

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

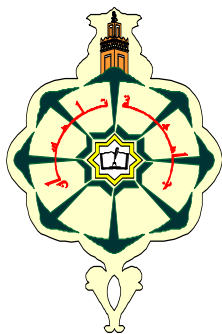
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ DE TLEMCEM

Faculté des Sciences

Département de chimie



# MEMOIRE

Pour l'obtention du Diplôme

De **MASTER EN CHIMIE**

Option : **Catalyse et chimie verte**

Présenté par :

**ZERROUKI Mostapha**

*Sujet*

*Etude de l'oxydation catalytique du cyclohexène par plan d'expériences*

Soutenu le 23/06/2015, devant le Jury composé de :

<b>Président</b>	ZIANI CHERIF Chewki	Professeur à l'université de Tlemcen
<b>Encadreur</b>	CHOUKCHOU BRAHAM Abdarrahim	Professeur à l'université de Tlemcen
<b>Examineurs</b>	BACHIR Redouane	Professeur à l'université de Tlemcen
	BENDAHOU Karima	Maître de conférence A à l'université de Tlemcen

## *Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire à Allah, le Clément et Miséricordieux, dont la grâce me permet de présenter ce travail.*

*A mes chers parents qui m'ont éclairé le chemin de la vie par leur grand soutien et leurs encouragements, par leurs dévouements exemplaires et les énormes sacrifices qu'ils m'ont consentis durant mes études et qui ont toujours aimé me voir réussir.*

*Je les remercie pour tout ce qu'ils m'ont apporté.*

*A ma chère épouse Khaoula, rien de tout cela n'aurait été possible sans ta confiance, ton soutien et ton aide, Merci pour ta tendresse, ton attention, ta patience et tes encouragements; Merci pour tout.*

*A ma petite perle Farah Chaimaa*

*A mes très chers sœurs et frères*

*A toute ma grande famille qui m'a permis de vivre dans un environnement serein et paisible.*

# Remerciements

Ce travail a été fait au sein du laboratoire de catalyse et synthèse en chimie organique (LCSCO) de l'université de Tlemcen, dirigé par monsieur BACHIR Redouane.

Je tiens tout d'abord à remercier mon encadreur, Monsieur CHOUKCHOU-BRAHAM Abderrahim professeur à l'Université de Tlemcen, pour la qualité de son encadrement, ses compétences, ses conseils, sa disponibilité et ses qualités humaines qui m'ont permis de mener à bien ce mémoire.

Je tiens à remercier très sincèrement Monsieur ZIANI CHERIF Chewki Professeur à l'Université de Tlemcen, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant la présidence de ce jury.

Je remercie également Monsieur BACHIR Redouane Professeur à l'Université de Tlemcen pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de juger ce travail, qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers Madame BENDAHOU Karima Maitre de conférences à l'Université de Tlemcen, pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant de juger ce travail.

Je tiens également à remercier tous les membres du laboratoire LCSCO, et surtout Mademoiselle BOUDJEMAA Souheyla pour leurs aides et leurs conseils, ainsi que Monsieur DALI Ahmed et Mademoiselle MOKRI Fatima à qui j'exprime vraiment mes gratitudes.

Finalement, je remercie vivement tous mes amis du laboratoire LCSCO pour leurs encouragements et leur amitié et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la concrétisation de ce travail.

L'époxydation des alcènes a fait l'objet de plusieurs recherches ces dernières années, en utilisant une variété de catalyseurs, en présence de divers oxydants et en fonctions de plusieurs paramètres comme la température, le solvant et le temps de réaction. Les recherches s'orientent vers la formation des époxydes qui sont des intermédiaires importants dans la synthèse de diverses substances organiques. **L'époxydation du cyclohexène** a été étudiée extensivement en utilisant les deux familles de catalyseurs homogènes et catalyseurs hétérogènes<sup>[1]</sup>.

Nous allons étudier, dans ce mémoire, l'influence de différents facteurs sur la réaction d'époxydation catalytique du cyclohexène en phase liquide en présence de l'eau oxygénée (30 % dans l'eau) et comme oxydant et le 20%PRuW/Hmont. Nous avons adopté la méthodologie de recherche expérimentale en utilisant **le plan factoriel complet**. Les facteurs choisis sont la masse du catalyseur, le temps de la réaction, la température et le rapport molaire cyclohexène/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.-Les réponses étudiées sont **la conversion** du cyclohexène et **la sélectivité** en époxyde et en diol correspondants. A la fin de cette étude, nous allons proposer **les conditions optimales** de la réaction d'époxydation du cyclohexène.

Le premier chapitre de ce manuscrit sera consacré à un état de l'art englobant des notions sur les Plans d'Expériences et une étude bibliographiques sur l'époxydation catalytique du cyclohexène. Le deuxième chapitre portera sur la préparation des polyoxométalate de type Keggin à base de Ruthénium (H<sub>5</sub> PW<sub>11</sub>RuO<sub>39</sub>. nH<sub>2</sub>O) et le support argile activée par acide. Les conditions du test catalytique seront détaillées.

Dans le dernier chapitre, nous discuterons les résultats des tests catalytiques de la réaction d'époxydation du cyclohexène en utilisant le plan d'expérience établit pour la circonstance. Les résultats sont présentés par rapport à une comparaison de conversion et de sélectivité dont les valeurs sont extraits des analyses par chromatographie en phase gaz et le plan factoriel complet.

Enfin, nous présenterons une conclusion générale sur les résultats auxquels nous sommes parvenus.

### ***Reference:***

[1] K.M. Parida, Sudarshan Singha and P.C., *Sahoo, Journal of Molecular Catalysis A:Chemical* **2010**, 3250, 40.

## *Conclusion*

---

### **Conclusion :**

Pour étudier l'influence des facteurs sur une (des) réponse (s), on peut adopter une stratégie expérimentales de recherche : « plans d'expériences ».

Les plans factoriels complets à deux niveaux (haut (+1) et bas (-1)) sont les plus simples, ils sont les plus utiles car ils forment la base de tous les débuts d'étude. Ces plans permettent de calculer l'effet moyen, les effets principaux des facteurs, leurs interactions 2 à 2, 3 à 3, etc..., jusqu'à l'interaction générale entre k facteurs. L'estimation de la variance nous renseigne sur la validité de notre approche.

Nous avons étudiés les paramètres influents sur la réaction d'oxydation catalytique du cyclohexène en choisissant les facteurs quantitatives tel que :

- a. La masse de catalyseur (20 % PRuW/Hmont) ;
- b. Le temps de la réaction ;
- c. La température de la réaction ;
- d. Le rapport molaire cyclohexène / H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 %.

Les paramètres qui influent le plus la conversion du cyclohexène sont: la masse de catalyseur, la température et le rapport molaire cyclohexène/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Les paramètres qui influent le plus la sélectivité en époxyde de cyclohexane sont : la température et le rapport molaire cyclohexène/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Les paramètres qui influent le plus la sélectivité en cyclohexanediol sont: la masse de catalyseur, le temps et le rapport molaire (oxydant H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 % par rapport cyclohexène).

Les paramètres qui influent le plus la sélectivité en époxydes et en cyclohexanediol sont: la masse de catalyseur et le rapport molaire cyclohexène/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Les conditions optimales de la réaction d'oxydation catalytique du cyclohexène sont: masse de catalyseur 75 mg, rapport molaire cyclohexène/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> = 1/1, temps de la réaction = 6,5 h et la température de la réaction = 70 °C.

Notre modèle de plan factoriel complet pour la réaction d'époxydation de cyclohexène en présence de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 % comme oxydant et 20 % PRuW/Hmont comme catalyseur est valable à 95 %.