

1- Préparation de billes de chitosane avec particules magnétiques pour l'adsorption

Objectifs à réaliser :

1/ 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.

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

3/ Préparer des billes d'hydrogels de chitosane pour chacun des pourcentages en Fe_3O_4 (environ une cinquantaine) par un goutte à goutte dans un bain de gélification basique (solution aqueuse de NaOH 10 % massique) [2] et les laver jusqu'à neutralité.

4/ Etudier la cinétique d'adsorption du bleu brillant-R (Concentration initiale 40 mg/L=40 ppm, masse de billes environ 5 g, volume 100 mL) pour chacune des populations de billes préparées. La gamme étalon sera réalisée entre 1 et 50 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. Magn. Mater.* 306, 248–253. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2006.03.049>.

[2] Kamal, M. A., Yasin, T., Reinert, L., & Duclaux, L. (2016). Adsorptive removal of copper (II) ions from aqueous solution by silane cross-linked chitosan/PVA/TEOS beads: kinetics and isotherms. *Desalination and Water Treatment*, 57(9), 4037-4048