



Institut des Sciences
Département de Sciences de la Matière
Filière : Chimie
Mémoire
Pour l'Obtention du Diplôme de Master
Spécialité Chimie Macromoléculaire
Thème :

Préparation des matériaux FePO, application dans l'adsorption.

Présenté par :

Melle. GAHFAP Halima

Melle. BOULADJERAF Abir

Soutenu en 03/06/ 2018

Devant le jury composé de :

<i>Président :</i>	Mr. BOUSALEM Ismail	<i>(Professeur) C.U.B.B.A.</i>
<i>Examineurs</i>	Mme. KIBOU Zahira	<i>(M.C.A) C.U.B.B.A.</i>
	Melle. AZZI Hadjer	<i>(M.C.B) C.U.B.B.A.</i>
<i>Encadrant:</i>	Mme. BERRICHI Amina	<i>(M.C.B) C.U.B.B.A.</i>

Remerciements

Nous remercions dieu le tout puissant pour le courage et la force qu'il nous a donné pour mener ce travail jusqu' à la fin

Au terme de ce travail, nous exprimons nos vifs Remerciements

A notre encadreur, Madame Berrichi Amina pour sa compréhension et ses conseils durant tout la période de

•préparation de ce modeste travail

Aux membres du jury qui nous ont fait l'honneur de bien

Vouloir porter intérêt à ce travail en acceptant de participer à

•notre jury

A tous nos collègues d'université et nos camarade du laboratoire, nous leur sommes redevable des meilleurs moments

•du 'on a passés ensemble

Grand merci aux membre du laboratoire LABORATOIRE DE CHIMIE APPLIQUEE (LCA) aux centre universitaire Belhadj Bouchaib et le Laboratoire de catalyse et synthèse en chimie organique (LCSCO) de l'université de Tlemcen pour leurs soutiens et leurs encouragement

Grand merci a Directeur de laboratoire de recherche de LCSCO tlemcen Mr CHOUKCHOU BRAHAM NOURDIN

Grand merci a Mokri Fatema Ingenieur de laboratoire

Lcscs

Enfin nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.



Dédicace

*A l'aide de tout puissant, ce modeste travail vient d'être terminer
que je dédié a :*

*La perle de ma vie ma chère mère qui ma toujours supporté et
soutenu depuis mon enfance et qui ma toujours encouragé pendant
mes étude que dieu la protège et la garde pour moi et puisse je
l'honorer toute ma vie.*

*A la mémoire de mon père Slimane : j'aurais aimé que vous soyer
présent .que dieu ait votre ame dans sa sainte miséricorde*

*Mes soeurs : Fatima ,Amina , Ritadj que le Dieu vous protège
Et mes frères Kader , Ahmed et mon oncle Bouallem .*

Ma chère amie particulièrement : Siham , Abir .

Et toute la promotion de 2 ème année chimie macromoléculaire

2017 et 2018

A toute la famille Gahfaf et fouirat

Dédicace

A l'aide de Dieu tout puissant, qui trace le chemin de ma vie j'ai pu arriver à réaliser ce modeste travail que je dédie :

A ma très chers mère les mots sont faible pour exprimés la force de mes sentimnents qui ma encouragé durant toutes mes

Années d'étude et je leur souhaite une vie plaine de joie et de bonheur. A la mémoire de celui qui me manquera toujours, mon père que j'aurais aimé qu'il soit présent .

Ce mémoire représente l'aboutissement du soutienet des encouragements qu'ils m'ont prodigué tout au long de ma scolarité.

A tous ceux qui me sont chers mes oncles Hassen et Amar

A tous mes frères Amine (Rugby men) et Ibrahim el khalil

A tous mes cousins particulièrement : Souad , Ahmed

**A toute la famille Bouladjeraf **

Sommaire

<i>Introduction générale</i>	1
<u>Chapitre I : Etude bibliographique</u>	
<i>I-Introduction</i>	2
<i>II-Bleu de méthylène</i>	2
<i>II-1- Définition</i>	2
<i>II-2-Caractéristiques</i>	3
<i>III- L'adsorption</i>	4
<i>III-1-Définition</i>	4
<i>III-2-Types d'adsorption</i>	4
<i>a-Adsorption physique</i>	4
<i>b-Adsorption chimique</i>	4
<i>III-3-Facteurs influençant l'adsorption</i>	5
<i>a-La solubilité</i>	6
<i>b-La polarité</i>	6
<i>c-La température de la solution</i>	6
<i>d-Effet de la suspension</i>	6
<i>e-Le pH</i>	6
<i>III-4-Différents types d'adsorbants</i>	7
<i>IV- Adsorption de Bleu de méthylène</i>	7
<i>V-Matériaux FePO</i>	9
<i>V-1-Méthodes de préparation</i>	10
<i>V-2-Utilisation dans l'adsorption</i>	12
<i>VI-Conclusion</i>	12
<i>VII Référence bibliographique</i>	14

Chapitre II : Etude expérimentale

<i>I-Introduction</i>	18
<i>II-Présentation de l'adsorbat utilisé</i>	18
<i>II -1 Bleu de méthylène</i>	18
<i>II-2 Choix de colorant (BM)</i>	18
<i>II -3 Préparation de la solution du bleu de méthylène</i>	19
<i>III-Matériels et appareillage utilisés</i>	19
<i>IV-Les produits utilisés</i>	19
<i>IV -1- Acides et bases</i>	20
<i>IV -2 Les nitrate</i>	20
<i>V-Préparation des matériaux</i>	21
<i>V -1 Préparation de FePO</i>	21
<i>IV-2 Préparation de FeMPO</i>	21
<i>V- L'adsorption du BM</i>	21
<i>V-1- Le choix de matériau</i>	22
<i>V-2-Les effets étudiés</i>	22
<i>VI -Les Méthodes de caractérisation et d'analyse</i>	23
<i>VI -1 pH mètre</i>	23
<i>VI -2 La diffraction des rayons X (DRX)</i>	23
<i>VI- 3-Spectroscopie Infrarouge</i>	25

Sommaire

<i>VI-4 La spectrophotométrie UV-Visible</i>	26
<i>VI-5 Le microscope électronique à balayage (MEB ou SEM)</i>	28
<i>VI-6- Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie, analyse EDS</i>	29
VII- Référence bibliographique	30

Chapitre III : résultat et discussion

<i>I-Introduction</i>	31
<i>II-Caractérisation des matériaux FeAgPO</i>	31
<i>II-1- caractérisation par diffraction des rayons X (DRX)</i>	31
<i>II-2 caractérisation par Le microscope électronique à balayage MEB</i>	32
<i>II-3 caractérisation par Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie EDS</i>	33
<i>II-4 caractérisation par Infrarouge IR</i>	34
<i>III-Adsorption de BM</i>	34
<i>III-1 choix de matériaux</i>	34
<i>III-2 Les facteurs qui influent sur l'adsorption de BM</i>	36
<i>IV- Conclusion</i>	38
<i>VI- Référence bibliographique</i>	39
<i>V- Conclusion générale</i>	41

Introduction

Générale



Introduction générale

Les rejets industriels contenant des produits toxiques sont devenus très préoccupants ce qui a provoqué une large prise de conscience.. Malgré l'amélioration continue des procédés ou des comportements humains, les techniques de traitement des pollutions inévitables se heurtent encore à des difficultés car il n'existe pas de méthodes universelles de traitement. Parmi les effluents aqueux, ceux contenant des colorants, une fois dissout dans l'eau, ils seront parfois difficiles à traiter car la grande majorité des colorants ont une origine synthétique et une structure moléculaire complexe qui les rend plus stables et difficiles à être biodégradables et qui posent des difficultés technologiques spécifiques.

Le bleu de méthylène est le colorant le plus couramment utilisé dans la teinture du coton, du bois et de la soie. Il peut provoquer des brûlures oculaires. Le traitement des rejets industriels contenant ce type de colorant s'avère d'un grand intérêt. Une large variété de techniques physiques, chimiques et biologiques a été développée et testée dans le traitement des effluents chargés en colorants. Ces procédés incluent la floculation, la précipitation, l'échange d'ions et la filtration sur membrane. Cependant, ces procédés sont coûteux et conduisent à la génération de grandes quantités de boues ou à la formation de dérivés. Parmi les procédés de traitement des rejets liquides, l'adsorption reste une technique relativement utilisée et facile à mettre en œuvre.

Dans le présent travail, nous sommes principalement intéressés à l'étude de l'adsorption du bleu de méthylène sur les matériaux FePO. Il est présenté sous forme de trois chapitres.

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur l'adsorption, leur types, et les principaux facteurs influence sur l'adsorption, ainsi que les matériaux utilisés dans ce type d'adsorption.

Une partie expérimentale et les méthodes de caractérisation ainsi que les modes opératoires sont présentés dans **le deuxième chapitre**.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation des différents résultats expérimentaux obtenus ainsi que leurs discussions.

Enfin, notre mémoire se termine par une conclusion générale.

CHAPITRE I :
ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE



I-Introduction :

La pollution est un problème majeur qui présente un vrai danger pour la vie humaine et la vie aquatique, par l'introduction d'un corps étranger dans le milieu elle peut être de nature chimique ou microbiologique^[1].

Les polluants environnementaux de tous genres contaminent l'eau, l'air et la terre mettant en péril les humains et les écosystèmes. De plus, ils sont souvent sources de conflit entre populations et industrie. On distingue généralement trois grands groupes de polluants: inorganiques, organométalliques et organiques.

Les polluants organiques ont des effets très variables qui dépendent de leur nature, certains sont biodégradables et d'autres persistants. Ces derniers sont communément appelés POP (Polluant Organique Persistant). Ces polluants sont généralement classés par catégorie chimique^[1].

Dans cette partie on présente une étude bibliographique sur le bleu de méthylène, leur adsorption et les matériaux utilisés.

II-Bleu de méthylène :

II-1- Définition :

Le chlorure de méthylthioninium (ou 3,7-bis-(diméthylamino) phenazathionium) connu sous l'appellation bleu de méthylène est un colorant cationique. (Fig1)^[2].

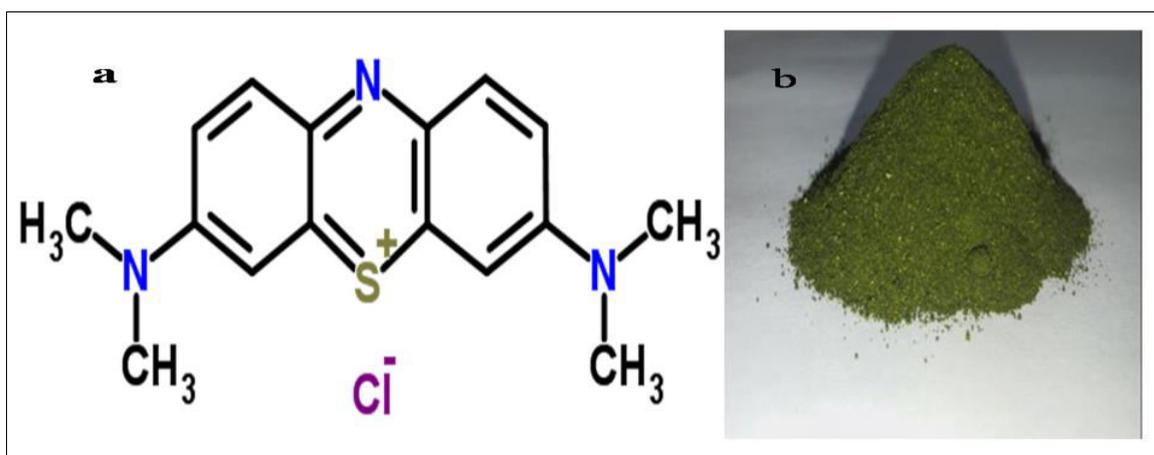


Figure 1. Bleu de méthyle: a)Représentation moléculaire b) Poudre de bleu de méthylène

II-2-Caractéristiques :

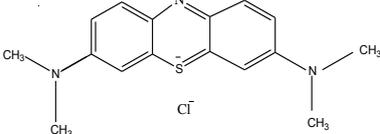
C'est un composé organique dont la formule brute est $C_{16}H_{18}N_3S$. Sa masse molaire est de $319,852 \text{ g.mol}^{-1}$, dont 60,08% C, 5,67% H, 11,08% Cl, 13,14% N, 10,03% S (tableau 1).

Il est soluble dans l'eau et plus faiblement dans l'alcool. Il fut synthétisé la première fois par Heinrich Caro en 1876.

Le bleu de méthylène est un colorant cationique largement utilisé pour la coloration du coton, de la laine et de la soie. La présence de colorant dans les eaux usées représente des risques sanitaires. En effet, le bleu de méthylène provoque des brûlures des yeux, qui peuvent être responsable de lésions permanentes aux yeux des hommes et des animaux.

Lors de l'inhalation, il peut causer une respiration difficile et l'ingestion par voie orale produit une sensation de brûlure et il peut provoquer d'autres symptômes tels que la nausée, les vomissements, la diarrhée, la transpiration abondante et la confusion mentale^[3].

Tableau 1 : quelques caractéristiques du bleu de méthylène .

<i>Colorant</i>	<i>Bleu de méthylène</i>
Structure	
Formule chimique	$C_{16}H_{18}ClN_3S$
Masse molaire (g/mol)	319,85
Longueur d'onde maximale λ_{max} (nm)	664

- **Dosage du bleu de méthylène :**

Les concentrations en bleu de méthylène sont déterminées à partir d'un spectrophotomètre de type (UV /Visible). qui donne l'absorbance .à Une longueur d'onde $\lambda=664,3 \text{ nm}$.

- **Utilisation :**

Le bleu de méthylène est utilisé en médecine comme antiseptique et pour soigner les maux de gorge. C'est un colorant utilisé aussi en biologie ; il est utilisé pour des tests de viabilité cellulaire (après application du colorant, les cellules vivantes restent incolores, alors que les cellules mortes deviennent bleu).

III- L'adsorption :**III-1-Définition :**

L'adsorption est un phénomène physico-chimique se traduisant en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases .

Il existe cinq types d'interfaces selon la nature des deux phases: gaz / liquide, gaz/solide, liquide/liquide, liquide/solide, solide/solide, et pour chacun de ces types d'interfaces, on peut distinguer le cas où ces phases sont pures.^[4]

III-2-Types d'adsorption :

Suivant l'importance des énergies mises en jeu entre l'adsorbant et l'adsorbat, on distingue deux types d'adsorption : l'adsorption physique "physisorption" et l'adsorption chimique "chimisorption" .^[5]

a-Adsorption physique :

par unité de masse. Les adsorbants utilisés dans la pratique sont, soit de nature organique (végétale ou animale), soit de nature minérale. Ils sont employés tels quels ou après un traitement d'activation ayant pour but d'augmenter la porosité. Les adsorbants les plus utilisés dans les application.

L'adsorption physique ou physisorption met en jeu de très faibles interaction entre entités moléculaire comme les forces d'attraction de Van der waals et des forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation, Elle est réversible et peu spécifique, L'adsorption physiques rapide et généralement limité par les phénomène de diffusion.^[5]

b-Adsorption chimique :

Dite chimisorption est un phénomène irréversible due à une liaison chimique forte de type covalente entre les atomes superficiels du solide et les molécules adsorbées, ce type d'adsorption met en jeu des énergies d'attractions élevées, qui conduisent à des chaleurs d'adsorption élevées, approchant souvent aux énergies de liaisons chimiques covalentes de l'ordre de 8 à 20 Kcal/mol.^[5]

Les critères qui permettent de différencier ces deux types d'adsorption sont rassemblés dans le tableau 2 ^[6].

Tableau 2: Comparaison entre la physisorption et la chimisorption

Nature des Interactions	Liaisons fortes (covalent ou ioniques) .	Liaison faibles (forces de Van der Waals, dipôle-dipôle ou de dispersion) .	[11, 50, 60-62, 64, 65,]
Type des Interactions	Chimique .	Physique	[60, 63]
Saturation	Monocouche .	Multicouche .	[11, 50, 60- 63, 65]
Caractère de la Surface	Produisant une modification des molécules adsorbées .	N'entraînant pas de modification des molécules adsorbées .	[61]
Chaleur d'adsorption	40 - 800 kJ.mol ⁻¹	5 - 40 kJ.mol ⁻¹	[60, 63]
Cinétique d'adsorption	Lente, pouvant être catalysée .	Rapide, n'est pas un processus catalysé .	[11, 50, 60- 65]
Nature de l'adsorption	Irréversible (spécifique)	Réversible (non spécifique)	[11, 60- 62,65]
Température	Faible et parfois favorable suite à l'activation de la surface .	Diminue avec l'augmentation de la température .	[11, 50, 61]

III-3-Facteurs influençant l'adsorption :

L'équilibre d'adsorption entre un adsorbant et un adsorbat dépend de nombreux facteurs tel que la température, la concentration, le pH, la surface spécifique, la porosité, la polarité, et la nature de l'adsorbat .^[7]

Le phénomène d'adsorption liquide-solide s'effectue selon un partage du soluté entre l'adsorbant et la solution, elle dépend donc des caractéristiques des trois composantes du système (adsorbat, adsorbant, solution).^[8]

a-La solubilité :

Les constantes d'adsorption ont tendance à être plus importantes quand la solubilité du composé diminue. Plus la solubilité est grande plus les forces reliant entre le soluté et le solvant sont fortes.^[9]

b-La polarité :

Une solution polaire aura plus d'affinité pour le solvant (ou pour l'adsorbant) le plus polaire par exemple ; L'alumine est un adsorbant polaire, et le graphite est non- polaire.^[10]

c-La température de la solution :

La température joue un rôle très important dans le processus d'adsorption, puisque c'est un phénomène exothermique. L'augmentation de la température permet d'accroître le pouvoir d'adsorption des composés organiques dans le cas de la chimisorption. L'accélération du processus d'adsorption associée à l'augmentation de la température s'explique par une diminution de la viscosité de la solution ce qui a pour conséquence une augmentation de la vitesse de diffusion de l'adsorbât dans les pores de l'adsorbant.^[10]

d-Effet de la suspension :

La surface de contact entre l'adsorbant et la solution ainsi que le nombre de sites actifs participant au processus d'adsorption de polluants sur un adsorbant, jouent un rôle déterminant dans le phénomène d'adsorption. La dépollution de la solution augmente avec l'accroissement de la concentration en adsorbant. Cette augmentation est due à celle de la surface d'adsorption et donc un plus grand nombre de sites actifs ou de groupements fonctionnels de surface participant au processus d'adsorption ^[11].

e-Le pH :

Le pH de la solution joue un rôle important sur la cinétique d'adsorption. Généralement les composés acides s'adsorbent à faible pH et les composés basiques à un pH plus élevé^[10].

Le pH a parfois un effet non négligeable sur les caractéristiques de l'adsorption. Dans la plupart des cas, les meilleurs résultats sont acquis aux pH les plus faibles. Cette propriété s'applique particulièrement à l'adsorption de substances acides^[12].

III-4-Différents types d'adsorbants :

Tous les solides agissant comme adsorbants sont caractérisées par une structure poreuse qui leur confère une très grande surface active. Les matériaux utilisés pour le traitement des eaux sont les argiles, le charbon actif, le gel de silice, la zéolite et les oxydes métalliques.

IV- Adsorption de Bleu de méthylène :

Plusieurs matériaux ont été utilisés dans l'adsorption de bleu de méthylène. Bulut et coll^[13] ont utilisé le Chitosan/Bentonite comme adsorbant de BM, ils ont étudié l'effet de température, de concentration, de temps de contact et la vitesse de rotation. Ils ont constaté que l'augmentation de la concentration initiale provoque une augmentation de la capacité d'adsorption due à l'augmentation des sites vacants.

Benhouria et coll^[14] ont utilisé le Calcium-bentonite-carbone activé dans l'adsorption, ils ont constaté qu'à pH = 3 la quantité de BM absorbé est petite comparativement à pH > 3.

Altıntug et coll^[15] ont adsorbé le BM par Fe-AC (fer sur carbone activé), ils ont étudié l'effet de temps d'adsorption, ils ont varié la masse de l'adsorbant, l'adsorption de BM augmente jusqu'à 30 min et elle reste constante avec le prolongement de temps.

Le bleu de méthylène est adsorbé par plusieurs matériaux, ils sont regroupés dans le tableau 3.

Tableau 3 : Différents matériaux utilisés dans l'adsorption de BM .

Adsorbant	Effet étudié	Capacité d'adsorption	références
Ca-bentonite AC	pH, concentration, temps	756,97 mg.g ⁻²	[14]
Chitosan/Bentonite	Concentration initiale de BM température, temps, agitation	142,86 mg.g ⁻¹	[16]
Fe-AC (fer sur carbone activé)	pH, dosage d'adsorbant, temps de mélange, concentration initiale de BM	312,5 and 370,4 mg.g ⁻¹	[15, 17]
Argile/chitosan	Effet de pH et sel inorganique	280 mg .g-1	[18]
Argile activé/chitosan	Effet de pH	340 mg .g-1	[19]

manghetique chitosan-graphen oxyde	Effet de PH	179,6 340 mg .g-1	[20]
Ln(III)-MOFs	Effet de temps de contacte	/	[11]
Sandwichlike Magnesium Silicate/Reduced Graphene Oxide MgSi/RGO	Effet de PH	400 mg .g-1	[21]
Cedar sawdust	Effet de PH et de température	98%	[22]
cellulose nanowhiskers/polyurethane	Effet de concentration initial de BM température, temps, PH	554 ,8 mg/g	[23]
magnetic graphene oxide MNPs/GO	Effet de temps de contacte	130 mg/g	[24]
chitosan-g-poly (acrylic acid)/vermiculite hydrogel composites	Effect de pourcentage vermiculite, PH, temps de contacte.	1700 mg/g	[16]
PAA- Fe ₃ O ₄	Effet de PH et de température	0,09 mg/mg	[25]
Fe ₃ O ₄ Preyssler acid/chitosan	Effet de PH	60 mg/g	[26]
magnetic mesoporous chitosan based core-shells biopolymer	Effet de PH, concentration initial	420 mg/g	[27]
Acid-Grafted Quaternized Cellulose	Effet de concentration initial	1400 mg/g	[28]
Graphene Oxide/Poly(acrylamide)	Effet de PH et de température	1350 mg/g	[29]
cellulose nanocrystal	Effet de PH et de température	217,4 mg/g	[30]
WO _x /C nanowire	Effet de PH	1188 mg/g	[31]
Cu-BTC MOF	Effet de PH	94,4%	[32]
Fe ₃ O ₄ @Polydopamine -Ag Core-Shell	Effet de PH et de température	100%	[33]
agar/graphene oxide	Effet de PH et de température	578 mg/g	[34]

poly(cyclotriphosphazène-co-4,4'-sulfonyldiphénol) nanotubes	Effet de PH, concentration initial, et de température	72,83mg/g	[35]
Fe ₃ O ₄ nanoparticules	Effet de PH et de température	94 %	[36]
montmorillonite-Fe ₃ O ₄	Effet de PH et de température	71,12 mg g ⁻¹	[37]
magnetic graphene-carbon nanotube	Effet de PH et de température	65,79 mg g ⁻¹	[38]
carbon nanotubes	Effet de PH	270 mg g ⁻¹	[39]
calcium alginate/activated carbon composite beads (ACB)	Effet de PH	900 mg g ⁻¹	[40]
graphene oxide/calcium alginate	Effet de PH	181,81 mg g ⁻¹	[41]
ZnCl ₂ -carbon	Effet de PH , temps de contact et de température	280 mg g ⁻¹	[42]
chitosan/MgO composite	Effet de PH , temps de contact et de température	92%	[43]

BTC :1,3,5-benzenetricarboxylate.

PAA : polyacrylic acid

V-Matériaux FePO :

Les FePO sont des matériaux considéré comme des matériau méso poreux^[44], leur structure se change suivant la méthode de préparation et les traitements thermique qui subit ce dernier [45].

V-1-Méthodes de préparation :

Plusieurs méthodes ont été utilisées pour la préparation des matériaux à base de phosphate (FePO).

Unnikrishnan et coll.^[44] ont préparé les FePO mésoporeux par précipitation de FePO₄ à partir d'une solution aqueuse de Fe(NO₃)₃.9H₂O et Na₂HPO₄. cette méthode de préparation donne des FePO mésoporeux qui est confirmé par analyse DRX et BET avec une surface de 272 m²g⁻¹.

Xuefeng et coll.^[46] Ont utilisé la même méthode, utilisant dans la préparation de Fe (NO₃)₃ et Na₂HPO₄, ils ont montré que se sont des matériaux mésoporeux avec une surface de 254272 m²g⁻¹.

Vijayasankar et coll.^[47] ont préparé FeAlPO (Fer-aluminophosphate) par trois méthodes :

Méthode A :

Nitrate d'aluminium [Al (NO₃)₃ 9H₂O], nitrate ferrique [Fe (NO₃)₃ 9H₂O] et H₃PO₄ (85%) ont été pris dans 500 ml d'eau di-ionisée , une solution aqueuse à 28% NH₃ a été ajoutée en continu sous agitation. Un gélant précipité a commencé à apparaître lorsque la solution a atteint un pH de 8. L'addition d'ammoniac a été pour suivie jusqu'à pH porté à 9. Le précipité a été séparé par filtration, lavé avec de l'eau di-ionisée pour éliminer les impuretés solubles et séché à 120 ° C pendant 14 heures. Le solide blanc ainsi obtenu a été broyé et calciné à 550 °C pendant 5 h.

Méthode B :

La procédure suivie ici était similaire à celle décrit dans la méthode A, sauf que l'ammoniac a été ajouté goutte à goutte avec un taux contrôlé de 0,5 mL / min, pour obtenir le précipité.

Méthode C :

Dans cette méthode, l'urée a été utilisée comme agent précipitant au lieu de NH₃ jusqu'à ce que la précipitation soit terminée (pH = 9). Le solide a été séparé par filtration, lavé, séché à 120 ° C pendant 14 heures, ensuite calciné à 550 ° C pendant 5 heures.

Ils ont trouvé qu'il y'a la formation de la phase FePO₄ seulement pour les échantillons qui correspond a la préparation B.

Ils ont remarqué d'après l'analyse SEM que la distribution et la morphologie se change d'une méthode à une autre.

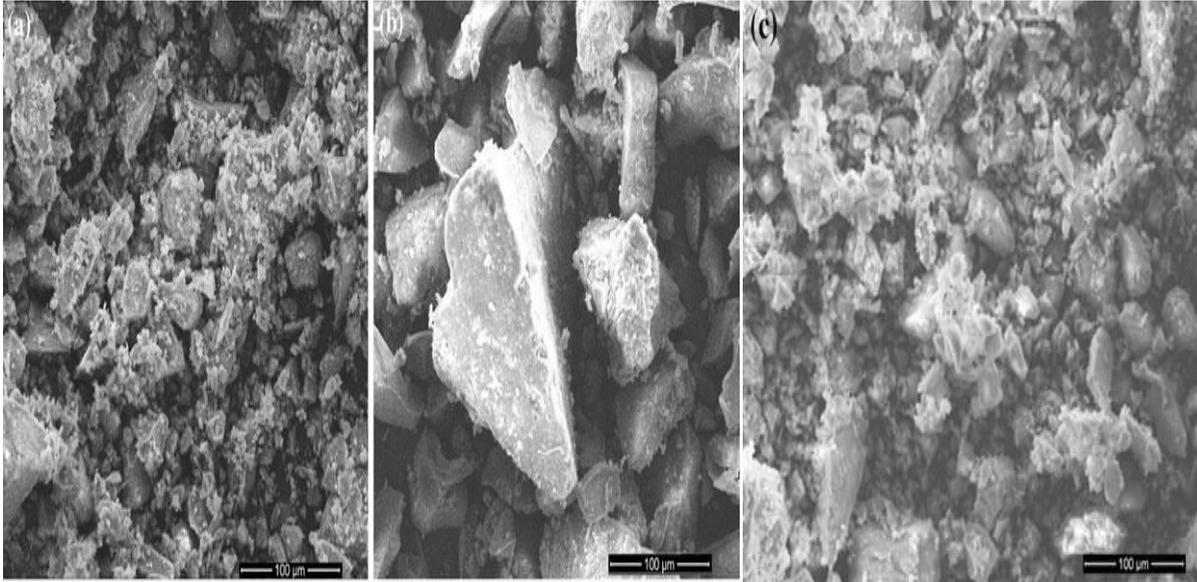


Figure 2. Image SEM (a) préparation A, (b) préparation B, (c) préparation C.

Une nouvelle voie pour la synthèse des phosphates de fer a été décrite par Trobajo et coll. [48]. Ils ont préparé le FePO par la méthode hydrothermale. ils ont constaté que les produits sont très sensibles à la présence d'urée dans le système réactionnel et à sa concentration. Sans urée et à faible concentration d'urée seulement $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ est formé. Avec une augmentation de la concentration d'urée la formation de l'hydrogénophosphate de fer ; $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{HPO}_4)_2$, a lieu.

Lorsque la quantité d'urée ajoutée est très élevée, les molécules d'ammoniac présentes dans les milieux réactionnels agissent comme des agents modèles et un nouveau composé, $\text{Fe}(\text{NH}_3)_2\text{PO}_4$, est formé.

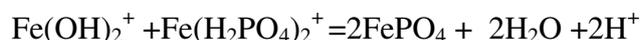
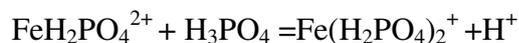
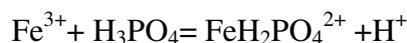
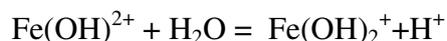
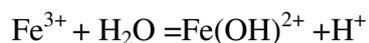
Les structures et les phases obtenues ont une dimension tridimensionnelle avec du fer octaédrique.

Dans cette étude ils ont présenté la synthèse directe de phosphates de fer dans des conditions hydrothermales douces par la réaction de $\text{FeCl}_3(\text{aq})$ et $\text{H}_3\text{PO}_4(\text{aq})$ en présence d'urée.

Baoliang et coll. [49] ont préparé les matériaux FePO par mélange de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ et $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ils ont conclu que suivant le traitement de ce mélange ; la morphologie de matériaux peut se présenter sous forme nanoparticules de Fe_3O_4 , $\delta\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ou nanotubes de Fe_3O_4 , ces résultats ont été confirmés par DRX et MET.

Haowen [50] a préparé les nanorodes FePO_4 par un mélange de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ et $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et H_3PO_4 , il a montré que la morphologie est influencée par la température de réaction, la concentration des précurseurs de Fer et de Phosphate, ainsi que le pH de la solution.

Le mécanisme qui a été proposé :



Lorenza et coll^[51] ont étudié l'effet des précurseurs de Fer et la température de calcinations sur la structure des matériaux FePO, ils ont trouvé différents structure de FePO, cela est confirmé par DRX et SEM.

V-2-Utilisation dans l'adsorption :

Ce matériau est largement utilisé en électrochimie comme électrode^[52], dans l'oxydation^[53], déhydrogénation^[54], mais peut être utilisé dans l'adsorption.

Ce matériau est utilisé par Zhang et coll.^[55] dans l'adsorption du chrome (III) / (VI) avec du phosphate de fer. Le comportement d'adsorption de Cr (III) / Cr (VI) sur le phosphate de fer était étudié en utilisant le mode d'adsorption dans une gamme de pH 3-9. Dans cette étude 2,0 mg d'adsorbant ont été mélangés avec 2,0 mL de solution aqueuse d'échantillon dans un tube à centrifuger de 2 mL. Le mélange a été secoué vigoureusement pendant 15 min pour faciliter le processus d'adsorption. Après centrifugation 20 mL de le surnageant a été injecté dans ETAAS pour quantifier la chrome résiduel dans la solution après adsorption.

Ils ont trouvé que l'augmentation de PH de 3 à 5 augment l'adsorption de Cr (III). Et les FePO sont des matériaux qui facilitent l'adsorption de chrome (III) avant de leur transformation en chrome (VI) dans la solution.

VI-Conclusion :

Dans cette partie bibliographie on a conclu que :

- La morphologie des matériaux FePO dépend de
 - la méthode de préparation .
 - les traitements thermiques comme la réduction, la calcination.
 - les concentrations des précurseurs métalliques.
 - le métal utilisé avec le fer pour les matériaux FeMPO.
- Le bleu de méthylène a été choisi comme polluant model dans notre étude, l'adsorption de ce polluant dépend de :
 - la température de milieu réactionnel .
 - le PH de la solution .
 - le temps de contact de l'adsorbant avec l'adsorbat .
 - les concentrations initiales de l'adsorbat .

Dans cette partie, on note que les matériaux FeMPO ou FePO ne sont pas utilisés dans l'adsorption de bleu de métylène.

Références :

- [1] D. Levet, A. Lehen, S. Jacques, J. Mouchelin and A. Berly, Agence de l'Eau Seine-Normandie. Angers. France **2008**.
- [2] F. Sakr, A. Sennaoui, M. Elouardi, M. Tamimi and A. Assabbane, Journal Materials Environment Sciences **2015**, 6, 397-406.
- [3] S. Boumchita, A. Lahrichi, Y. Benjelloun, S. Lairini, V. Nenov and F. Zerrouq.
- [4] H. Sadki, K. Ziat and M. Saidi, Mater. Environ. Sci **2007**, 5, 2060-2065.
- [5] N. J. Krou in Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques, Vol. **2010**.
- [6] Q. Li, Q.-Y. Yue, H.-J. Sun, Y. Su and B.-Y. Gao, Journal of Environmental Management **2010**, 91, 1601-1611.
- [7] Z. Eren and F. N. Acar, Desalination **2006**, 194, 1-10.
- [8] S. Delpeux-Ouldriane in Impact d'une polarisation électrochimique pour le piégeage réversible de la bentazone sur carbones nanoporeux, Vol. Université d'Orléans, **2010**.
- [9] G. De Angelis, L. Medeghini, A. M. Conte and S. Mignardi, Journal of Cleaner Production **2017**, 164, 1497-1506.
- [10] S. Akkouche, K. Amouchas and N. Hamaidi in Etude comparative de la cinétique d'adsorption de BM sur le charbon actif entre un lit fluidisé et un réacteur batch, Vol. Université Abderrahmane Mira, **2017**.
- [11] M.-L. Gao, W.-J. Wang, L. Liu, Z.-B. Han, N. Wei, X.-M. Cao and D.-Q. Yuan, Inorganic Chemistry **2017**, 56, 511-517.
- [12] E. Errais in Réactivité de surface d'argiles naturelles: Etude de l'adsorption de colorants anioniques, Vol. Strasbourg, **2011**.
- [13] G. Crini, Bioresource technology **2006**, 97, 1061-1085.
- [14] A. Benhouria, M. A. Islam, H. Zaghouane-Boudiaf, M. Boutahala and B. Hameed, Chemical engineering journal **2015**, 270, 621-630.
- [15] E. Altıntig, H. Altundag, M. Tuzen and A. Sari, Chemical Engineering Research and Design **2017**, 122, 151-163.
- [16] Y. Liu, Y. Zheng and A. Wang, Journal of environmental Sciences **2010**, 22, 486-493.
- [17] S. Karmaker, M. N. Uddin, H. Ichikawa, Y. Fukumori and T. K. Saha, Journal of Environmental Chemical Engineering **2015**, 3, 583-592.
- [18] M. Auta and B. H. Hameed, Chemical Engineering Journal **2014**, 237, 352-361.
- [19] M.-Y. Chang and R.-S. Juang, Journal of Colloid and Interface Science **2004**, 278, 18-25.

- [20] L. Fan, C. Luo, M. Sun, X. Li, F. Lu and H. Qiu, *Bioresource Technology* **2012**, 114, 703-706.
- [21] C.-X. Gui, Q.-Q. Wang, S.-M. Hao, J. Qu, P.-P. Huang, C.-Y. Cao, W.-G. Song and Z.-Z. Yu, *ACS Applied Materials & Interfaces* **2014**, 6, 14653-14659.
- [22] O. Hamdaoui, *Journal of Hazardous Materials* **2006**, 135, 264-273.
- [23] S. Kumari, G. S. Chauhan and J. H. Ahn, *Chemical Engineering Journal* **2016**, 304, 728-736.
- [24] M.-Q. C. Le, X. T. Cao, W. K. Lee, S.-S. Hong and K. T. Lim, *Molecular Crystals and Liquid Crystals* **2017**, 644, 160-167.
- [25] S.-Y. Mak and D.-H. Chen, *Dyes and Pigments* **2004**, 61, 93-98.
- [26] B. Tanhaei, A. Ayati, F. Bamoharram Fatemeh, M. Lahtinen and M. Sillanpää, *Journal of Chemical Technology & Biotechnology* **2015**, 91, 1452-1460.
- [27] B. Tanhaei, A. Ayati, M. Lahtinen, B. Mahmoodzadeh Vaziri and M. Sillanpää, *Journal of Applied Polymer Science* **2016**, 133.
- [28] Y. Wang, C. Zhang, L. Zhao, G. Meng, J. Wu and Z. Liu, *Fibers and Polymers* **2017**, 18, 891-899.
- [29] Y. Yang, Y. Xie, L. Pang, M. Li, X. Song, J. Wen and H. Zhao, *Langmuir* **2013**, 29, 10727-10736.
- [30] X. Yang, H. Liu, F. Han, S. Jiang, L. Liu and Z. Xia, *Carbohydrate Polymers* **2017**, 175, 464-472.
- [31] S. Zhang, H. Yang, H. Huang, H. Gao, X. Wang, R. Cao, J. Li, X. Xu and X. Wang, *Journal of Materials Chemistry A* **2017**, 5, 15913-15922.
- [32] S. Lin, Z. Song, G. Che, A. Ren, P. Li, C. Liu and J. Zhang, *Microporous and Mesoporous Materials* **2014**, 193, 27-34.
- [33] Y. Xie, B. Yan, H. Xu, J. Chen, Q. Liu, Y. Deng and H. Zeng, *ACS Applied Materials & Interfaces* **2014**, 6, 8845-8852.
- [34] L. Chen, Y. Li, Q. Du, Z. Wang, Y. Xia, E. Yedinak, J. Lou and L. Ci, *Carbohydrate Polymers* **2017**, 155, 345-353.
- [35] Z. Chen, J. Zhang, J. Fu, M. Wang, X. Wang, R. Han and Q. Xu, *Journal of Hazardous Materials* **2014**, 273, 263-271.
- [36] M. Ghaedi, S. Hajjati, Z. Mahmudi, I. Tyagi, S. Agarwal, A. Maity and V. K. Gupta, *Chemical Engineering Journal* **2015**, 268, 28-37.

- [37] L. Cottet, C. A. P. Almeida, N. Naidek, M. F. Viante, M. C. Lopes and N. A. Debacher, *Applied Clay Science* **2014**, 95, 25-31.
- [38] P. Wang, M. Cao, C. Wang, Y. Ao, J. Hou and J. Qian, *Applied Surface Science* **2014**, 290, 116-124.
- [39] Y. Li, Q. Du, T. Liu, X. Peng, J. Wang, J. Sun, Y. Wang, S. Wu, Z. Wang, Y. Xia and L. Xia, *Chemical Engineering Research and Design* **2013**, 91, 361-368.
- [40] A. F. Hassan, A. M. Abdel-Mohsen and M. M. G. Fouda, *Carbohydrate Polymers* **2014**, 102, 192-198.
- [41] Y. Li, Q. Du, T. Liu, J. Sun, Y. Wang, S. Wu, Z. Wang, Y. Xia and L. Xia, *Carbohydrate Polymers* **2013**, 95, 501-507.
- [42] O. Pezoti, A. L. Cazetta, I. P. A. F. Souza, K. C. Bedin, A. C. Martins, T. L. Silva and V. C. Almeida, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* **2014**, 20, 4401-4407.
- [43] Y. Haldorai and J.-J. Shim, *Applied Surface Science* **2014**, 292, 447-453.
- [44] U. R. Pillai and E. Sahle-Demessie, *Chemical Communications* **2004**, 826-827.
- [45] B. Lv, Y. Xu, D. Wu and Y. Sun, *CrystEngComm* **2011**, 13, 7293-7298.
- [46] X. Guo, W. Ding, X. Wang and Q. Yan, *Chemical Communications* **2001**, 709-710.
- [47] A. Vijayasankar, N. Mahadevaiah, Y. Bhat and N. Nagaraju, *Journal of Porous Materials* **2011**, 18, 369-378.
- [48] C. Trobajo, A. Espina, E. Jaimez, S. A. Khainakov and J. R. García, *Journal of the Chemical Society, Dalton Transactions* **2000**, 787-790.
- [49] B. Lv, Y. Xu, D. Wu and Y. Sun, *Particuology* **2008**, 6, 334-339.
- [50] H. Liu, *Journal of Nanoparticle Research* **2010**, 12, 2003-2006.
- [51] L. Suber, P. Imperatori, G. Ausanio, F. Fabbri and H. Hofmeister, *The Journal of Physical Chemistry B* **2005**, 109, 7103-7109.
- [52] a) Y.-S. Hong, K. S. Ryu, Y. J. Park, M. G. Kim, J. M. Lee and S. H. Chang, *Journal of Materials Chemistry* **2002**, 12, 1870-1874; b) Q. Song, X. Ou, L. Wang, G. Liang and Z. Wang, *Materials Research Bulletin* **2011**, 46, 1398-1402.
- [53] a) M. Ai, *Catalysis Today* **1999**, 52, 65-69; b) B. Lee, C. Kim, Y. Park, T.-G. Kim and B. Park, *Electrochemical and Solid-State Letters* **2006**, 9, E27-E30; c) M. Ai and K. Ohdan, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* **2000**, 159, 19-24.
- [54] a) J. E. Miller, M. M. Gonzales, L. Evans, A. G. Sault, C. Zhang, R. Rao, G. Whitwell, A. Maiti and D. King-Smith, *Applied Catalysis A: General* **2002**, 231, 281-292; b) F. B. Khan, K. Bharuth-Ram and H. B. Friedrich, *Hyperfine Interactions* **2010**, 197, 317-323.

[55] X.-X. Zhang, S.-S. Tang, M.-L. Chen and J.-H. Wang, Journal of Analytical Atomic Spectrometry **2012**, 27, 466-472.

**CHAPITRE II:
ETUDE
EXPERIMENTALE**



I-Introduction :

Dans ce chapitre, nous avons étudiés l'adsorption de bleu de méthylène (BM) sur des matériaux FeMPO ainsi que l'influence des principaux paramètres physico-chimiques tels que : le temps de contact, le pH de la solution de BM, et la température.

En suite, on a caractérisé le bon adsorbant par différents méthodes ; UV Visible, IR, DRX, MEB et EDS.

II-Présentation de l'adsorbat utilisé :**II -1 Bleu de méthylène :**

Le bleu de méthylène est un colorant cationique, il est utilisé dans plusieurs applications à cause de la stabilité de sa molécule. Plusieurs recherches ont été publiées sur la possibilité d'élimination du bleu de méthylène par différents adsorbants.

Il est généralement utilisé comme un modèle expérimental de colorant (contaminant cible) dans les études sur les techniques de décoloration [1].

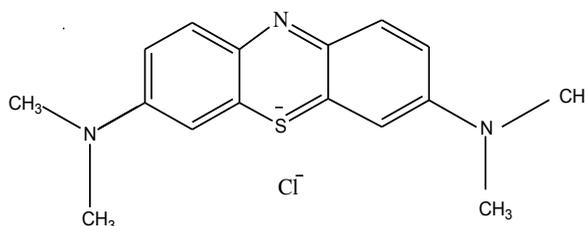


Figure 01. La formule développée de BM

II-2 Choix de colorant (BM) :

Le choix étudié répond aux critères suivants :

- Solubilité élevée dans l'eau.
- Tension de vapeur faible.
- Analyse par spectrophotomètre UV/visible.
- Modèle de structure différente : cationique pour le bleu de méthylène.

II -3 Préparation de la solution du bleu de méthylène :

La solution mère du **bleu de méthylène** de concentration (400 mg/L) cette solution appelée la solution mère.

Ensuite par dilution, on a préparé une solution de 20mg/L pour effectuer notre étude d'adsorption.

III-Matériels et appareillage utilisés :

Nous avons utilisé différents matériels pendant les études effectuées, ils sont résumés dans le tableau 1.

Tableau 01 : Matériels et appareillage utilisés

<i>Matériels</i>	<i>Appareillage</i>
Bécher.	PH-mètre (JENWAY .3505).
Erlenmeyer.	Balance.
Eprouvette graduée.	Agitateur
Fiole jaugée.	Plaque chauffante.
Pipette graduée.	Etuve .
Verre à montre.	Mortier.
Entonnoir.	Spectrophotomètre UV visible (JENWAY .6800 UV/VIS).
Papier filtre , entonnoir.	Centrifugeuse .
Flacon.	Ultrason .

IV-Les produits utilisés :

Dans notre étude, nous avons utilisé des précurseurs métalliques et d'autres produits, se sont regroupés dans les tableaux 2 et 3.

IV -1- Acides et bases :**Tableau 2:** Les caractéristiques des acides et bases.

<i>Produits</i>	<i>Caractéristiques</i>
L'acide chlorhydrique HCl	Masse molaire : 36,45 g /mol Densité : 1,19 Pureté : 37%
La soude NaOH	Masse molaire : 40g/mol Pureté : 97%

L'acide nitrique HNO_3	Masse molaire : 63,01 g/mol Densité : 1,33 Pureté : 52,5%
Urée $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	Masse molaire : 60,05 g/mol Densité : 1,32 g/cm ³
K_2HPO_4	Masse molaire : 174,2 g/mol Densité : 2,44 g/cm ³

IV -2 Les nitrates :

Tableau 3: Les caractéristiques de nitrates.

<i>Produits</i>	<i>Formule</i>	<i>caractéristiques</i>
Nitrate de Fer III nonahydraté	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	Masse molaire : 404 g/mol Point d'ébullition : 125 °C Point de fusion : 47 °C
Nitrate de Nickel II hexahydraté	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	Masse molaire : 290,79 g/mol Densité : 2,05 g/cm ³ (20 °C) Point de fusion/point de congélation : 56 – 57 °C Point initial d'ébullition et intervalle d'ébullition : 136 – 137 °C Solubilité : Solubilité dans l'eau ~ 940 g/l à 20 °C
Nitrate de Cuivre II trihydraté	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Masse molaire : 241,60 g/mol T° fusion : 114 °C Solubilité : 1378 g/l (H ₂ O, 20 °C). Soluble dans l'eau et l'éthanol.
Nitrate d'Argent	AgNO_3	Masse molaire : 169,87 g/mol T° fusion : 212 °C. T° ébullition : Se décompose au-dessous du point d'ébullition à 444 °C. Solubilité : 2 340 g·L ⁻¹ (eau, 25 °C) / 1.10 ⁴ g/L (eau, 100 °C)

V-Préparation des matériaux :**V-1 Préparation de FePO :**

- D'abord, on a préparé deux solutions (A) et (B) :

Solution « A » : une solution de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ avec une concentration de 2M.

Solution « B » : une solution de K_2HPO_4 avec une concentration de 2M.

-Ensuite, on a pris 5 mL de solution « A » et 5 mL de solution « B », ce mélange est soumis sous l'agitation, après un certain moment on observe l'apparition d'un précipité vert. Ensuite on ajoute un volume de 0,8 mL d'acide nitrique (36%) goutte à goutte sous agitation.

- Finalement : On ajoute 2,402 g d'urée à la solution verte claire.

Les solutions obtenues sont mises dans des réacteurs Téflons à l'étuve à une température de 90 °C pendant 72 heures.

-Après 72 heures en fait une filtration, lavage par irradiation ultrason et séchage de matériau dans l'étuve à 80°C.

IV-2 Préparation de FeMPO :

La préparation de FeMPO se passe par les mêmes étapes précédentes .Sauf qu'on ajoute 5 mL de chaque précurseur métallique avec des concentrations de 4 M.

Pour FeCuPO, le précurseur est $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ à une concentration de 4M.

Pour FeNiPO, le précurseur est $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ à une concentration de 4M.

Pour FeAgPO, le précurseur est AgNO_3 à une concentration de 4M.

V-L 'adsorption du BM :

L'étude de l'adsorption du bleu de méthylène (BM) par les matériaux préparés est réalisée dans un bécher contient la solution de BM (20mg/L). On ajoute 20 mg d'adsorbant pour chaque étude. En suite on détermine l'absorbance de la solution à l'aide d'un spectrophotomètre UV/visible.

V-1- Le choix de matériau :

Dans un 10 mL d'une solution du BM Bleu Méthylène à concentration 20 mg/L, On introduit 0,02 g du matériau (Fe Cu PO, Fe Ag PO, Fe Ni PO, Fe PO).ces cinq solutions soumis sous agitations pendant 3 heures à une température ambiante .Ensuite en fait l'analyse par spectrophotomètre UV/Visible.

V-2-Les effets étudiés :

Cette partie consiste à étudier les effets qui influent sur l'adsorption de BM par le FeAgPO. Donc on a changé des paramètres sur 10 mL de Bleu Méthylène (BM) à une concentration 20 mg/L avec 0,02 g de FeAgPO.

- **Effet de temps de contact :**

L'adsorption a été étudiée en fonction du temps pour déterminer la quantité de colorant adsorbé ou le pourcentage d'adsorption à différents intervalles de temps, le temps d'équilibre est l'un des facteurs les plus importants de point de vue économique.

On a mesuré l'absorbance à **2 heures, 3 heures et 4 heures.**

Le pourcentage d'adsorption est calculé par la relation suivante :

$$P\% = (A_0 - A) * 100 / A_0$$

Où : A_0 : est l'absorbance maximale de la solution de BM sans absorbant ou à a un temps initial.

A: est l'absorbance maximale de la solution de BM après adsorption.

- **Effet de température :**

L'influence de la température sur l'élimination de colorant Bleu de Méthylène a été étudiée en utilisant des chauffe balances permettant le maintien de la température à la valeur désirée et en utilisant le thermomètre pour garder la température voulue. Les expériences ont été réalisées en ajoutant 0,02 g de « FeAgPO » dans la solution du colorant de bleu méthylène de concentration 20 mg/L et en agitant avec une vitesse d'agitation (200tr/min) pendant 3h.

<i>La Température (°C)</i>	<i>Le temp (min)</i>
30	180
50	60
70	45

- **Effet de PH :**

Dans ce travail, nous avons étudié l'adsorption du BM par FeAgPO, en variant le *pH* (2, 4, 6, 8, 9) à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique HCl (1M) ou une solution de soude NaOH (2M), selon le pH voulu.

VI -Les Méthodes de caractérisation et d'analyse:

VI -1 pH mètre :

Nous avons réalisé les mesures du pH des différentes solutions du polluant à l'aide d'un pH mètre du type « JENWAY 3505, l'étalonnage a été effectué à l'aide de solutions tampons commerciales de pH 4,7.

Le pH de la solution ne subit aucune modification au cours des différentes expériences, sauf lors de l'étude de son effet où il a été ajusté à l'aide d'une solution (HCl /NaOH).

VI -2 La diffraction des rayons X (DRX) :

a- La définition :

La diffraction des rayons X constitue aujourd'hui l'une de ces techniques les plus utiles et les plus répandues dans la détermination de la structure de substances naturelles complexes. La diffraction des rayons X constitue aussi un moyen commode et pratique d'identification qualitative des composés. c'est une technique d'analyse basée sur la diffraction des rayons X sur la matière [2, 3].

Les rayons X sont découverts par Rontgen en 1895, les premières applications ont été tournées vers l'étude des cristaux dans le but de mettre en évidence les atomes constituant les molécules [4].

b-Principe :

Les rayons X sont une forme de rayonnement électromagnétique à haute fréquence dont la longueur d'onde est comprise approximativement entre 5 pycnomètres et 10 nanomètres. La diffraction des rayons X permet d'identifier la nature des phases cristalline et amorphe présentes dans un solide. Cependant, plusieurs mailles cristallines doivent se succéder pour former des raies de diffraction visibles. Si le

nombre de mailles constituant les cristallites est faible, les raies de diffraction apparaîtront larges. Cette propriété permet dans certains cas de déterminer la taille des cristallites.

On analyse les échantillons par diffraction des rayons X, à l'aide d'un diffractomètre, son principe repose sur la réflexion sélective des rayons X par un cristal, avec utilisation de la Loi de Bragg [20]:

$$\lambda = 2d \sin \theta$$

Où :

λ : La longueur d'onde du faisceau incident ($\lambda= 1.54181\text{\AA}$)

d: La distance inter réticulaire entre les plans diffractant.

θ : L'angle entre le faisceau incident et les plans diffractant.

Le domaine de l'angle (2θ) est compris entre 10 et 80°.

Dans notre travail, l'analyse a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre automatique au Laboratoire de recherche LCSCO à Tlemcen.



Figure1 .Appareille de la diffraction des rayons X.

VI- 3-Spectroscopie Infrarouge :**a-La définition :**

La spectroscopie infrarouge « IR » est l'une des méthodes spectrales, elle résulte du changement des états vibrationnel et rotationnel d'une liaison moléculaire fournit des informations précieuses sur les molécules d'eau absorbées et les groupements hydroxyles structuraux des minéraux argileux [5]. C'est donc un excellent moyen de détection des composés organiques et des structures minérales [6]. Les bandes d'absorption infrarouges correspondent à des transitions d'énergie de rotation de vibration moléculaire. Les modes vibrationnels sont de deux types :

- L'élongation γ avec variation de la distance interatomique.
- La déformation angulaire δ avec variation de l'angle entre deux liaisons adjacentes.

b- Le Principe :

Les techniques de spectroscopie infrarouge sont utilisées pour la détermination des groupements fonctionnels. Dans les conditions normales de température et de pression, les atomes et les groupements fonctionnels constituants sont exposés à un rayonnement électromagnétique. Sous l'effet d'un rayonnement électronique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon les mouvements de différents types (vibrations d'élongation ou de déformation).

Le domaine infrarouge, dans lequel se trouvent les énergies de vibration des liaisons moléculaires, est divisé en trois zones [7, 8]:

-proche infrarouge : $\lambda = 0.8$ à 2.5 mm (ou $\nu = 4000$ à 12500 cm^{-1}).

-moyen infrarouge : $\lambda = 2.5$ à 25 mm (ou $\nu = 400$ à 4000 cm^{-1}).

-lointain infrarouge : $\lambda = 25$ à 1000 mm (ou $\nu = 10$ à 400 cm^{-1}).

- Les analyses ont été effectuées à l'aide d'une spectroscopie Infra rouge de type (Cary 600 Series FTIR Spectrometer) au Laboratoire de recherche LCSCO à Tlemcen.

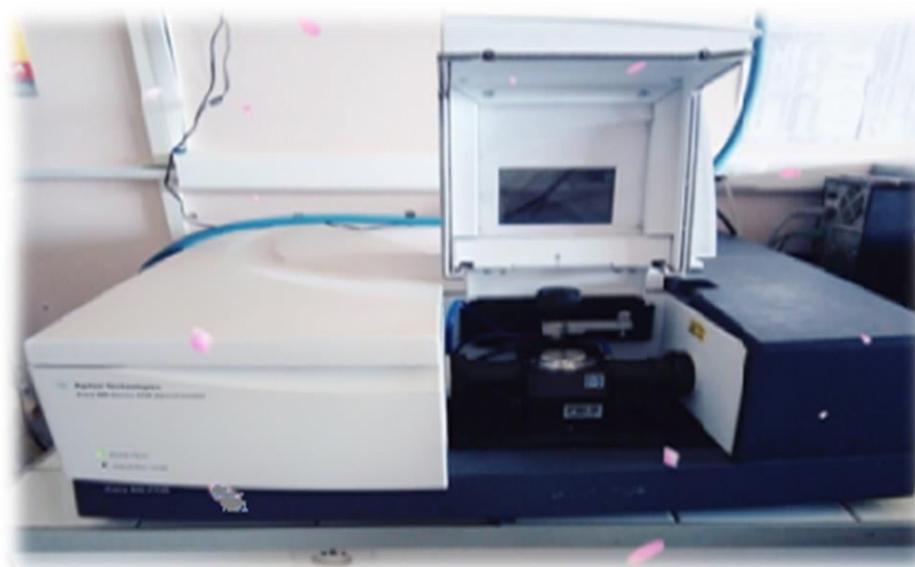


Figure 2. La spectroscopie infrarouge.

VI-4 La spectrophotométrie UV-Visible :

a- La définition :

La spectrophotométrie ultra-violet / visible est une technique d'analyse quantitative, qui consiste à mesurer l'abondance ou la densité optique d'une substance chimique donnée en solution.

b- Le principe :

La méthode repose sur la loi de Beer-Lambert qui énonce :

Lorsqu'une substance absorbe de la lumière dans le domaine de l'ultra-violet et du visible, l'énergie absorbée provoque des perturbations dans la structure électronique des atomes ions ou molécules.

Un ou plusieurs électrons utilisent cette énergie pour sauter d'un niveau de basse énergie à un niveau de plus haute énergie. Ces transitions électroniques se font dans le domaine de 350 à 800 nm pour le visible et entre 200 à 350 nm pour l'ultraviolet.

Un milieu homogène traversé par la lumière, absorbe une partie de celle-ci, les différentes radiations constituant le faisceau incident sont différemment absorbées suivant leur longueur d'ondes et les radiations transmises sont alors caractéristiques du milieu.

Soit un rayon lumineux monochromatique de longueur d'onde (λ) traversant un milieu homogène d'épaisseur L. Le taux de décroissance de l'intensité lumineuse en fonction de l'épaisseur du milieu absorbant est donné par la **loi de Beer-Lambert** :

Cette loi permet de définir deux grandeurs :

Transmittance T : exprimée en % :

$$T = I/I_0 = e^{-\epsilon.l.C}$$

Absorbance A:

$$A = \text{Log } I_0/I = \epsilon.l.C$$

Avec:

A : Absorbance.

ϵ : coefficient d'extinction molaire ($\text{mol}^{-1}.\text{l}.\text{cm}^{-1}$) .

L : Epaisseur de la cuve (cm).

C: Concentration molaire du composé dosé (mol/L).

I_0 : Intensité initiale de la lumière traversée.

I : Intensité de la lumière transmise.

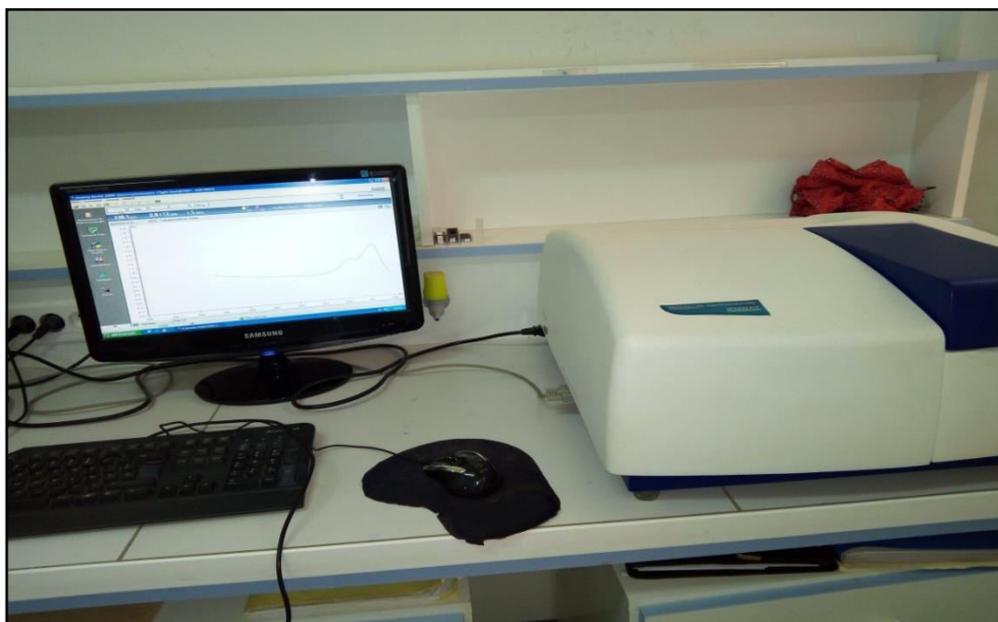


Figure 3. La spectrophotométrie UV-Visible.

c-Domaine de l'ultraviolet et du visible :

Le domaine du spectre ultraviolet utilisable en analyse s'étend environ de 190 à 350nm.

Le domaine du spectre visible s'étend environ de 350 à 800nm. En ce qui concerne les couleurs du visible, leur domaine en longueur d'onde est comme suite[9]:

Violet : 400-420nm

Jaune : 570-585nm

Bleu : 440-490nm

Orange : 585-620nm

Vert : 490-570nm

Rouge : 620-780nm

Le domaine UV-visible s'étend environ de 800 à 10 nm. Il est divisé en trois parties :

- ✓ Le visible : 800 nm - 400 nm.
- ✓ L'UV-proche : 400 nm - 200 nm.
- ✓ L'UV-lointain : 200 nm - 10 nm.

VI-5 Le microscope électronique à balayage (MEB ou SEM) :

a-La définition :

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet d'étudier l'état de surface des matériaux par observation directe des diagrammes et d'en déduire le degré de rugosité de la surface. La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM : Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons – matière.

La microscopie électronique à balayage constitue une source importante d'informations morphologiques et topographiques souvent indispensable à la compréhension des propriétés de la surface. Dès lors, un examen par microscopie électronique constitue fréquemment la première étape de l'étude de la surface d'un solide.

b-Principe :

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons matière. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface.

Une sonde électronique fine est projetée sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires, de basse énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. A chaque point d'impact correspond ainsi un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une cartographie de la zone balayée[10].



Figure 4. La microscopie électronique à balayage (MEB).

VI -6- Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie, analyse EDS :

La spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (ou EDS, abréviation de l'anglais « *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* ») est une faculté analytique qui peut être couplée avec plusieurs applications, dont la microscopie électronique par balayage (SEM), la microscopie électronique en transmission (TEM) et la microscopie électronique en transmission par balayage (STEM). Combinée à ces outils d'imagerie, l'EDS peut donner l'analyse élémentaire sur des surfaces aussi petites que la taille du nanomètre en diamètre. L'impact du faisceau d'électrons sur l'échantillon produit des rayons X qui sont caractéristiques des éléments présents sur l'échantillon. L'analyse peut servir à déterminer la composition élémentaire de points individuels ou à faire ressortir par cartographie la distribution latérale d'éléments [11].

VII -Références:

- [1] Kharfallah, N. and L. Fratsa, Adsorption de bleu de méthylène sur Arundo donax activé thermiquement. 2017.
- [2] Lanson, B. and A. Bouchet, X-RAY-DIFFRACTION IDENTIFICATION OF CLAY-MINERALS-IMPROVEMENTS INDUCED BY NUMERICAL DATA-PROCESSING. BULLETIN DES CENTRES DE RECHERCHES EXPLORATION-PRODUCTION ELF AQUITAINE, 1995. **19**(1): p. 91-118.
- [3] Zahaf, F., Etude Structurale des argiles modifiées Appliquées à l'adsorption des polluants. 2017.
- [4] Jenkins, R. and R.L. Snyder, Diffraction theory. 2012: Wiley Online Library.
- [5] Fina, A., et al., Polypropylene metal functionalised POSS nanocomposites: a study by thermogravimetric analysis. Polymer Degradation and Stability, 2006. **91**(5): p. 1064-1070.
- [6] Thomas, N.W. The physics of selecting ball clays. in CFI-CERAMIC FORUM INTERNATIONAL. 2008. GOLLER VERLAG GMBH ASCHMATTSTRASSE 8, D-76532 BADEN BADEN, GERMANY.
- [7] Khalaf, H.A., et al., Phosphated alumina catalysts: Surface properties and reactivity towards 2-PrOH decomposition. Monatshefte für Chemie-Chemical Monthly, 2007. **138**(7): p. 641-648.
- [8] Fogar, K., Dispersed metal catalysts, in Catalysis. 1984, Springer. p. 227-305.
- [9] Kwon, B.G., et al., Characteristics of p-chlorophenol oxidation by Fenton's reagent. Water Research, 1999. **33**(9): p. 2110-2118.
- [10] Ishibashi, S., et al., Hypercholesterolemia in low density lipoprotein receptor knockout mice and its reversal by adenovirus-mediated gene delivery. The Journal of clinical investigation, 1993. **92**(2): p. 883-893.
- [11] Miyah, Y., M. Idrissi, and F. Zerrouq, Etude et Modélisation de la Cinétique d'Adsorption du Bleu de Méthylène sur les Adsorbants Argileux (Pyrophyllite, Calcite)[Study and Modeling of the Kinetics Methylene blue Adsorption on the Clay Adsorbents (Pyrophyllite, Calcite)]. J. Mater. Environ. Sci, 2015. **6**: p. 699-712.

**CHAPITRE III :
RESULTATS
ET DISCUSSIONS**



I-Introduction :

Dans ce chapitre on présente les résultats obtenu pendant notre étude sur l'adsorption de BM par le plusieurs matériaux FeAgPO, FeNiPO, FeCuPO, FePO ainsi la caractérisation de meilleur adsorbant.

II- Caractérisation des matériaux FeAgPO :

Le FeAgPO est le matériau qui absorbe plus le BM, pour connaitre leur nature et leur caractéristique, on a passé par différents caractérisations.

II-1 caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) :

Le diffractogramme des rayons X montre la présence des pics qui correspond à α -Fe₂O₃ à $2\theta = 26$; 32 ; 54 ; 56,7 ; 61,07 ; 51,37 avec les plans 012, 104, 116, 018, 214, 119 respectivement. Le pic qui situe à $2\theta = 47,6$ est assigné au Fe₄(PO₄)₃(OH)₃ avec le plan 531^[1] [1c] [1b] .

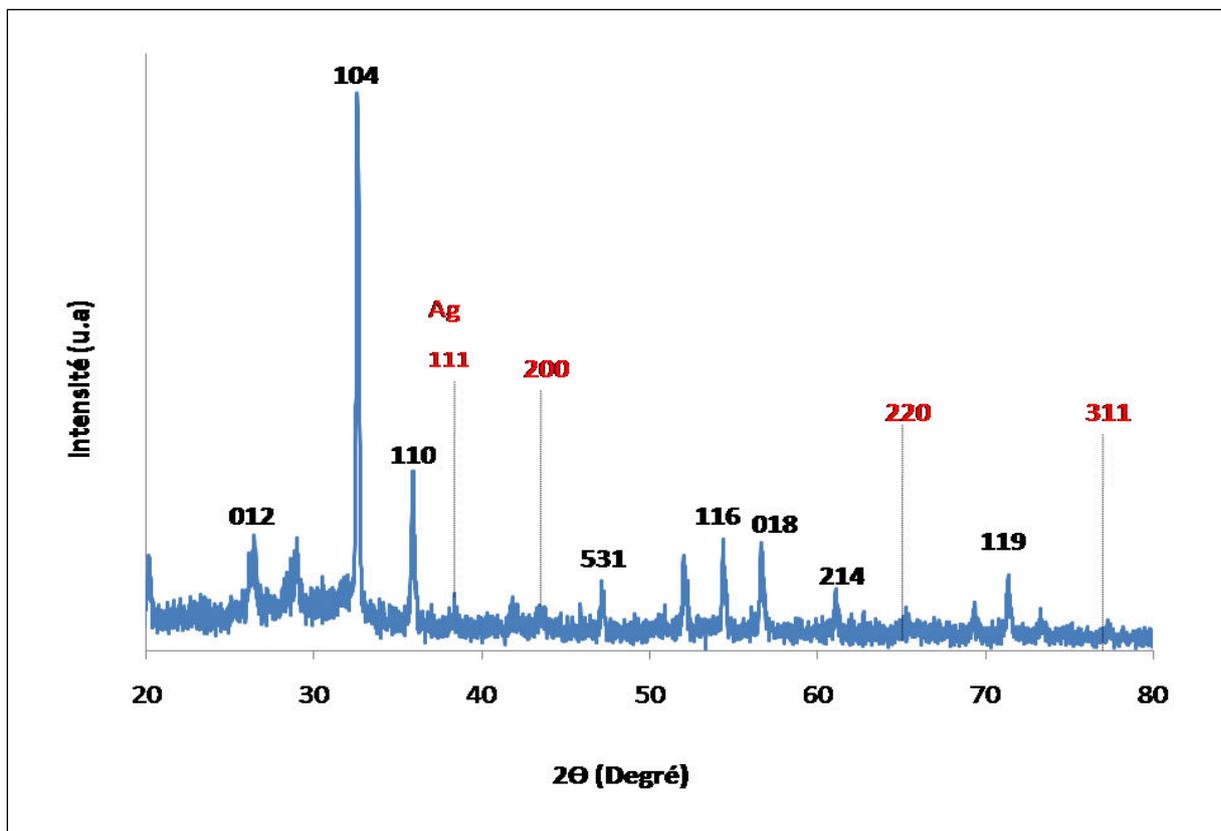


Figure 1 . Diffractogramme DRX de FeAgPO .

On remarque aussi la présence des pics à $2\theta = 38, 44, 65, 77$ degré avec les plans respectivement, ces pics correspondent aux nanoparticules d'argent d'une face cubique (fcc) [2] [3] Les autres pics qui sont moins intense sont attribué aux $\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3$ [4].

II-2 caractérisation par Le microscope électronique à balayage MEB:

Les images MEB figure «2,3 » montre une distribution hétérogène de matériaux soit FePO ou FeAgPO .

La comparaison entre les images de deux matériaux montre que l'ajout de précurseur métallique d'argent a complètement changé la structure de matériau de départ.

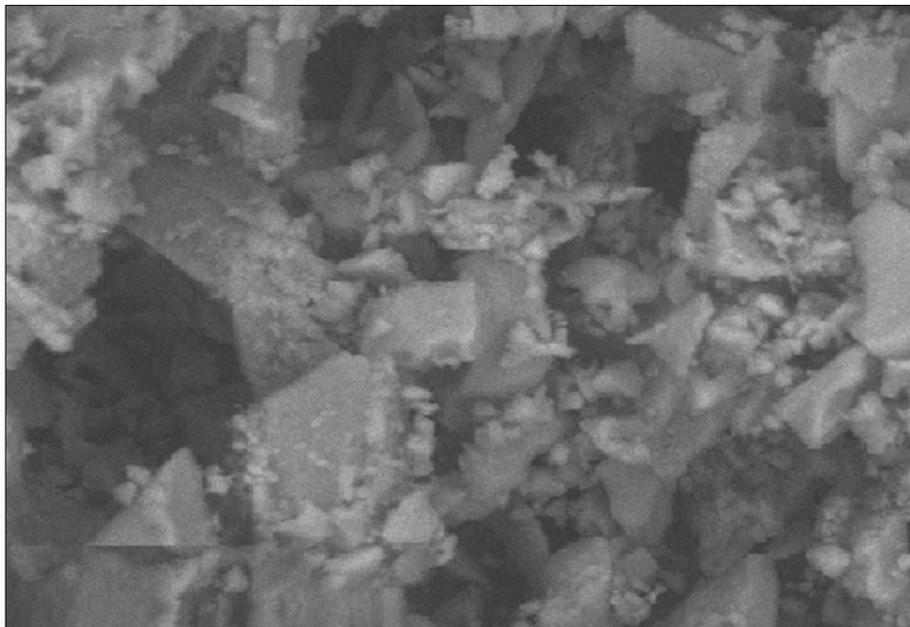


Figure 2 . Image MEB de FePO à 50 um.

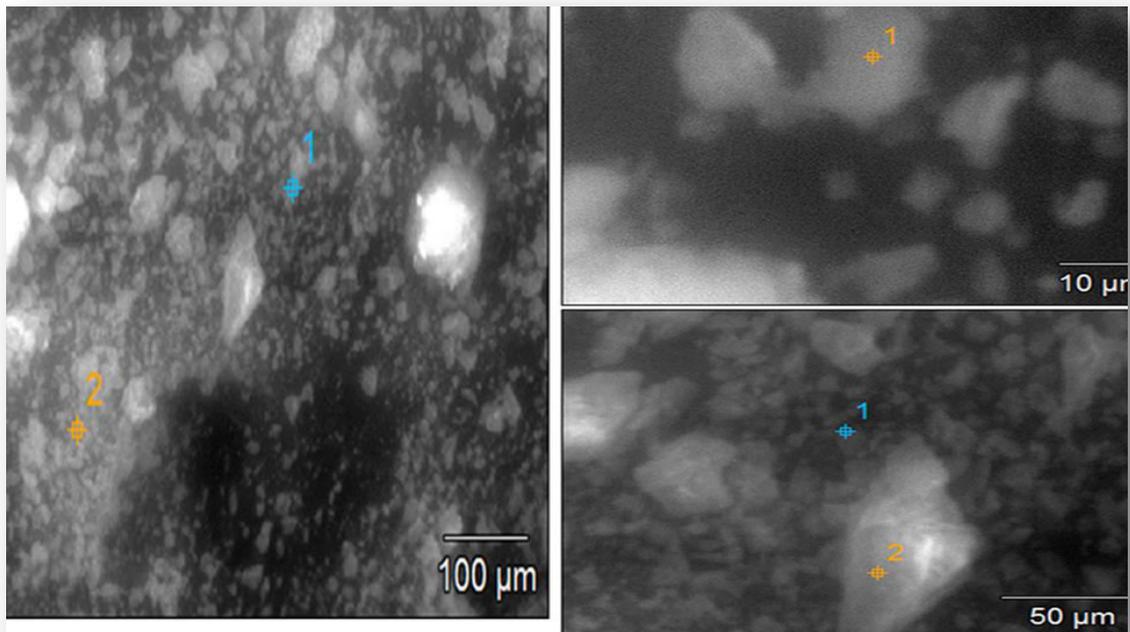


Figure 3 . Image MEB de FeAgPO .

II-3 caractérisation par Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie EDS :

La caractérisation par EDS « 4 » montre la présence de fer, phosphate et l'argent.

Ce résultat montre qu'on a introduit l'argent dans le FePO .

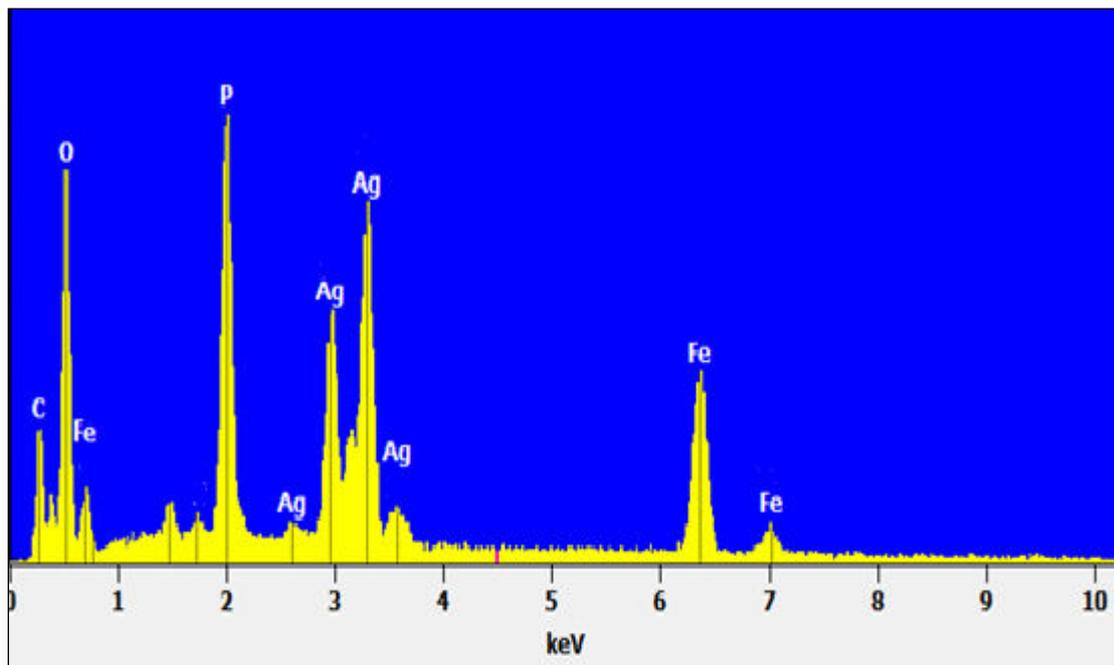


Figure 4. Spectre EDS de FeAgPO .

II-4 caractérisation par Infrarouge IR :

La figure « 5 » montre le spectre infrarouge de FeAgPO , on remarque la présence des bandes d'absorbance 520 et 1010 cm^{-1} qui sont attribués aux liaisons Fe-O.

Les autres bandes d'absorbance caractérisent la présence de liaisons O-H ^[5].

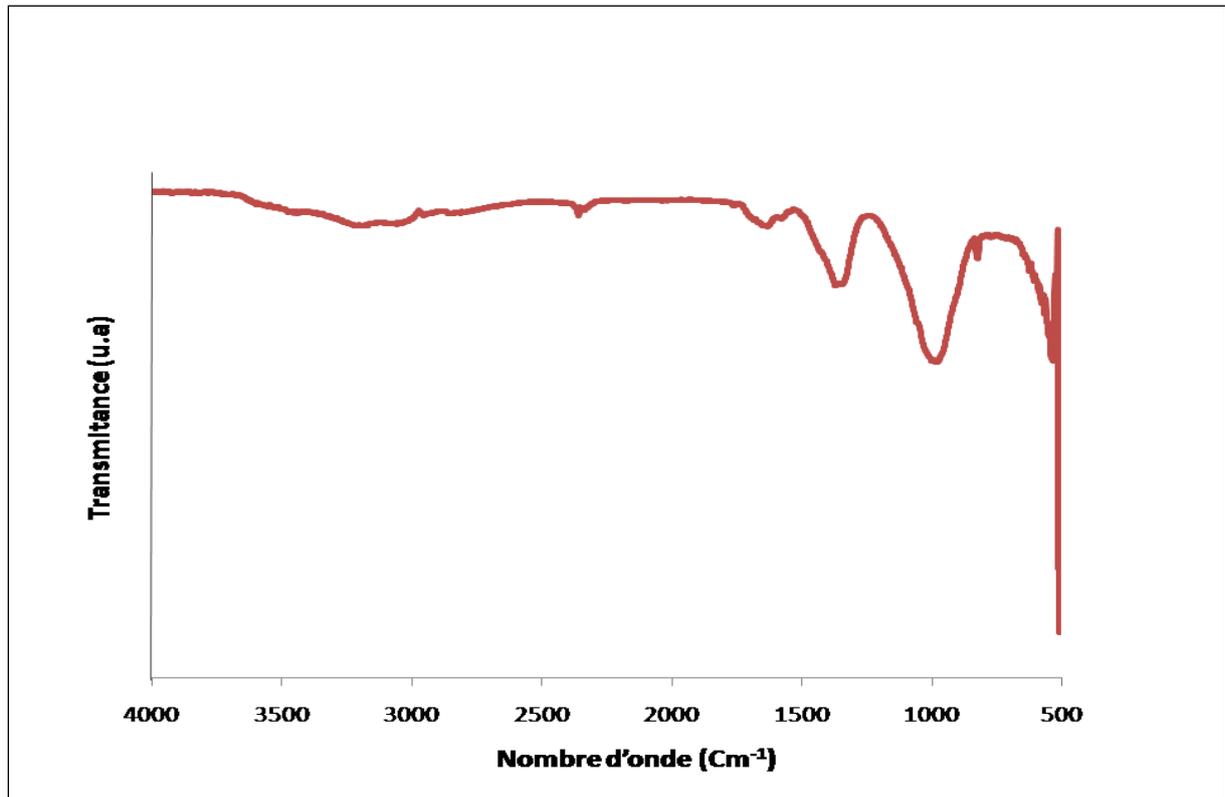


Figure 5. Spectre Infrarouge de FeAgPo .

III-Adsorption de BM :

III-1 choix de matériaux :

Les différents matériaux préparés FeCuPO , FeAgPO , et FeNiPO ont été utilisés dans l'adsorption de BM.

La figure « 6 » montre les absorbances correspondantes à chaque solution, le temps d'adsorption est de 2h pour tous les échantillons avec la même concentration initiale de solution de BM 20mg/L.

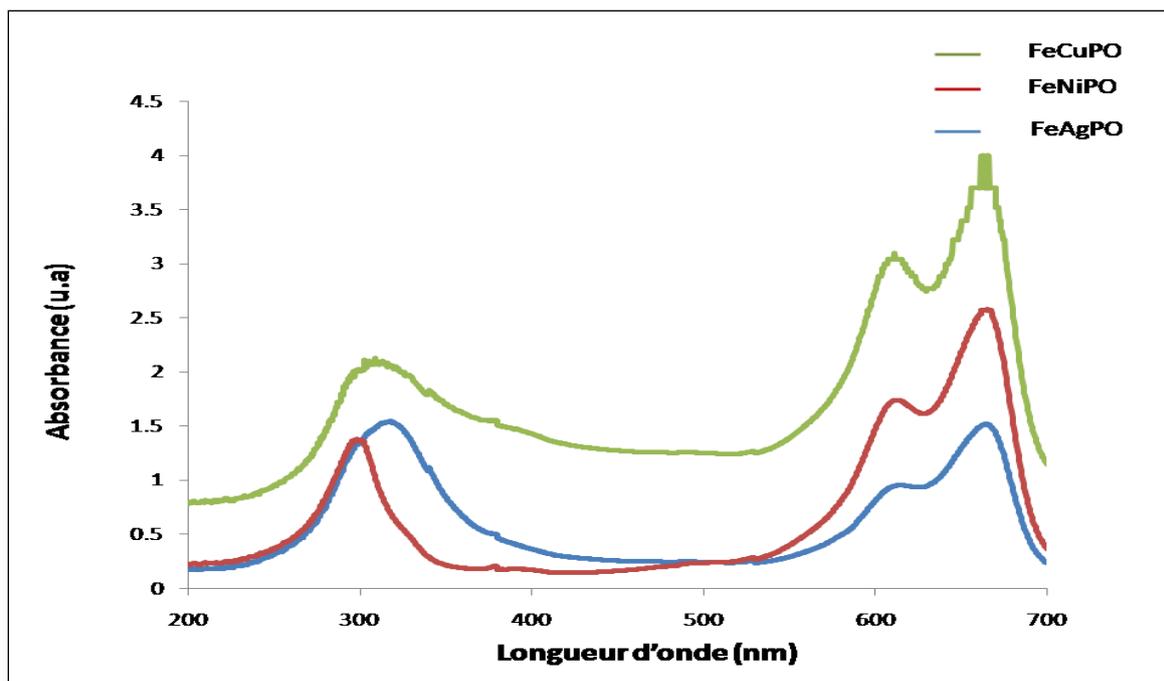


Figure 6. Choix de matériau dans l'adsorption de MB.

On remarque que l'absorbance la plus petite correspond au matériau FeAgPO qui est égale à 1,51, et les FeNiPO et FeCuPO donnent des absorbances élevées égales à 2,58 et 2,7 respectivement.

Pour calculer le pourcentage d'adsorption de FeAgPO, on utilise la formule suivante :

$$P = 100 * (A_0 - A) / A_0$$

Sachant que A_0 présente la concentration de solution de BM initiale avant l'adsorption qui est égale à 2,4559.

Tableau 1: Absorbance de différentes solutions de BM.

L'absorbant	Absorbance (u.a)	Pourcentage d'adsorption (%)
FeCuPO	2,700	/
FeNiPO	2,5850	/
FeAgPO	1,5185	38,169

D'après le tableau, on peut dire que le meilleur adsorbant est le FeAgPO devant les autres matériaux. Pour améliorer le pourcentage d'adsorption, on a étudié les effets influençant l'adsorption de BM avec le même adsorbant (FeAgPO).

III-2 Les facteurs qui influent sur l'adsorption de BM :

a-effet de temps de contact :

Le FeAgPO avec une masse de 20 mg est utilisé comme adsorbant dans l'adsorption de 10 mL de BM (20mg/L) à une température ambiante pendant 2h, 3h, et 4h, les résultats obtenus sont présentés dans la figure 7.

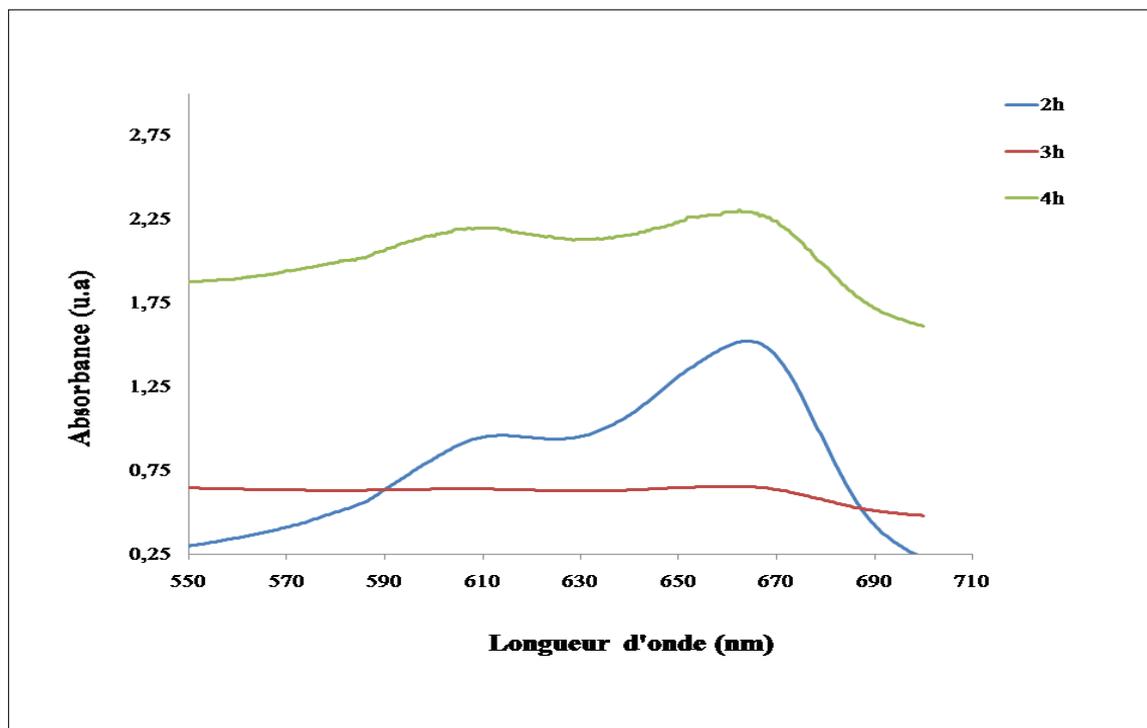


Figure 7. Effet de temps de contact de FeAgPO avec BM.

D'après la figure précédente, on remarque que l'absorbance de BM au bout de 2h est plus intéressante qu'à 3h et la plus grande absorbance a été à 4h.

On constate que l'augmentation de temps de contact de matériau avec la solution de BM peut provoquer une bonne adsorption ou l'opération contraire (la désorption).

Le tableau « 2 » Montre le pourcentage d'adsorption de BM à 2, 3 et 4h. On a une bonne adsorption à 3h avec une adsorption de 73,41% en BM initial.

Tableau 2: Effet de temps sur l'adsorption de BM par FeAgPO .

<i>Temps de contact</i>	<i>Absorbance (u .a)</i>	<i>Pourcentage d'adsorption (%)</i>
2h	1,5185	38,169
3h	0,6530	73,410
4h	2,3000	6,340

A 4h l'adsorption de BM diminue d'une manière remarquable, ceci explique la désorption de BM après le temps nécessaire de l'adsorption.^[6]

b-Effet de température :

On a étudié l'adsorption de BM (20 mg/L) avec 20 mg de FeAgPO à différentes températures ; ambiante, 30 °C, 50°C, 70°C les résultats sont regroupés dans le tableau 3.

Tableau 3: Effet de température.

<i>Température (°C)</i>	<i>Temps (min)</i>	<i>Absorbance (u.a)</i>	<i>Pourcentage d'adsorption (%)</i>
Ambiante	180	0,6538	70,41
30	180	0,7778	68,60
50	60	0,6901	71,90
70	45	0,4921	80,00

On remarque que l'adsorption de BM augmente avec l'augmentation de température, tel que le pourcentage d'adsorption est de 70,41 et 80 à l'ambiante et 70°C respectivement cela est due à l'activation des sites d'adsorption d'adsorbant^[7].

On remarque aussi qu'on a réduit le temps avec l'élévation de température à 70°C. Donc on peut adsorber le maximum de BM (80°C) à 70°C pendant 45 min.

En effet, ces études ont montré qu'une augmentation de la température peut entraîner soit une augmentation soit une diminution de la quantité adsorbée Lorsque l'adsorption est exothermique, la quantité adsorbée diminue quand la température augmente. Au contraire, quand la quantité adsorbée augmente avec la température, l'adsorption est endothermique « l'augmentation de la température favorise les processus de chimisorption alors que son abaissement favorise l'adsorption physique ».^[8]

c-effet de PH :

On a étudié l'effet de PH sur la même solution, on a ajusté le PH par des solutions de NaOH (1M) et HCl (1M), les résultats obtenus sont présente dans le tableau 4.

Tableau 4: effet de PH sur l'adsorption.

PH	Pourcentage d'adsorption (%)
2	73
4	63
6	64,6
9	60,7

On remarque que l'augmentation de PH diminue le pourcentage d'adsorption, ce qui montre que dans un milieu basique l'adsorption de BM diminue.

D'une façon générale, lorsque le pH augmente, les cations sont moins solubles et les anions sont plus solubles. De plus, l'augmentation de pH induit souvent la formation d'espèces précipitées qui peuvent limiter la solubilité et la biodisponibilité de toutes les espèces ioniques. Cependant, elle entraîne également la dissolution de matières organiques et la formation consécutive de complexes organométalliques plus solubles.^[9]

III-Conclusion :

Cette étude présente l'adsorption du colorant bleu de méthylène sur le matériau FeAgPO .

Les résultats expérimentaux montrent que le processus d'adsorption dépend du pH de la solution, temps de contact, température.

L'augmentation de PH diminue le pourcentage d'adsorption.

La quantité de colorant adsorbée de BM au bout de 2h est plus intéressante qu'à 3h et 4h cela explique la désorption de BM sur la surface de FeAgPO.

Le processus d'adsorption est très rapide, On remarque aussi qu'on a réduit le temps avec l'élévation de température à 70°C. Donc on peut adsorber le maximum de BM (80°C) à 70°C pendant 45 min.

IV-Référence :

- [1] a) B. Lv, Y. Xu, D. Wu and Y. Sun, *CrystEngComm* **2011**, *13*, 7293-7298; b) S. G. Hosseini, R. Ahmadi, A. Ghavi and A. Kashi, *Powder Technology* **2015**, *278*, 316-322; c) Y. Yuan, W. Jiang, Y. Wang, P. Shen, F. Li, P. Li, F. Zhao and H. Gao, *Applied Surface Science* **2014**, **303**, 354-359.
- [2] F. Movahedi, H. Masrouri and M. Kassaei, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* **2014**, **395**, 52-57.
- [3] G.-P. Yong, D. Tian, H.-W. Tong and S.-M. Liu, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* **2010**, **323**, 40-44.
- [4] X. Zheng, Y. Zhang, T. Cheng, M. Zhao, H. Kong and Z. Jin, *International journal of environmental science and technology* **2016**, **13**, 2091-2096.
- [5] M. Mohammadikish, *Ceramics International* **2014**, **40**, 1351-1358.
- [6] G. Qiu, H. Huang, H. Genuino, N. Opembe, L. Stafford, S. Dharmarathna and S. L. Suib, *The Journal of Physical Chemistry C* **2011**, **115**, 19626-19631.
- [7] G. Tang, S. Tian, Z. Zhou, Y. Wen, A. Pang, Y. Zhang, D. Zeng, H. Li, B. Shan and C. Xie, *The Journal of Physical Chemistry C* **2014**, **118**, 11833-11841.
- [8] S. Akazdam, M. Chafi, W. Yassine and B. Gourich, **2017**.
- [9] M. El Haddad, R. Mamouni, N. Saffaj and S. Lazar, *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences* **2012**, **12**, 48-54.

Conclusion

Générale



Conclusion générale

Conclusion générale :

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés à l'étude d'élimination du colorant cationique le bleu de méthylène sur les matériaux phosphate FeMetalPO en milieu aqueux par procédé d'adsorption.

Nous avons réalisé une étude sur quelques paramètres qui influent sur le phénomène d'adsorption en examinant ; en particulier, la température, le temps de contact adsorbant-adsorbé et le pH la solution.

L'effet de la température sur l'adsorption du colorant BM a été également étudié et les paramètres thermodynamiques ont été déterminés.

- Les paramètres thermodynamiques obtenus indiquent que l'adsorption du colorant bleu de méthylène sur les matériaux phosphate est un processus spontané.
- Le pH influence la capacité d'adsorption de BM. En effet, avec une augmentation du pH l'adsorption diminue dans le cas d'utilisation de FeAgPO.

Les résultats obtenus dans cette partie, ont montré que le Bleu de méthylène présente une meilleure affinité.

Les caractérisations de FeAgPO montrent que ce matériau a une nouvelle structure qui n'est pas présentée dans la bibliographie.

Les différents résultats obtenus sont prometteurs et encourageants pour envisager une étude plus complète dans l'objectif de montrer que l'adsorbant choisi (FeAgPO) pour cette étude est efficace.

Résumé : Dans ce travail, nous étudions l'élimination de colorant du bleu de méthylène (BM) en solution par l'adsorption sur les matériaux phosphate FeMetalPO en milieu aqueux.

Le FeAgPO est le matériau qui absorbe plus le BM, pour connaître leur nature et leur caractéristique, on a passé par différents caractérisations : La DRX, MEB, EDS, IR, UV/visible .

Une série d'expériences a été ensuite réalisée afin d'étudier l'influence sur la capacité d'adsorption de certains paramètres tels que: la température, le temps de contact adsorbant-adsorbat et le pH la solution. Les résultats expérimentaux montrent que :

- L'augmentation de PH diminue le pourcentage d'adsorption.
- La quantité de colorant adsorbée de BM au bout de 2h est plus intéressante qu'à 3h et 4h cela explique la désorption de BM sur la surface de FeAgPO.
- Le processus d'adsorption est très rapide, On remarque aussi qu'on a réduit le temps avec l'élévation de température à 70°C. Donc on peut adsorber le maximum de BM (80°C) à 70°C pendant 45 min.

Les différents résultats obtenus sont prometteurs et encourageant pour envisager une étude plus complète dans l'objectif de montrer que l'adsorbant choisi (FeAgPO) pour cette étude est efficace.

Mots clés: bleu de méthylène , caractérisations , adsorbant-adsorbat , adsorption ,colorants ,température, la désorption , bleu de méthylène (BM) , PH , FeAgPO .

ABSTRACT: In this work, we study the elimination of methylene blue (BM) dye in solution by adsorption on FeMetalPO phosphate materials in an aqueous medium.

FeAgPO is the material that absorbs more BM, to know their nature and their characteristic, we went through different characterizations: DRX, MEB, EDS, IR, UV / visible.

A series of experiments was then carried out in order to study the influence on the adsorption capacity of certain parameters such as: the temperature, the adsorbent-adsorbate contact time and the pH solution. The experimental results show that:

- Increasing PH decreases the adsorption percentage .
- The amount of adsorbed dye BM after 2 hours is more interesting than 3h and 4h that explains the desorption of BM on the FeAgPO surface.
- The adsorption process is very fast, we also note that we reduced the time with the temperature rise to 70 ° C.→ Therefore, the maximum BM (80 ° C) can be adsorbed at 70 ° C for 45 min.

The various results obtained are promising and encouraging to consider a more complete study in order to show that the chosen adsorbent (FeAgPO) for this study is effective.

Key words: methylene blue, characterizations, adsorbent-adsorbate, adsorption, dyes, temperature, desorption, methylene blue (BM), PH, FeAgPO.

ملخص :

في هذا العمل ، ندرس التخلص من صبغة الميثيلين الأزرق (BM) في المحلول عن طريق الامتصاص على مواد فوسفات FeMetalPO في وسط مائي.

FeAgPO هي المادة التي تمتص BM أكثر ، لمعرفة طبيعتها وخصائصها ، لقد مررنا بتفاصيل مختلفة : DRX ، MEB ، EDS ، الأشعة تحت الحمراء ، الأشعة فوق البنفسجية / مرئية.

تم إجراء سلسلة من التجارب من أجل دراسة التأثير على قدرة الامتصاص لعوامل معينة مثل: درجة الحرارة ، زمن التلامس الممتص والحلول الأس الهيدروجينية. تظهر النتائج التجريبية ما يلي:

- زيادة PH تقلل من نسبة الامتصاص.
- تعتبر كمية الصبغة الممتصة BM بعد ساعتين أكثر إثارة من 3 ساعات و 4 ساعات ، وهذا يفسر امتصاص BM على سطح FeAgPO.
- عملية الامتصاص سريعة جدا ، ونحن نلاحظ أيضا أننا خفضنا الوقت مع ارتفاع درجة الحرارة إلى 70 درجة مئوية. لذلك ، يمكن امتصاص أقصى BM (80 درجة مئوية) عند 70 درجة مئوية لمدة 45 دقيقة.

النتائج المختلفة التي تم الحصول عليها واعدة ومشجعة للنظر في دراسة أكثر اكتمالا من أجل إظهار أن الممتصات المختارة (FeAgPO) لهذه الدراسة فعالة.

الكلمات المفتاحية: الأزرق الميثيلي ، التوصيفات ، الممتص-الامتصاص ، والأصبغ ، ودرجة الحرارة ، والأزرق الميثيلين (BM) ، PH ،

FeAgPO