sciences de Tunis
81	BEN HASSINE	Béchir	Faculté des Sciences de Monastir
82	BEN HLILA	Soumaya	Faculté des Sciences de Tunis
83	BEN JANNET	Hichem	Faculté des Sciences de Monastir
84	BEN JOMAA	Lassaad	Groupe Chimique Tunisien
85	BEN KAMEL	Karim	Faculté des Sciences de Tunis
86	BEN MAKTOUF	Leila	Faculté des Sciences de Sfax
87	BEN MOHAMED	Lobna	INRAP - Sidi Thabet
88	BEN OTHMAN	Amel	Faculté des Sciences de Bizerte

132 CHEBIL

Emna

Faculté des Sciences de Bizerte

N°	Nom	Prénom	Institution
133	CHEHIDI	Ikram	Faculté des Sciences de Tunis
134	CHEHIMI - Moumen	Fathia	Faculté des Sciences de Bizerte
135	CHEMLI	Mejed	Faculté des Sciences de Monastir
136	CHERIF	Jamila - Kalthoum	IPEIT - Tunis
137	CHOUAIBI	Fathia	ENIG - Gabès
138	CHTARA	Radhouène	Faculté des Sciences de Tunis
139	DACHRAOUI	Mohamed	Faculté des Sciences de Tunis
140	DAMMAK	Mohamed	Faculté des Sciences de Sfax
141	DBIRA	Béchir	ISET-Gabès
142	DHAHRI	Amel	ENIG - Gabès
143	DHAOUADI	Hatem	Faculté des Sciences de Monastir
144	DIXNEUF	Pierre	Université de Rennes
145	DJEBALI	Kais	Technopôle Borj Cédria
146	DJEGHABA	Zeineddine	Université de Annaba
147	DJEMAL	Samir	IPEIS - Sfax
148	DOUCHATI	Chouikha	Groupe Chimique Tunisien
149	DRIDI	Olfa	Faculté des Sciences de Sfax
	DRIDI-DHAOUDI	Sonia	Faculté des Sciences de Monastir
151	DRISS	Ahmed	Faculté des Sciences de Tunis
152	DRISS	Mohamed	Faculté des Sciences de Tunis
153	EFRIT	Med Lotfi	Faculté des Sciences de Tunis
154	EL ABED	Riadh	Faculté des Sciences de Monastir
	EL ATI - HELLAL	Myriam	Faculté des Sciences de Tunis
	EL GHARBI	Rachid	Faculté des Sciences de Sfax
	EL GUESMI	Nizar	Faculté des Sciences de Monastir
	EL MAHDI	Amal	Al Fateh University - Lybiaa
	EL SAGHIER	Ahmed	Al Fateh University - Lybiaa
	ELMANNOUBI	Ines	INRAP - Sidi Thabet
	ELTAIEF	Sana	Faculté des Sciences de Monastir
	ENNACEUR	Nasreddine	Faculté des Sciences de Sfax
	ENNIGROU - JELLOULI	Dorra	Technopôle Borj Cédria
	ESSAFI	Wafa	INRAP - Sidi Thabet
	ESSERSI-TOUEL	Amel	Faculté des Sciences de Monastir
	ESSID	Kamel	Faculté des Sciences de Sfax
	EZZINE	Safa	Faculté des Sciences de Tunis
	FAKHFAKH	Manel	Faculté des Sciences de Tunis
	FARHAT	Mahmoud	Al Fateh University - Lybiaa
	FATNASSI	Saloua	INRAP - Sidi Thabet
	FEDDAL	Imene	Univ. Djilali Liabès - Sidi Bel Abbès
	FEKI	Houda Mounir	Faculté des Sciences de Sfax
	FERHI FERID	Mounir Mokhtar	Technopôle Borj Cédria
	FERKOUS	Fouad	Technopôle Borj Cédria Université de Annaba
		Ouassila	
1/0	FERROUKHI	Ouassiia	USTHB - Alger

N°	Nom	Prénom	Institution
177	FERSI - BENNANI	Cheima	Technopôle Borj Cédria
178	FERTANI -GMATI	Meriem	Faculté des Sciences de Tunis
179	FESSI	Chamseddine	Faculté des Sciences de Tunis
180	FEZEI	Radouanne	Technopôle Borj Cédria
181	FOURATI	Amine	Groupe Chimique Tunisien
182	FRIGUI	Wafa	Faculté des Sciences de Tunis
183	GARA	Ines	Faculté des Sciences de Tunis
184	GARROUCH	Ines	Faculté des Sciences de Monastir
185	GATRI	Rafik	Faculté des Sciences de Tunis
186	GHODBANE	Houria	Université de Annaba
187	GHORBEL	Ines	Faculté des Sciences de Sfax
188	GHORBEL	Abdelhamid	Faculté des Sciences de Tunis
189	GHORBEL - ABID	Ibticem	Faculté des Sciences de Bizerte
190	GHOUILA	Hatem	Faculté des Sciences de Monastir
191	GMATI	Hela	Faculté des Sciences de Tunis
192	GMATI	Nadia	Faculté des Sciences de Monastir
193	GORGI	Hana	INRAP - Sidi Thabet
194	GRAAYA	Najeh	ESSTT - TUNIS
195	GRIOUNE-CHIKHAOUI	Djamila	CRSTAPC - Alger
196	GUEDIDI	Sadika	Faculté des Sciences de Monastir
197	HADDAD	Amor	ISSAT - Mahdia
198	HADJEL	Mohammed	Université d'Oran
199	HAFSI	Said	Univ. Oum El Bouaghi - Algérie
200	HAJBI	Férid	Technopôle Borj Cédria
201	HAJJEM	Besma	Technopôle Borj Cédria
202	HAJJI	Mounir	Faculté des Sciences de Tunis
203	HAJJI	Néjib	ENIG - Gabès
204	HAJRI	A.Houssemeddin	EPAM - Sousse
205	HAJRI	Amira	Faculté des Sciences de Monastir
206	HALOUI	Abir	Faculté des Sciences de Tunis
207	HAMDAOUI	Oualid	Université de Annaba
208	HAMDI	Rania	ENIG - Gabès
209	HAMIDI	Fatiha	Université de Tlemcen - Algérie
210	HAMMAMI	Samiha	Faculté des Sciences de Tunis
211	HAMMAMI	Saoussen	Faculté des Sciences de Monastir
212	HAMMAS	Ines	Technopôle Borj Cédria
213	HAMMI	Halim	Technopole Borj Cedria
214	HAMMOUDA	Hédi	Faculté des Sciences de Bizerte
215	HAMZAOUI	Hichem	Technopôle Borj Cédria
216	HANNACHI	Ahmed	ENIG - Gabès
217	HANNACHI	Chiraz	Faculté des Sciences de Tunis
218	HAOUEMI	Khaled	IPEIT - TUNIS
219	HARHOURI	Wafa	Faculté des Sciences de Monastir
220	HARZALI	Hassen	Faculté des Sciences de Tunis

N°	Nom	Prénom	Institution
221	HASSEN	Imed eddine	INRAP - Sidi Thabet
222	HEDHILI	Lassaad	IPEIN - NABEUL
223	HEDHLI	Ahmed	ESSTT - TUNIS
224	HELALI	Dalila	Faculté des Sciences de Tunis
225	HELLAL	Faiçal	Faculté des Sciences de Tunis
226	HEMISSI	Hanène	Faculté des Sciences de Bizerte
227	HMANI	Nour El Houda	ENIS - Sfax
228	HORCHANI-Naifer	Karima	Technopôle Borj Cédria
229	HOSNI	khaled	Technopôle Borj Cédria
230	HRAIECH	Sana	Technopôle Borj Cédria
231	HRIZ	Khaled	Faculté des Sciences de Monastir
232	HRIZI	Chakib	Faculté des Sciences de Sfax
233	ILIKTI	Hocine	USTHB - Oran
234	JABALLAH	Nejmeddine	Faculté des Sciences de Monastir
235	JAOUADI	Khaled	Faculté des Sciences de Sfax
236	JAZIRI	Hela	Technopôle Borj Cédria
237	JEBRI	Sonia	Faculté des Sciences de Tunis
238	JEGHAM	Nafâa	Faculté des Sciences de Monastir
239	JEMAL	Mohamed	Faculté des Sciences de Tunis
240	JEMMALI	Mosbah	Faculté des Sciences de Sfax
241	JENDOUBI	Hanene	Faculté des Sciences de Tunis
242	JERBI	Hasna	Faculté des Sciences de Monastir
243	JLAIEL	Norchène	Faculté des Sciences de Tunis
244	JLIZI - BOUZGARROU	Hanene	Faculté des Sciences de Monastir
245	KAABI	Amaani	Faculté des Sciences de Tunis
246	KALLEL	Wannes	Faculté des Sciences de Sfax
247	KAMMOUN	Madiha	IPEIB - Bizerte
248	KAMMOUN	Nesrine	Faculté des Sciences de Tunis
249	KAMMOUN - JALLOULI	Myriam	Faculté des Sciences de Sfax
250	KAROUI	Hela	Technopôle Borj Cédria
251	KARRAY	Fathi	Groupe Chimique Tunisien
252	KASRAOUI	Aida	Faculté des Sciences de Tunis
253	KHABTHANI	Arbia	Faculté des Sciences de Tunis
254	KHALFALLAH	Ali	ESSTT - TUNIS
255	KHALIDI	Abderrahim	Faculté des Sciences de Mohammadia
256	KHAMRI	Sonia	Faculté des Sciences de Tunis
	KHATMI	Djameleddine	Université de Guelma - Algérie
	KHELIFI	Akila	Faculté des Sciences de Tunis
	KHELLAFI-KHALDI	Nassima	Université de Tizi-Ouzou - Algérie
	KHITOUNI	Mohamed	Faculté des Sciences de Sfax
	KHLIFI	Samir	Faculté des Sciences de Bizerte
	KOUBAA	Imed	Faculté des Sciences de Sfax
	KOUKI	Noura	Technopôle Borj Cédria
264	KRAIEM	Souheil	Faculté des Sciences de Tunis

N°	Nom	Prénom	Institution
265	KTARI	Lilia	Faculté des Sciences de Sfax
266	LAAJIMI	Imed	Faculté des Sciences de Tunis
267	LAKHDAR	Sami	Maximilians-Universität- München
268	LEBAILI	Soltane	USTHB - Alger
269	LIMAM	Atef	Technopôle Borj Cédria
270	LIMEM	Sondes	Faculté des Sciences de Bizerte
271	LITAIEM	Yousra	Technopôle Borj Cédria
272	LOUIZI	Youssef	GCT - Sfax
273	MAHBOUB	Radia	Université de Tlemcen - Algérie
274	MAJDOUB	Hatem	Faculté des Sciences de Monastir
275	MAJDOUB	Mustapha	Faculté des Sciences de Monastir
276	MAKHLOUF	Mansour	Al Fateh University - Lybiaa
277	MALLEK	Hichem	Faculté des Sciences de Sfax
278	MANSOUR	Anissa	Faculté des Sciences de Monastir
279	MANSOUR	Dorsaf	Faculté des Sciences de Tunis
280	MAROUANI	Houda	Faculté des Sciences de Bizerte
281	MARZOUK	Ikhlass	Faculté des Sciences de Tunis
282	MATOUSSI	Fatma	INSAT - Tunis
283	MEDIMAGH	Raouf	Université de Versailles
284	MEGRICHE	Adel	Faculté des Sciences de Tunis
285	MEJRI	Imène	Faculté des Sciences de Tunis
286	MEJRI	Wided	Technopôle Borj Cédria
287	MEKNI	Nejib	Faculté des Sciences de Tunis
288	MEKSI	Nizar	Faculté des Sciences de Monastir
289	MEZNI	Mohamed	Technopôle Borj Cédria
290	MEZOUGHI	Aisha	Al Fateh University - Lybiaa
291	MHAMDI	Mourad	Faculté des Sciences de Tunis
292	MKAOUAR	Kamar	Faculté des Sciences de Sfax
293	M'NIF	Adel	Technopôle Borj Cédria
294	M'NIF	Amin	Faculté des Sciences de Tunis
295	MOUSSA	Souad	Faculté des Sciences de Monastir
296	MOUSSAOUI	Younes	Faculté des Sciences de Sfax
297	MOUZALI	Mohamed	USTHB -Alger
298	MRABET	Hédi	Faculté des Sciences de Tunis
299	MRAIHI	Farouk	Faculté des Sciences de Bizerte
300	MSADDEK	Moncef	Faculté des Sciences de Monastir
301	MZANI	Olfa	INRAP - Sidi Thabet
302	NACEF	Sana	Faculté des Sciences de Monastir
303	NAHDI	Kais	Faculté des Sciences de Bizerte
304	NAILI	Hocine	Faculté des Sciences de Sfax
305	NAJAI	Neila	Faculté des Sciences de Tunis
306	NAOUEL	Rafik	IPEIT - TUNIS
307	NASR	Samia	Faculté des Sciences de Monastir
308	NASRAOUI	Néjib	ESSTT - TUNIS
304 305 306 307	NAILI NAJAI NAOUEL NASR	Hocine Neila Rafik Samia	Faculté des Sciences de Sfax Faculté des Sciences de Tunis IPEIT - TUNIS Faculté des Sciences de Monastir

N°	Nom	Prénom	Institution
353	SOUIZI	Abdelaziz	Faculté des Sciences de Kénitra
354	SRASRA	Mondher	Faculté des Sciences de Tunis
355	TEBOURSKI	Lobna	ESSTT - TUNIS
356	TEKAYA - KAROUI	Ahlem	Faculté des Sciences de Monastir
357	TERNANE	Riadh	Faculté des Sciences de Bizerte
358	TISSAOUI	Khalil	Faculté des Sciences de Tunis
359	TKA	Najeh	Faculté des Sciences de Monastir
360	TOUATI	Abdelaziz	ENIG - Gabès
361	TOUATI	Fathi	IPEIT - TUNIS
362	TOUMI	Meriem	Faculté des Sciences de Tunis
363	TOUNSI	Hassib	Faculté des Sciences de Sfax
364	TRABELSI	Khaled	Technopôle Borj Cédria
365	TRABELSI	Mahmoud	Faculté des Sciences de Sfax
366	TRABELSI	Souhaila	Faculté des Sciences de Tunis
367	TRABELSI - HARBI	Lobna	IPEI MANAR - TUNIS
368	TRAORE	Hassimi	University of Wisconsin-Whitewater (USA)
369	TRIFI	Beyram	Faculté des Sciences de Tunis
370	TRIKI	Rania	Faculté des Sciences de Sfax
371	TURKI	Hamida	Faculté des Sciences de Sfax
372	TURKI	Nesrine	IPEIT - TUNIS
373	TURKI	Taoufik	Faculté des Sciences de Tunis
374	TURKI	Thouraya	Faculté des Sciences de Monastir
375	WACHARINE-ANTAR	Saoussen	Université de Rouen
376	WALHA	Khaled	Faculté des Sciences de Sfax
377	YOUNES	Med Kadri	Faculté des Sciences de Tunis
378	YOUSSEF	Chiraz	Faculté des Sciences de Sfax
379	ZAGHBANI	Asma	Technopôle Borj Cédria
380	ZAGHBANI	Narjess	Technopôle Borj Cédria
381	ZAIED	Manel	Faculté des Sciences de Tunis
382	ZAMALI	Hmida	Faculté des Sciences de Tunis
383	ZAOUAK	Amira	Faculté des Sciences de Tunis
384	ZAOUALI - ZGOLLI	Donia	Faculté des Sciences de Tunis
385	ZARROUGUI	Ramzi	Technopôle Borj Cédria
386	ZAYANI	Lotfi	ISEFC - Le Bardo
387	ZENDAH	Houda	Faculté des Sciences de Tunis
388	ZID	Med Faouzi	Faculté des Sciences de Tunis
389	ZIDI	Chiraz	Technopôle Borj Cédria
390	ZINOUBI	Raoudha	Technopôle Borj Cédria
391	ZOUARI	Ridha	Faculté des Sciences de Sfax
	ZOUIOUECHE-ARIBI	Louisa	Université de Annaba
393	ZRELLI	Rahma	Faculté des Sciences de Bizerte
394	ZRIDA	Habiba	Faculté des Sciences de Monastir