

2- Préparation de billes d'alginate avec particules magnétiques pour l'adsorption

Objectifs à réaliser :

1/ Préparer 100 mL d'une solution aqueuse d'alginate (2% massique).

2/ Préparer une suspension de 5g de nanoparticules de magnétite (Fe_3O_4) dans 50 mL (après lavage) selon le protocole ci-dessous adapté de la publication de Liu et al., 2006 [1] :

Synthesis of iron-oxide NPs:

Iron(III) chloride hexahydrate (0.34 M) ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and iron(II) chloride tetrahydrate (0.17 M) ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) were dissolved separately in 125 mL deionized water (DIW) and mixed upon complete dissolution. The resultant solution was heated at 80-100 °C for 1 hr (consider 1 h once the temperature of the solution reaches 80 °C) with constant stirring (at 500 rpm). After the predefined time (when the solution becomes colloidal dark yellow colored), 20 mL of NH_4OH (30 wt%) solution was added dropwise (stop heating during ammonia addition) to precipitate the iron-oxide nanoparticles and allowed to stir for 15 min. Afterwards, the particles were allowed to settle down (quickly with the application of magnet) and the liquid portion was decanted. The obtained precipitates were washed meticulously (three times) with DIW to remove impurities of the chloride and to increase the magnetization property of the finally synthesized nanoparticles. The completely washed particles were dried in an oven at 55-60 °C for 12-24 h.

3/ Prélever différents volumes de la suspension (préparée en 2/) et les mélanger à la solution d'alginate pour obtenir trois teneurs massiques de Fe_3O_4 dans une gamme comprise entre 1% et 20% (% massique calculé par rapport à la masse d'alginate sec).

4/ Préparer des billes d'hydrogels d'alginate [2] pour chacun des pourcentages en Fe_3O_4 (environ une cinquantaine de billes) par un goutte à goutte dans un bain de gélification constituée d'une solution de CaCl_2 (0,5 mol/L) et les laver jusqu'à neutralité.

5/ Etudier la cinétique d'adsorption du cristal violet (Concentration initiale 5 mg/L=5 ppm, masse de billes 0,8 g, volume 100 mL) pour chacune des populations de billes préparées. La gamme étalon sera réalisée entre 1 et 6 ppm.

[1] Liu, X., Kaminski, M.D., Guan, Y., Chen, H., Liu, H., Rosengart, A.J., 2006. Preparation and characterization of hydrophobic superparamagnetic magnetite gel. *J. Magn. Mater.* 306, 248–253. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2006.03.049>.

[2] Rocher, V., Siaugue, J. M., Cabuil, V., & Bee, A. (2008). Removal of organic dyes by magnetic alginate beads. *Water research*, 42(4-5), 1290-1298.