



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun–Tiaret

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences de la Nature et de la Vie

Spécialité : biotechnologie microbienne

Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Présenté par :

DJENAOUI TORKIA

CHAMEKH ZEMZEM EI GHALIA

GHASSOUL KHALIDA

Thème

La décoloration d'une eau contaminée au bleu de méthylène par fixation sur un adsorbant

Président: Mettai kamel

Encadreur: kadi Samir.

Examineur: Fetouhi Bekhaled

Année universitaire : 2020 -2021

Remerciements

Tout d'abord Nous remercions Allah le tout puissant de nous avoir guidé vers le chemin du savoir et de nous avoir donné de la santé, la volonté, la force et de la patience durant toute ces années pour accomplir ce travail. Nous voudrions adresser nos plus sincères remerciement à Monsieur «KADI SAMIR» enseignant à l'université Ibn Khaldoun Tiaret pour sa confiance, sa patience, son entière disponibilité, ses conseils, ses orientations, ses encouragements incessants et de tous les efforts qu'il a fourni pour mener à bien ce mémoire» pour la qualité de son encadrement, ses compétences scientifiques qui nous a permis d'élargir nos connaissances et s'enrichir d'avantage, pour sa gentillesse et pour sa collaboration.

Nos remerciements à Mr METTAI KAMEL pour nos avoir fait l'honneur de présider le jury de cette mémoire.

Nous adressons nos vifs remerciements à Monsieur FETOUHI BEKHALED de nous avoir fait l'honneur de juger ce travail.

Et le grand merci pour monsieur ALINEHARI ABDELKADER, responsable du master biotechnologie microbienne, pour son aide et tous les efforts qu'il a fourni.

Nous tenons également à remercier tous les étudiants de notre promotion (2020-2021)

Un grand merci à tous nos enseignants de la faculté des sciences de la nature et de la vie et particulièrement nos enseignants de spécialité biotechnologie microbienne.

Nos remerciements vont également à tous les techniciens des laboratoires pédagogiques et surtout laboratoire d'écologie animale pour leurs aides

Nous tenons surtout à remercier nos parents pour leurs encouragements leurs soutiens inconditionnel et leurs immenses aides qu'ils nos fournis pour en arriver jusqu'à ici. Pour finir nous voudrions remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

*A la mémoire de **mon cher père***

*A **ma très chère mère***

*Les mots sont faibles pour exprimer la force de mes sentiments
et la reconnaissance que je vous porte.*

*A mes très chers frères **ELHADJ** et **TAYEB** et **AYOUB***

Merci pour tous ce que vous avais faits pour moi

*A ma très chère sœur **IMANE** que le bon dieu vous protège*

Qui m'a toujours soutenu

*A mes collègues **ZEMZEM** et **TORKIA** et leurs familles*

A tous mes cousins

*A mes chère copines **AICHA**, **IMANE**, **MANEL**, **MONA***

A tous ceux qui sont dans mes pensées et que je n'ai pas cités

KHALIDA

Dédicaces

A mes cher parents

Merci pour votre aide, votre patience qui m'a poussé vers le succès. Vous êtes les personnes les plus importantes dans ma vie. Je tien a vous dédier ce modeste travail.

A mes frères :ISMAIL ,TAYEB.

A ma sœur :ZAINAB.

Meilleurs vœux de succès dans vos études

*A mes chers amies :AICHA, MONA, IMANE,
MANEL,WAHIBA.*

A mes collègues ZEMZEM,KHALIDA et à leurs familles

TORKIA

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

-Mes chers parents qui m'ont toujours soutenu durant mes études par leur indéfectible amour, l'éducation qu'ils ont sue me donner et qui m'a permis avec l'aide de DIEU d'arriver là où je suis.

*-Mes formidables frères **Chamseddine, Belkacem et Ayoub** qui m'ont gâté, compris et aimé.*

*-Mes meilleures amies **Aicha, Imane, Mona et Manel** avec lesquelles j'ai partagé toutes mes années d'étude. Je leurs souhaite de la réussite et une belle vie.*

*-A mes collègues **KHALIDA ,TORKIA** et à leurs familles.*

*-A Toute ma promotion de **2020-2021**, avec lesquels j'ai vécu des bons moments.*

ZEMZEM

Sommaire :

Remerciement

Dédicace

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Listes des figures

Introduction .

Chapitre I : Techniques expérimentales de synthèse et caractérisations.....2

I.1. Objectif de travail..... 2

I.2. Date et lieu de travail.....2

I.3. Produits et Matériels utilisés..... 2

I.3.1. Produits chimiques..... 2

I.3.2. Matériels utilisé 2

I.4. Préparation du poly 4-hydroxybenzoïque acide..... 3

I.5. Techniques d'analyses et de caractérisation..... 5

I.5.1. Spectroscopie UV-Visible..... 5

I.5.1.1. Principe de la méthode 5

I.5.2. Spectrophotométrie Infrarouge a Transforme de Fourier..... 5

I.5.2.1. Le principe de la méthode..... 5

I.5.3. La Spectroscopie de la Résonance Magnétique Nucléaire « RMN »6

I.6 Etude d'Adsorption 6

I.6.1. Courbe d'étalonnage 7

I.6.2. Les paramètres influencent sur l'adsorption..... 7

I.6.2.1. Effet de pH..... 7

I.6.2.2. Temps de contact. 7

I.6.2.3. Effet de la concentration initiale et la température..... 7

I.7. Etude cinétique 8

I.7.1 Modèle du pseudo-premier ordre 8

I.7.2. Modèle du pseudo-deuxième ordre..... 8

I.6.3. Modèle de la diffusion intra particule.....	9
I.8. Isothermes d'adsorption.....	9
I.8.1.1 Modèles d'isothermes linéaires.....	10
a- Isotherme de Langmuir.....	10
b- Isotherme de Freundlich.....	10
I.8.1.2. Modèles d'isothermes non linéaires	11
Chapitre II : Résultats et discussions.....	13
II.1. Généralités	13
II.2.1. Caractérisation du poly para-hydroxybenzoïque acide (PPHBA).....	13
II.2.1.1. L'analyse RMN de ¹ H.....	13
II.2.1. 2. L'analyse RMN de ¹³ C.....	14
II.2.1.3. Spectroscopie IR du poly p-hydroxybenzoïque acide.....	15
II.3 Adsorption du bleu de méthylène par le PHBA.....	16
II.3.1. Courbe d'étalonnage	16
II.3.2. L'effet de pH	17
II.3. 3. L'effet de temps de contact	18
II.4. Cinétique d'adsorption	18
II.4.1. Modèle de pseudo 1 ^{er} ordre	18
II.4.2. Modèle de pseudo 2 ^{enc} ordre	19
II.4.3. Modèle Diffusion intra particulaire	20
II.5. L'effet de concentration et de température sur l'adsorption de BM	21
II.5.1. Description des isothermes d'adsorption	22
II.5.1.1. Modèle de Langmuir	22
II.5.1.2. Modèle de Freundlich	23
II.5.1.3. Modèle de Sips	23
Conclusion .	
Référence.	
Résumé.	

Liste des abréviations :

- BM : bleu de méthylène.
- C_0 : concentration initiale (mg/L)
- C_e : concentration à l'équilibre (mg/L)
- CH₃OH: METHANOL.
- DMSO : diméthyl sulfoxyde.
- ERM% : Erreur relative moyenne.
- FTIR : Spectroscopie infrarouge transformée de fourrier.
- HCHO : Formaldéhyde.
- IR : Infra rouge

- k_1 : Constante de vitesse de pseudo-premier ordre
- K_2 : Constante de vitesse de pseudo- second ordre
- K_L : Constante de Langmuir
- K_F : Constante de Freundlich.
- K_s : Constante de Sips

- K_{id} : Constante de vitesse de diffusion intra-particulaire
- L : Langmuir
- MEB : Microscopie électronique à balayage
- pH : Potentiel Hydrogène.
- PHBA: para hydroxybenzoïque acide formaldéhyde
- p-PHBA : poly -para hydroxybenzoïque acide formaldéhyde.
- Q_e : Quantité adsorbée à l'équilibre
- Q_m : Quantité adsorbée à saturation
- Q_t : Quantité adsorbée au temps t
- Q_{cal} : quantité adsorbées calculée
- Q_{exp} : quantité adsorbée expérimentale

- RL : Facteur de séparation sans dimension

- RMN : la Résonance Magnétique Nucléaire.
- UV : Ultra-violet.
- λ : Longueur d'onde de la radiation utilisée.

Liste des Tableaux

Tableau I.1 : Liste des produits employés au cours de cette étude.....	2
Tableau II.1 : Attribution et déplacement chimique des différents protons présents dans le p-PHBA solution dans DMSO.....	14
Tableau II.2: Déplacement chimique des différents carbones présents dans p-PHBA.....	15
Tableau II.3 : Paramètres cinétique de modèle de pseudo 1 ^{er} ordre.....	19
Tableau II.4: Paramètres cinétique de modèle de pseudo 2 ^{ene} ordre.....	19
Tableau II.5: Paramètres cinétique de modèle de diffusion inter particulaire..	20
Tableau II.6 : Paramètres de linéarisation du modèle de Langmuir par p-PHBA..... ;.....	22
Tableau II.7 : Paramètres de linéarisation du modèle de Freundlich par p-PHBA.....	23
Tableau II.8 : Paramètres du modèle de Sips.....	23

Liste des Figures

Figure I.1 : Organigramme représentative de la synthèse du polymère.....	4
Figure I.2 : Schéma du principe de la spectroscopie UV-Visible.....	5
Figure II.1: Spectre RMN ^1H du poly para Hydroxybenzoïque acide.....	13
Figure II.2: Spectre RMN ^{13}C du poly para Hydroxybenzoïque acide.....	14
Figure II.3: Le spectre IR du poly p-hydroxybenzoïque acide.....	16
Figure II.4: Courbe d'étalonnage du bleu de méthylène.....	17
FigureII.5 : Etude de l'effet de pH sur l'adsorption du bleu de méthylène par le p-PHBA.....	17
FigureII.6 : Etude de l'effet du temps de contact sur l'adsorption du bleu de méthylène par le p-PHBA.....	18
FigureII.7 : Application du modèle de pseudo premier ordre sur l'adsorption du bleu de méthylène par le p-PHBA.....	19
Figure II.8 : Application du modèle de pseudo second ordre lors l'adsorption du bleu de méthylène par le p-PHBA.....	20
Figure II.9: Application du modèle de diffusion intra particulaire lors l'adsorption du bleu de méthylène par le p-PHBA.....	21
Figure II.10 : l'effet de concentration et la température sur l'adsorption de BM par p-PHBA.....	21
Figure II.11 : Isothermes du modèle de Sips appliqué à p-PHBA lors de l'adsorption de BM : Expérimentale, calculé.....	24

Introduction

La pollution est l'un des problèmes les plus urgents aujourd'hui. En effet, la croissance démographique et le développement technologique et industriel ont accentué ce problème en menaçant la survie des micro-organismes et les équilibres écologiques [1-2]. La contamination de l'eau par des composés inorganiques et organiques a des effets néfastes sur l'homme [3].

Parmi ces composés organiques toxiques et dangereux, on distingue les colorants. Ceux-ci sont largement utilisés dans de nombreuses industries telles que les textiles, le papier, le cuir, le caoutchouc, les plastiques, l'impression, les produits pharmaceutiques et l'alimentation. La majorité de ces colorants sont synthétiques et possèdent des noyaux aromatiques complexes, ce qui les rend plus stables et non biodégradables [4].

Plusieurs méthodes ont été développées pour le traitement des eaux usées, notamment la filtration membranaire, la coagulation, l'oxydation, la précipitation, la filtration et l'adsorption [5, 6]. Cette dernière s'avère être le plus approprié ; cela est dû à son efficacité et à sa facilité de mise en œuvre [7-8], parmi ces adsorbants, on peut citer les polymères.

L'objectif principal de ce travail est la synthèse et l'application du para-hydroxy benzoïque acide comme support adsorbant d'un colorant cationique largement utilisés dans l'industrie textile qui est le bleu de méthylène. Le poly para-hydroxy benzoïque acide a été caractérisé par différentes techniques: diffraction des rayons X (XRD), l'analyse FTIR, L'adsorption a été étudiée par le biais de l'optimisation de certains paramètres tels que les effets du pH, du temps de contact, de la concentration initiale et de la température. Notre travail se subdivise en deux chapitres. Le premier chapitre est consacré aux matériels et méthodes utilisés. Il présente les procédés de synthèse du para-hydroxy benzoïque acide et les techniques utilisées pour caractériser nos matériaux. Le deuxième chapitre regroupe l'ensemble des résultats obtenus et leur discussion.

Partie
expérimentale

Chapitre I : Techniques expérimentales de synthèse et caractérisations

Ce chapitre décrit le protocole de synthèse du poly para-hydroxy benzoïque acide ainsi les différentes techniques de caractérisation de ces polymères ainsi les méthodes expérimentales utilisées pour l'adsorption du bleu de méthylène (BM).

I.1. Objectif de travail

L'objectif de cette étude est de synthétiser et d'appliquer un polymère, à partir du monomère para-hydroxy benzoïque acide et l'utiliser comme adsorbant pour l'élimination d'un polluant organique cationique qui est le bleu de méthylène.

I.2. Date et lieu de travail

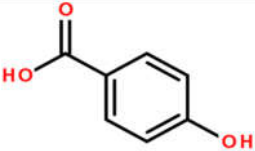
Notre travail a été réalisé au niveau des laboratoires d'écologie animale au niveau de la faculté de science de la nature et de la vie de l'université d'Ibn Khaldoun Tiaret durant la période du 23/05 /2021 au 28/06/2021.

I.3. Produits et Matériels utilisés

I.3.1. Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés au cours de ce travail sont des produits commerciaux disponibles au niveau du laboratoire. Les différents réactifs employés au cours de cette étude sont représentés dans le tableau I.1

Tableau I.1 : Liste des produits employés au cours de cette étude.

Produits	Structure	Pureté	Fournisseurs
Méthanol	CH ₃ OH	99,85%	RIEDET DE HAEN
4-Hydroxy benzoïque acide		99%	PANREAC
Formaldéhyde	HCHO	37%	MERK
Ammoniac	NH ₄ OH	30%	PANREAC

I.3.2. Matériel utilisé :

-Bécher

Chapitre I : Techniques expérimentales de synthèse et caractérisations

- Balance
- Picette
- Agitateur magnétique
- Barreau magnétique
- Spatule
- Seringues
- Eprouvettes graduées
- Cristalliseur
- Verre de montre
- Etuve
- thermocouple
- Ampoule à décanté
- Réfrigérant
- Ballon tricol
- Four
- ph mètre
- Bain marie
- Spectrophotomètre UV

I.4. Préparation du poly 4-hydroxybenzoïque acide

La figure II.2, représente les principales étapes de synthèse du poly 4-hydroxybenzoïque acide. Dans un ballon tricol munit d'un réfrigérant (montage à reflux), on met 0,05 mole de l'acide 4-hydroxybenzoïque, 0,075 mole de formaldéhyde 37% et 10ml d'eau distillée, on laisse le mélange agiter pendant 10mn, à l'aide d'une ampoule à décanté on ajoute 7g d'ammoniac NH_4OH 30%, et on laisse le mélange agité à 90°C pendant 3h

Chapitre I : Techniques expérimentales de synthèse et caractérisations

On obtient un mélange de deux phases ; l'une dense au fond du ballon de couleur jaune, l'autre aqueuse. La résine obtenue est alors lavée à l'eau distillée froide puis une deuxième fois à l'eau distillée chaude. Après séchage à l'air libre, la résine est broyée. Alors on obtient à la fin une poudre jaune qui est le poly -para hydroxybenzoïque acide formaldéhyde [1].

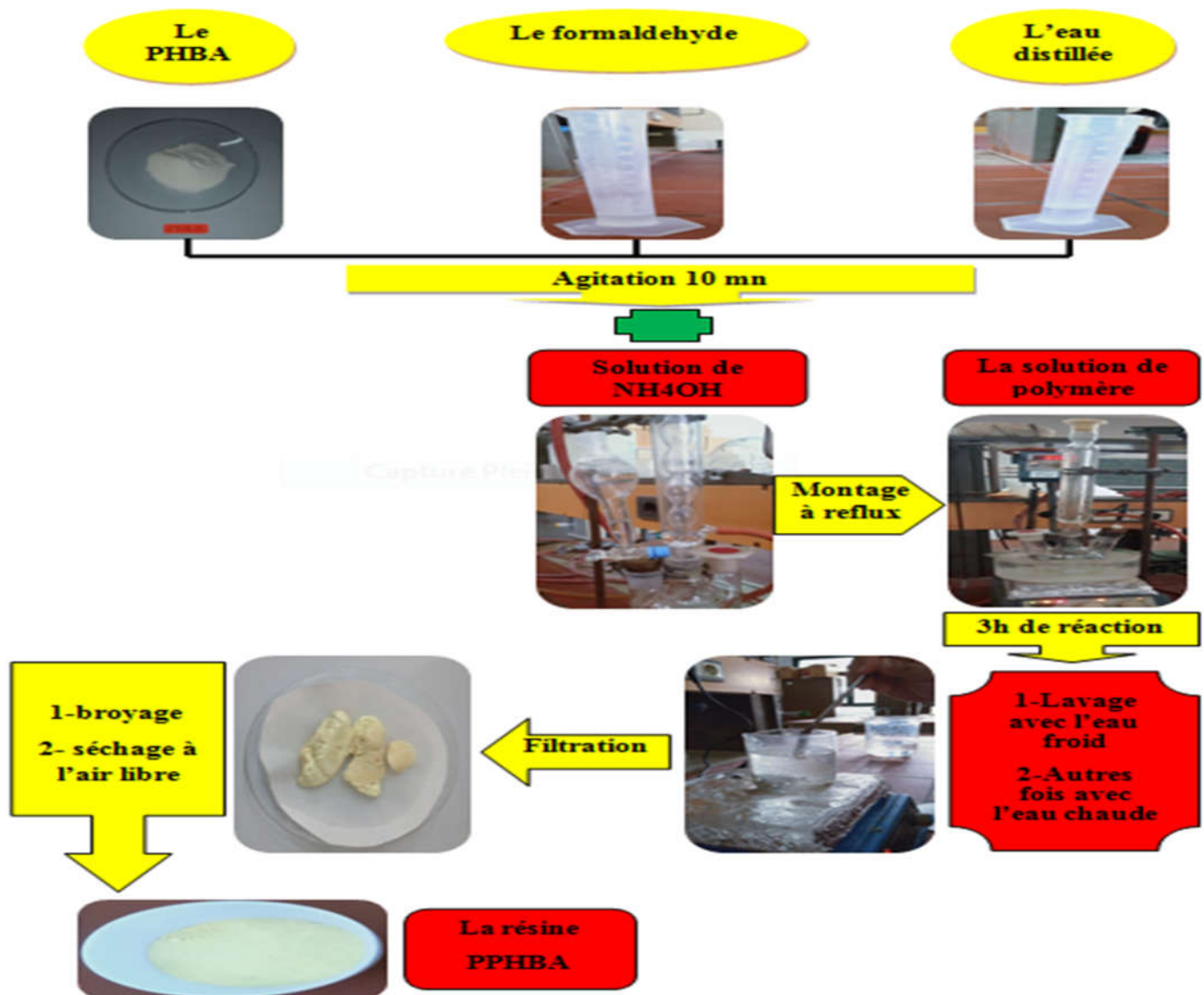


Figure I.1 : Organigramme représentative de la synthèse du polymère

I.5. Techniques d'analyses et de caractérisation

I.5.1. Spectroscopie UV-Visible

La spectroscopie ou spectrométrie ultra-violet est une technique mettant en jeu les photons dont la longueur d'onde sont le domaine des UV (200-400nm), du visible et jusqu'au proche infrarouge (750-1400nm). Un spectromètre mesure la lumière absorbée par une solution (échantillon) à une longueur d'onde donnée [9].

I.5.1.1. Principe de la méthode :

Dans une molécule, les transitions électroniques UV-visibles mettent en jeu les énergies les plus importantes de la chimie (environ de 13000 à 50000 cm^{-1} soit 160 à $665 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$). L'ordre des grandeurs des énergies mises en jeu est celui des énergies de liaison des molécules et ces rayonnements peuvent parfois provoquer des ruptures de liaisons. Plus généralement, ils provoquent des transitions électroniques entre les différents niveaux d'énergie des molécules [10].

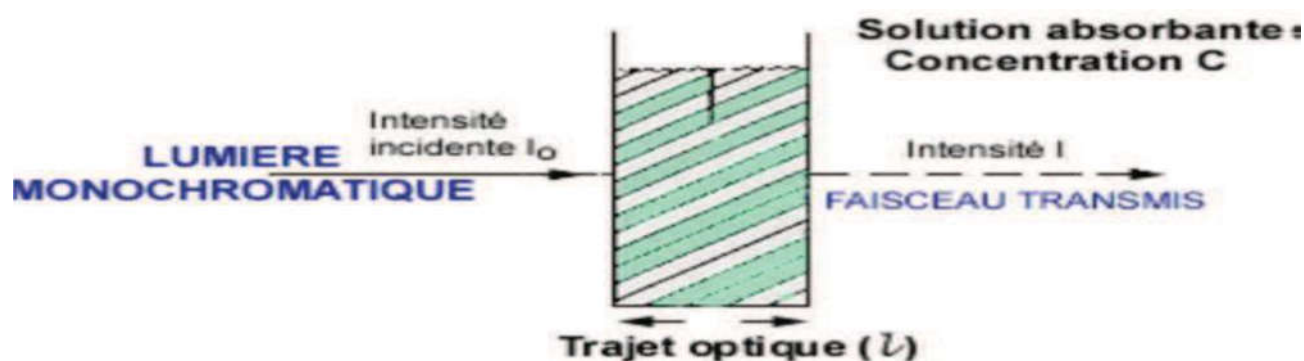


Figure I.2 : Schéma du principe de la spectroscopie UV-Visible

I.5.2. Spectrophotométrie Infrarouge a Transforme de Fourier [11]

La spectrométrie Infrarouge est l'un des outils les plus utilisés pour la caractérisation et l'identification des molécules organiques vu sa sensibilité aux molécules existantes et la rapidité de caractérisation.

I.5.2.1. Principe de la méthode

La spectrométrie Infrarouge est la mesure de la diminution de l'intensité du rayonnement qui traverse un échantillon en fonction de la longueur d'onde, dont le

rayonnement Infrarouge dispose suffisamment d'énergie pour stimuler les vibrations moléculaires à des niveaux d'énergie supérieure. En plus du mouvement de vibration, chaque molécule diatomique possède un mouvement de rotation, d'énergie moindre qui induit l'existence d'une structure fine des transitions.

Les spectres des poudres étudiés représentent soit leurs absorbances, soit leurs transmittances T_r , en fonction du nombre d'onde dans un domaine de 400cm^{-1} à 4000cm^{-1} . La transmittance de chaque échantillon est définie comme étant le rapport entre l'intensité du rayonnement infrarouge ayant traversé l'échantillon I et l'intensité du rayonnement de référence I_0 , ainsi :

$$T_r = I / I_0 \quad (\text{I.1})$$

I.5.3. Spectroscopie de la Résonance Magnétique Nucléaire « RMN » [12]

La Résonance Magnétique Nucléaire "RMN" est une méthode d'analyse spectroscopique de base en chimie. Elle fournit des informations sur l'environnement des noyaux atomiques permettant d'identifier la structure des composés en phase liquide ou solide. Elle est également utilisée pour étudier certaines propriétés physiques des molécules.

La résonance magnétique nucléaire a été découverte simultanément et indépendamment par deux équipes Américaines en 1946. Purcell. E.M a réussi à observer la présence d'une absorption résonante des protons de la paraffine en phase solide, placé dans un champ magnétique statique. D'autre part, Bloch F. a montré l'existence dans une bobine réceptrice, d'une induction nucléaire induite par les protons de l'eau en phase liquide (soumis à un champ magnétique statique et un champ magnétique alternatif de fréquence appropriée).

I.6 Etude d'Adsorption

A la fin de notre étude, nous avons voulu étudier l'élimination du bleu de méthylène, qui est un colorant cationique très utilisé en industrie textile, par les différents matériaux synthétisés. Pour cela, nous avons procédé comme suit :

- En premier lieu, détermination de la courbe d'étalonnage de ce colorant
- En second lieu, optimisation de certains paramètres influençant sur l'adsorption du méthylène par p-PHBA tels que le pH, temps de contact, concentration initiale du BM et la température.

Chapitre I : Techniques expérimentales de synthèse et caractérisations

- En dernier lieu, l'utilisation de certains modèles cinétique (pseudo premier ordre, pseudo second ordre et diffusion intraparticulaire) et des modèles d'adsorption (Langmuir, Freundlich et Sips) pour comprendre le phénomène d'adsorption du bleu de méthylène par le poly 4-hydroxybenzoïque acide .

I.6.1.Courbe d'étalonnage :

Pour tracer la courbe d'étalonnage de BM, on a préparé des solutions de 0,5, 2, 4 et 5 mg/L de ce colorant. On mesure par la suite, la variation de la densité optique en fonction de la concentration de ces solutions et cela 664nm.

I.6.2.Les paramètres influencent sur l'adsorption :

I.6.2.1.Effet de pH :

Le pH est facteur important dans toute étude d'adsorption du fait qu'il peut influencer à la fois la structure de l'adsorbant et l'adsorbat ainsi que le mécanisme d'adsorption. 20mg du poly p-hydroxybenzoïque acide est dispersé dans 20ml de BM de concentration 20mg/l. Le pH a été étudié dans une gamme allant de 2 à 10 et ajusté par l'ajout de gouttes de solutions de HCl(0,1N) ou NaOH (0,1N). Les mélanges ont été ensuite agités pendant 120 min, à température ambiante de 25°C et à une fréquence d'agitation moyenne.

I.6.2.2.Temps de contact :

Des essais d'adsorption ont été réalisés pour différentes temps de contact de 1 min à 2h pour la détermination du temps correspondant à l'équilibre d'adsorption.

Les conditions fixées pour l'étude ce paramètre sont : température ambiante de 25°C, $C_0=20\text{mg/L}$, 20mg p-PHBA, 20ml de BM à pH=7.

I.6.2.3. Effet de la concentration initiale et la température :

L'étude de l'effet de la concentration initiale du BM et la température sur l'adsorption a été réalisée sous les conditions suivantes : 20mg du p-PHBA, 20 ml du BM à des concentrations allant de 10 à 200mg/l, temps de contact 60 min, pH=7 et à des températures de 25°C, 40°C et 55°C,

I.7. Etude cinétique :

I.7.1 Modèle du pseudo-premier ordre [13] :

Il a été supposé que dans ce modèle que la vitesse de sorption à instant t est proportionnelle à la différence entre la quantité adsorbée à l'équilibre, Q_e , et la quantité Q_t adsorbée à cet instant et que l'adsorption est réversible. Autrement dit, la sorption est d'autant plus rapide que le système est loin de l'équilibre. La loi de vitesse s'écrit :

$$dQ_t/dt = K_1(Q_e - Q_t) \dots \dots \dots (I.2).$$

Avec :

Q_e : Quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g).

Q_t : Quantité adsorbée au temps t (mg/g).

K_1 : Constante de vitesse de pseudo-premier ordre (min^{-1}).

t : Temps de contact (min).

La validité de l'équation du Modèle de pseudo premier ordre est testée en traçant $\log(Q_e - Q_t)$ en fonction de t .

$$\text{Log}(Q_e - Q_t) = \log Q_e - (K_1 \cdot t / 2,303) \dots \dots \dots (I.3).$$

I.7.2. Modèle du pseudo-deuxième ordre [14] :

Ce modèle suggère l'existence d'une chimisorption, un échange d'électrons par exemple entre une molécule d'adsorbat et d'adsorbant solide. Il est représenté par la formule suivante :

$$dQ_t/dt = k_2(Q_e - Q_t)^2 \dots \dots \dots (I.4).$$

Q_e et k_2 sont obtenus à partir de la pente et de l'ordonnée à l'origine du tracé linéaire de t/Q_t en fonction de t .

$$t/Q_t = (1/K_2 \cdot Q_e^2) + t/Q_e \dots \dots \dots (I.5).$$

I.6.3. Modèle de la diffusion intra particule [15] :

Le modèle de diffusion intra particule est proposé par Weber et Morris. Il est représenté par l'équation suivante :

$$Q_t = k_{id} \cdot t^{1/2} + l \dots \dots \dots (I.6).$$

Où :

K_{id} : est la constante de vitesse de diffusion intra-particulaire ($\text{mg/g} \cdot \text{min}^{1/2}$).

l : l'épaisseur de la couche limite ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)

I.8. Isothermes d'adsorption :

Les isothermes d'adsorption jouent un rôle important dans la détermination des capacités maximales d'adsorption et dans la conception de nouveaux adsorbants ; il est donc indispensable dans notre étude de les déterminer. L'isotherme d'adsorption est une courbe qui représente la relation entre la quantité adsorbée par unité de masse de solide et la concentration de la phase fluide. On obtient une telle courbe à partir des résultats d'essais de laboratoire effectués à une température constante. Pour ce fait, on introduit des quantités connues de solide dans des volumes de solution à traiter, et après un temps de contact donné, on mesure la concentration résiduelle de la solution.

La quantité de soluté adsorbé est calculée à l'aide de l'équation:

$$Q_e = (C_0 - C_e) \cdot V/m \dots \dots \dots (I.8)$$

Où :

C_0 : concentration initiale de soluté (mg/L)

C_e : concentration de soluté à l'équilibre (mg/L)

Q_e : quantité de soluté adsorbé à l'équilibre par unité de poids de l'adsorbant (mg/g)

m : masse d'adsorbant (g)

V : volume de la solution (L)

I.8.1 Description des Isothermes d'adsorption

I.8.1.1 Modèles d'isothermes linéaires

a-Isotherme de Langmuir

La théorie de Langmuir (1918) a permis l'étude de l'adsorption de molécules de gaz sur des surfaces métalliques. Elle repose sur les hypothèses suivantes [16].

l'adsorption se produit sur des sites localisés d'égale énergie;

l'adsorption se produit en monocouche;

Il n'y a pas d'interaction latérale entre les molécules adsorbées à la surface;

La réaction est réversible (c'est-à-dire qu'il y a équilibre entre l'adsorption et la désorption);

le nombre de sites d'adsorption sur la surface est limité

Dans notre cas d'adsorption en monocouche ; L'isotherme est représentée par l'équation suivante :

$$Q_e/Q_m = K_L C_e / (1 + K_L C_e) \dots \dots \dots (I.9).$$

Avec :

Q_e : Quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g).

Q_m : Quantité adsorbée à saturation (capacité d'une monocouche) (mg/g)

C_e : Concentration à l'équilibre (mg/L).

K_L : constante d'équilibre d'adsorption, dépendant de la température et des conditions expérimentales (L/mg).

Outre ce modèle permet d'identifier le type d'adsorption par le calcul de RL (Facteur de séparation sans dimension).

b- Isotherme de Freundlich :

En 1962, Freundlich a proposé un autre modèle pour décrire l'adsorption en milieu gazeux ou liquide. Ce modèle est représenté par une équation à deux paramètres (K_f et n) et

Chapitre I : Techniques expérimentales de synthèse et caractérisations

consiste en une distribution exponentielle des énergies des sites d'adsorption à la surface du support et se caractérise par une adsorption en sites localisés. Il convient de mentionner aussi, que celui-ci s'applique dans le cas des solutions diluées. Il peut être décrit par l'équation suivante [17] :

$$Q_e = K_F \cdot C_e^{1/n} \dots \dots \dots (I.10).$$

Q_e : Quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g).

C_e : Concentration à l'équilibre (mg/L).

K_F : Constante tenant compte de la capacité d'adsorption (L/g).

n : Constante tenant compte de l'intensité d'adsorption.

I.8.1.2. Modèles d'isothermes non linéaires

a- Isotherme de Sips [18] :

L'isotherme de Sips est une combinaison des isothermes de Langmuir et Freundlich. Elle a l'avantage de réduire l'isotherme de Freundlich aux basses pressions et se rapproche de la capacité à former une monocouche à hautes pressions, similaire à l'isotherme de Langmuir.

Afin de résoudre le problème de l'augmentation continue de la quantité adsorbée avec l'augmentation de la concentration relativement à l'équation de Freundlich, Sips a proposé de modifier de cette équation. Mais il a une limite finie lorsque la concentration est suffisamment élevée. L'équation est la suivante [18] :

$$Q_e = \frac{Q_{max} \cdot K_S \cdot C_e^{1/n}}{1 + K_S \cdot C_e^{1/n}} \dots \dots \dots (I.11).$$

Avec :

K_S : constante tenant compte de la capacité d'adsorption (L/g)

n : constante tenant compte de l'intensité d'adsorption (pour $n=1$ cette équation renvoie au modèle de Langmuir).

Chapitre II

Résultats et discussion

II.1. Généralités :

Ce chapitre est subdivisé en deux parties, la première partie a été consacrée à la présentation des résultats des différentes caractérisations utilisées (RMN de ^1H , RMN de ^{13}C , DRX et FTIR). Dans la seconde partie, on présente tous les résultats issus des essais de l'adsorption du colorant bleu de méthylène (BM) par les différents échantillons

II.2.1. Caractérisation du poly para-hydroxybenzoïque acide

II.2.1.1. L'analyse RMN de ^1H

L'analyse du poly parahydroxybenzoïque acide par RMN d'hydrogène est représentée sur la figure II.1.

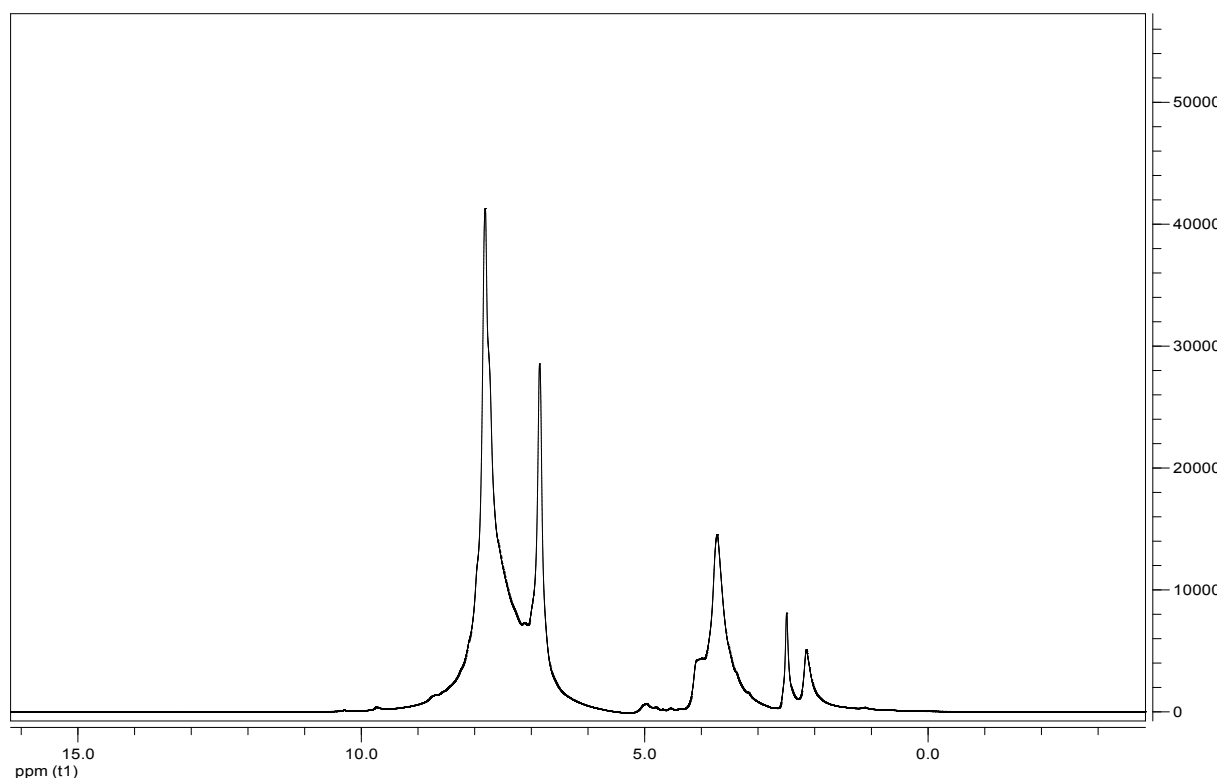
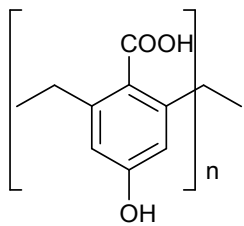


Figure II.1: Spectre RMN ^1H du poly para Hydroxybenzoïque acide.

Le spectre RMN ^1H du poly para hydroxybenzoïque acide formaldéhyde montre l'existence d'un singulier du proton hydroxyde vers $\sigma = 5\text{ppm}$, et pont méthylène vers $\sigma=3,5\text{ppm}$ (tableau II.1).

Tableau II.1 : Attribution et déplacement chimique des différents protons présents dans le poly para Hydroxybenzoïque acide en solution dans DMSO.

Structure	δ (ppm) intensité	Attribution
	3.5 5 6.6- 7.7	Proton du pont méthylène Singulier ; correspond au proton hydroxyde Multiplet correspond au Proton du cycle aromatique

II.2.1. 2. L'analyse RMN de ^{13}C

L'analyse du poly para Hydroxybenzoïque acide formaldéhyde par RMN du carbone 13 est représentée sur la figure II.2

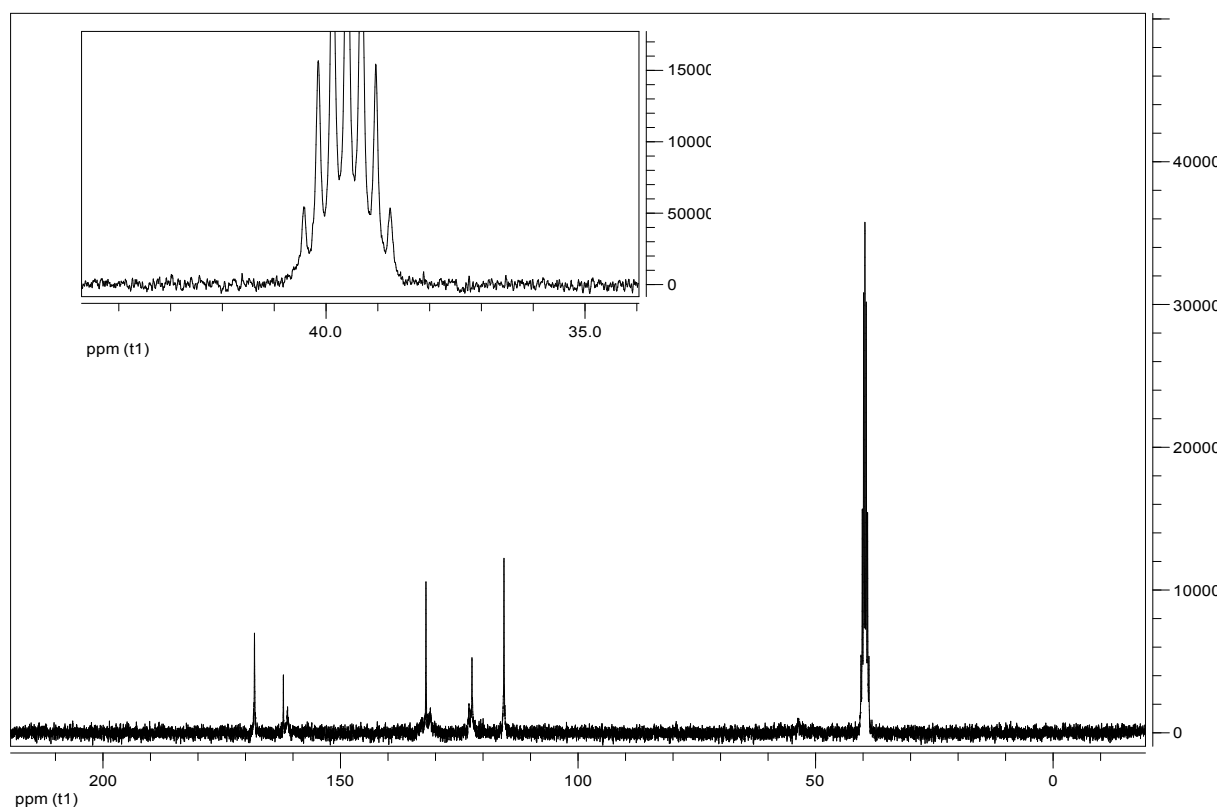
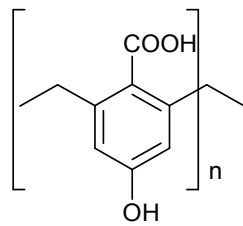


Figure II.2: Spectre RMN ^{13}C du poly para Hydroxybenzoïque acide.

Les résultats de l'RMN ^{13}C du P-hydroxybenzoïque acide formaldéhyde sont établis conformément au tableau II.2.

Tableau II.2: Déplacement chimique des différents carbones présents dans poly para Hydroxybenzoïque acide formaldéhyde.

Structure	δ (ppm)	Attribution
-----------	----------------	-------------

	intensité	
	53	Carbone du pont méthylène
	115.5	Carbone ortho substitué
	121- 123	Carbone para substitué (<u>C</u> –COOH)
	130-132	Carbone meta substitué
	161- 162	Carbone lié au hydroxyde (<u>C</u> –OH)
	168	Carbone de l'acide (<u>C</u> OOH)

La caractérisation de la résine p-PHBA par la spectroscopie (RMN¹H, RMN¹³C) montre les spectres signalent un multiplet poly p-hydroxybenzoïque acide ($\delta = 6,7- 8$ ppm) qui correspond au proton du cycle aromatique. Dans la région de ($\delta = 4- 5$ ppm) on a l'apparition d'un singulier qui correspond au proton d'hydroxyle. Et on a aussi l'existence d'un singulier ; pont méthylène vers $\sigma = 3,4$ ppm. On peut donc dire que l'analyse spectroscopique confirme la structure moléculaire de la résine synthétisée.

II.2.1.3. Spectroscopie IR du poly p-hydroxybenzoïque acide

Le spectre IR du poly p-hydroxybenzoïque acide est présenté sur la figure-II.3. Le spectre IR du PPHBA met en évidence trois bandes dans la région 3700–3550 cm⁻¹. Cette région est particulièrement reliée aux vibrations d'élongation (stretching) des groupements hydroxyles (OH⁻¹) non lié du phénol. Les bandes observées à 2976 et 2909 cm⁻¹ sont attribuées aux vibrations de la liaison CH₂ aliphatique. La bande à 1748 cm⁻¹ est due à la vibration d'élongation aromatique de la liaison C=O. Les bandes comprises entre 1682 et 1503 cm⁻¹, peuvent être attribuées aux vibrations d'élongation aromatique de la liaison C=C. La bande à 1375cm⁻¹ est affectée à la vibration d'élongation de l'acide (C-O). Les bandes 1219 et 1062 cm⁻¹ sont accordés aux vibrations d'élongation de la liaison C-O du phénol. Les bandes comprises entre 893 et 620 cm⁻¹ sont être attribué aux déformations hors plan de la liaison C-H du cycle aromatique.

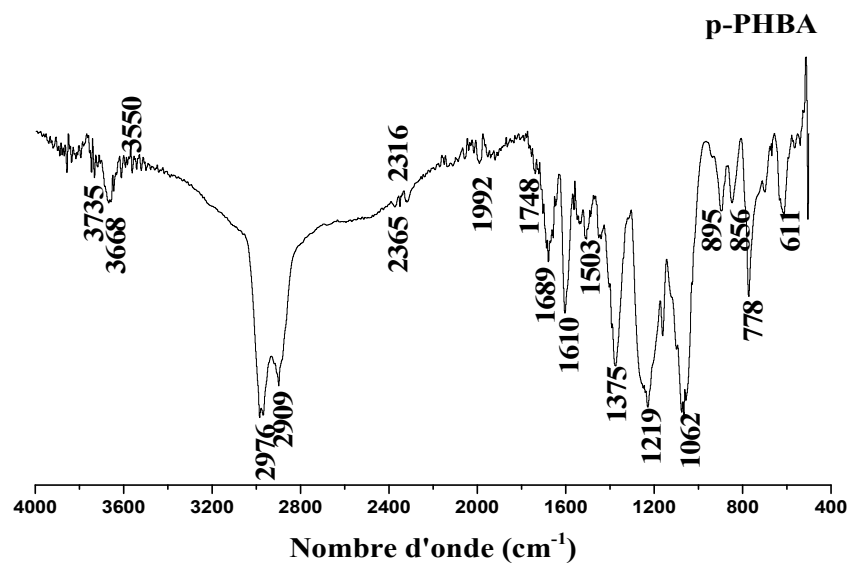


Figure II.3: Le spectre IR du poly p-hydroxybenzoïque acide.

II.3 Adsorption du bleu de méthylène par le PHBA

II.3.1. Courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage montre l'évolution de l'absorbance en fonction de la concentration du bleu de méthylène, à 664nm , est représentée dans la figure II.4.

Les valeurs obtenues, montrent qu'il y a une variation linéaire entre l'absorbance et la concentration du bleu de méthylène avec un coefficient de corrélation égale à $R^2= 0,9975$ et cela suivant l'équation ci-dessous :

$$Y= 0,1579 X-0,0098$$

Où :

Y : Absorbance à $\lambda=664$ nm.

X : Concentration bleu de méthylène en mg/l.

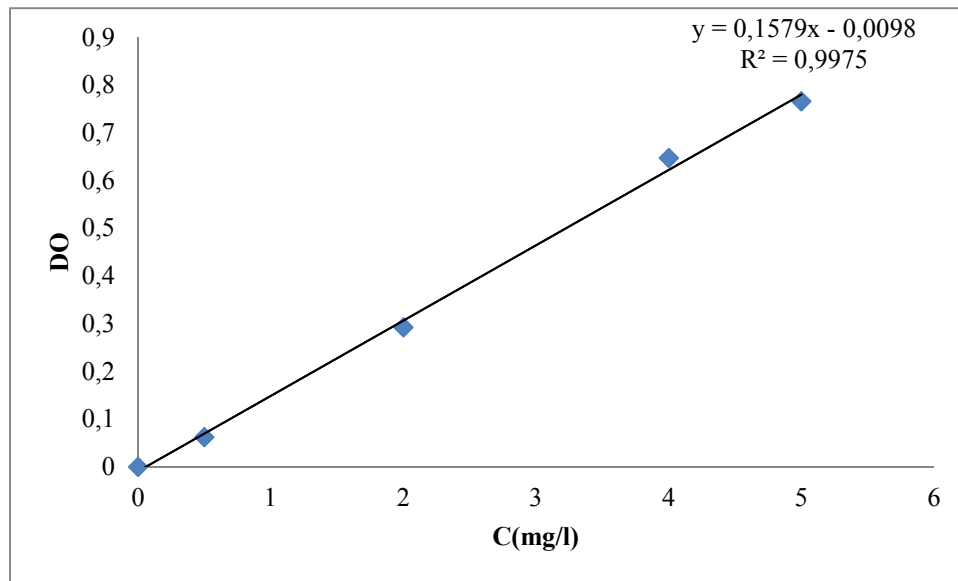


Figure II.4: Courbe d'étalonnage du bleu de méthylène

II.3.2. L'effet de pH

La figure II.5, représente l'effet de pH sur l'adsorption de BM par le poly p-hydroxybenzoïque acide. On remarque que le pH n'a pas d'influence notable sur la capacité de rétention du BM par PHBA.

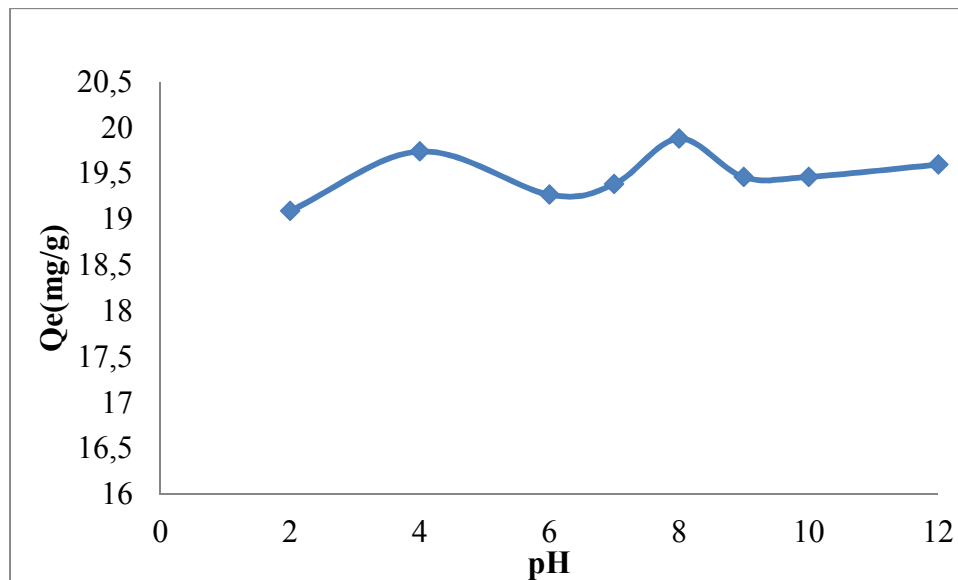


Figure II.5 : Etude de l'effet de pH sur l'adsorption du bleu de méthylène par le poly p-hydroxybenzoïque acide.

II.3. 3. L'effet de temps de contact :

L'évolution de la quantité adsorbée en fonction du temps d'agitation est représentée sur la figure II.6.

On remarque que la quantité adsorbée de BM est très rapide au cours des premières minutes. La courbe tend par la suite vers un palier, l'équilibre est atteint à l'issue d'une heure de contact ; car au-delà la variation n'est plus significative.

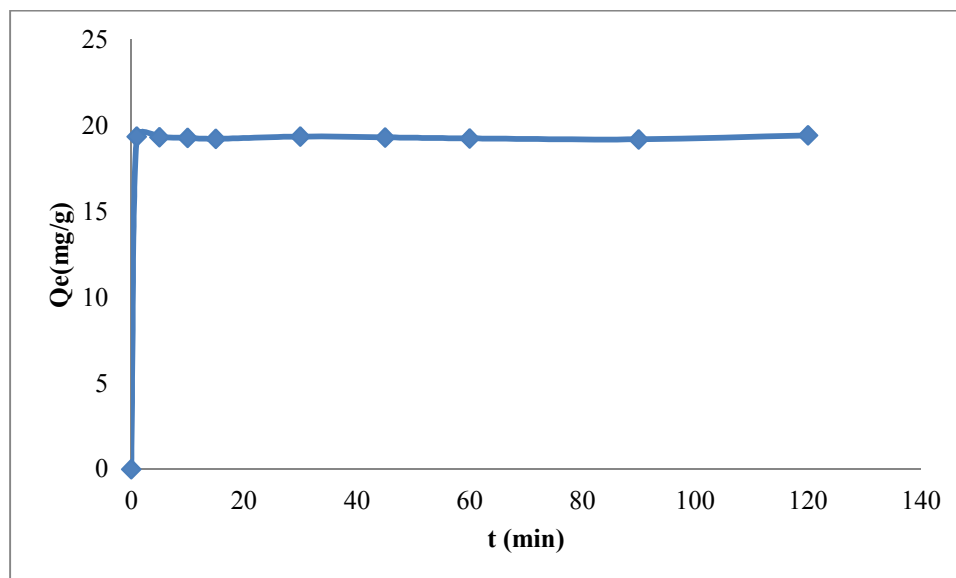


Figure II.6 : Etude de l'effet du temps de contact sur l'adsorption du bleu de méthylène par le poly p-hydroxybenzoïque acide.

Pour déterminer la vitesse et le mécanisme contrôlant le phénomène d'adsorption de BM, trois modèles cinétiques ont été étudiés à savoir le modèle de pseudo 1^{er} ordre, le modèle de pseudo second ordre et diffusion intraparticulaire.

II.4. Cinétique d'adsorption

Quatre modèles ont été appliqués pour décrire le mécanisme de la cinétique d'adsorption.

II.4.1. Modèle de pseudo 1^{er} ordre :

Dans le souci d'approcher le plus possible du mécanisme réel d'adsorption, le modèle de pseudo premier ordre a été utilisé. Les paramètres de ce modèle sont représentés dans la figure II.7 et dans le tableau II.3.

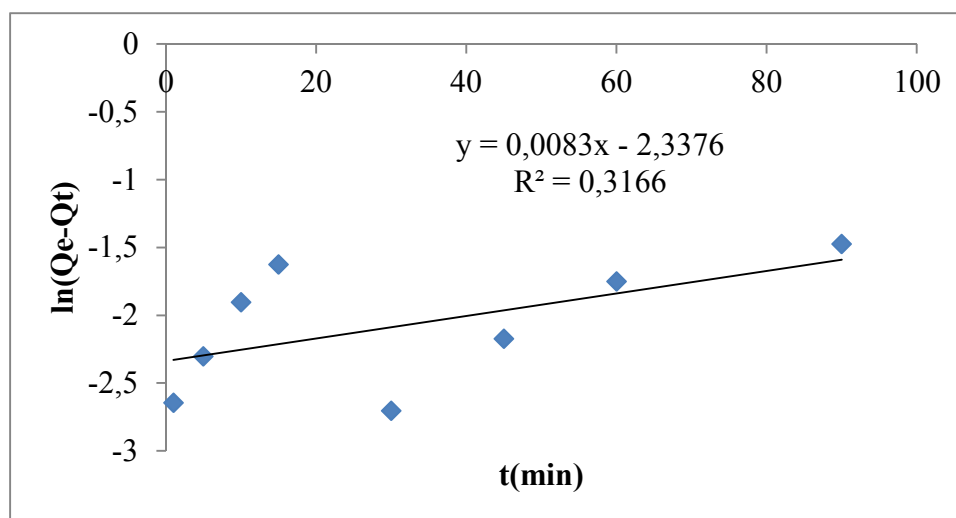


Figure II.7 : Application du modèle de pseudo premier ordre sur l'adsorption du bleu de méthylène par le poly p-hydroxybenzoïque acide.

Nous constatons que ce modèle n'est pas en bonne adéquation avec nos résultats car on a obtenu des courbes au lieu des droites.

Tableau II.3 : Paramètre cinétique de modèle de pseudo 1^{er} ordre

Matériau	Equation	Q _{exp}	Q _{e cal}	K ₁	R ²	ERM%
p-PHBA	$y = 0,0083x - 2,3376$	19,42	0,08	-5,383	0,32	/

Les paramètres de ce modèle confirment le non validité de modèle, car il existe une différence entre les quantités adsorbées expérimentales Q_{exp} et les quantités adsorbées calculée Q_{cal} et les faibles valeurs des coefficients de détermination.

II.4.2. Modèle de pseudo 2^{ene} ordre :

Les paramètres de linéarisation sont présentés dans le tableau II.4 et sur la figure II.8.

Tableau II.4 : paramètre cinétique de modèle de pseudo 2^{ene} ordre

Matériau	équation	K ₂ (g mg ⁻¹ min ⁻¹)	Q _{cal} (mg/g)	Q _e (mg/g)	R ²	ERM%
p-PHBA	$y = 0,0517x + 0,0044$	0,0004	19,42	19,34	0,999	1,42

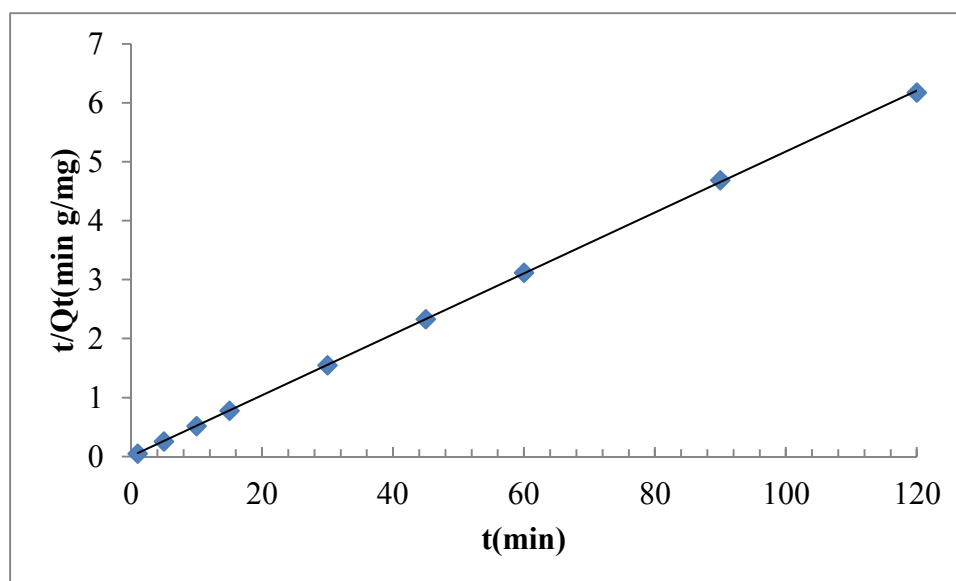


Figure II.8 : Application du modèle de pseudo second ordre lors l'adsorption du bleu de méthylène par le poly p-hydroxybenzoïque acide.

D'après le tableau 4 et la figure II.8, on remarque que l'adsorption du BM suit parfaitement le modèle second ordre ; le coefficient de détermination tendent vers 1 et l'erreur relative moyenne, ERM%, est faible.

II.4.3.Modèle Diffusion intra particulaire :

Le modèle de diffusion intra-particulaire pour l'adsorption du bleu de méthylène est représenté dans le tableau II.5 et sur la figure II.9.

Tableau II.5 : paramètres cinétique de modèle de diffusion inter- particulaire.

Matériau	Equation	Q _{exp} (mg/g)	Q _{cal} (mg/g)	K _{id} (mg g ⁻¹ min ^{-1/2})	l (mg g ⁻¹)	R ²	ERM
p-PHBA	y = 0,081x + 18,912	19,34	18,91	0,08	18,91	1	1,42

Le coefficient de détermination de ce modèle est égale à 1 et la faible valeur de l'erreur relative moyenne montrent bien l'adéquation de ce modèle avec notre cinétique.

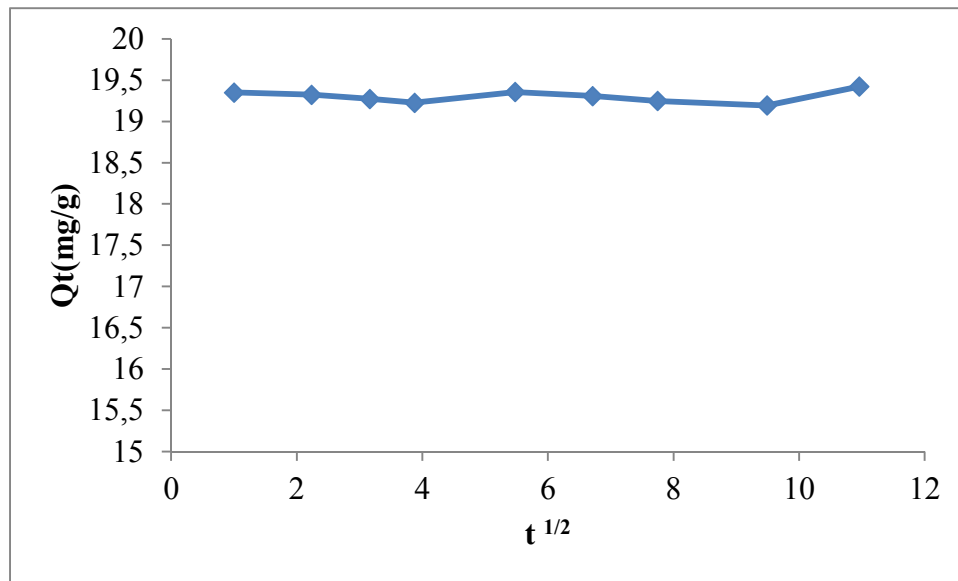


Figure II.9 : Application du modèle de diffusion intraparticulaire lors l'adsorption du bleu de méthylène par le poly p-hydroxybenzoïque acide

II.5. L'effet de concentration et de température sur l'adsorption de BM :

La figure II.10 représente l'influence de la concentration et la température sur la rétention du BM par poly p-hydroxybenzoïque acide.

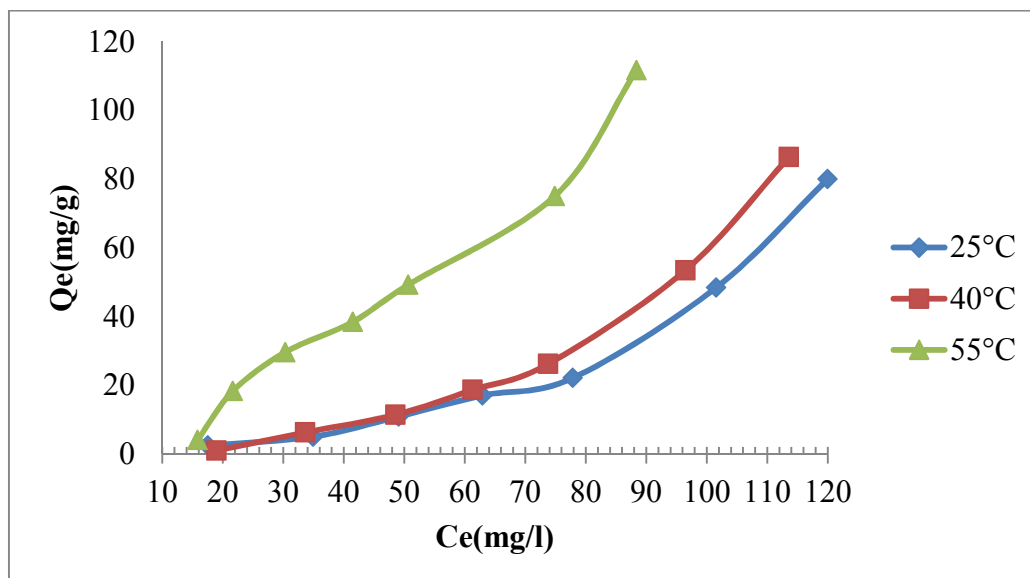


Figure II.10: l'effet de concentration et la température sur l'adsorption de BM par p-PHA

Les résultats obtenus montrent que les isothermes ont la même allure, ils sont de type S selon la classification de Gill et al [19]. Ce type d'isotherme indique une adsorption

verticale de molécules monofonctionnelles polaires sur un adsorbant polaire. Ici le solvant rivalise avec le soluté pour l'occupation des sites de l'adsorption.

La quantité adsorbée de BM augmente au fur et à mesure que la température augmente, ce qui signifie la présence d'une adsorption endothermique.

II.5.1. Description des isothermes d'adsorption :

L'ajustement des données expérimentales par les différentes équations d'isotherme représente un aspect important de l'analyse des données. La corrélation de ces derniers, à l'équilibre, par des équations empiriques ou théoriques est essentielle pour la simulation pratique de systèmes d'adsorption. Parmi les modèles disponibles, ceux de Langmuir et de Freundlich sont largement utilisés, grâce essentiellement à la simplicité avec laquelle on peut les linéariser à travers la méthode des moindres carrés. Nous commencerons par examiner ces trois modèles classiques, en vue de décrire les isothermes expérimentales. Nous allons aussi recourir à l'équation de Sips qui est un modèle mathématique à trois paramètres qui prennent en considération les propriétés de surface du matériau. Ces paramètres sont ajustés par régression non linéaire.

II.5.1.1. Modèle de Langmuir :

Langmuir considère les hypothèses suivantes : une surface librement atteinte, des sites localisés sans interaction mutuelle et énergétiquement équivalents, propose dans le cas d'une adsorption monomoléculaire. Si cette équation est vérifiée, on doit obtenir en coordonnées $C_e/Q_e = f(C_e)$ une droite de pente $1/Q_m$ et d'ordonnée à l'origine $1/Q_m \cdot K_L$. Les principaux résultats figurent dans le tableau II.6.

Les paramètres de linéarisation de ce modèle sont consignés dans le tableau ci-dessous.

Tableau II.6 : Paramètres de linéarisation du modèle de Langmuir par p-PHBA

Echantillon	T (°C)	Q_m (mg/g)	K_L (L/mg)	R^2	E.R.M
p-PHBA	25	-17,575	-0,007	0,981	4,728
	40	-8,143	-0,010	0,568	35,081
	55	-44,444	-0,009	0,328	35,741

D'après les résultats consignés dans le tableau II.6, on peut conclure que le modèle de Langmuir ne décrit pas nos isothermes expérimentales.

II.5.1.2. Modèle de Freundlich

La relation de Freundlich est souvent utilisée pour restituer graphiquement les données d'adsorption empirique dans une représentation graphique $\ln(Q_e)$ en fonction de $\ln(C_e)$.

Les paramètres linéarisation de ce modèle sont représentés sur le tableau ci-dessous

Tableau II.7 : Paramètres de linéarisation du modèle de Freundlich par p-PHBA

Echantillon	T (°C)	K_F	N	R^2	E.R.M %
p-PHBA	25	0,011	0,557	0,966	26,40
	40	0,002	0,462	0,905	9,834
	55	0,081	0,614	0,905	16,935

On remarque que le modèle de Freundlich décrit mieux nos isothermes expérimentales comparativement au modèle de Langmuir.

II.5.1.3. Modèle de Sips

L'adsorption est un phénomène très complexe car différentes interactions peuvent être à l'origine de l'association d'un produit chimique (adsorbat) avec un solide (adsorbant). Les modèles à deux paramètres tels que ceux de Langmuir et Freundlich ne peuvent pas très bien expliquer les relations d'équilibre. Pour cette raison, il est nécessaire d'utiliser le modèle à trois paramètres tel que le modèle Sips pour décrire les isothermes expérimentales. Les paramètres de ce modèle sont représentés dans le tableau II.8 et sur la figure II.11.

Tableau II.8 : Paramètres du modèle de Sips

Echantillon	T (°C)	Q_m	K_s	n	R^2	E.R.M %
p-PHBA	25	$6,846 \cdot 10^{-7}$	0,557	0,386	0,993	25,955
	40	$2,193 \cdot 10^{-7}$	0,462	0,394	0,996	12,328
	55	208778,02	$4,467 \cdot 10^{-5}$	0,729	0,976	27,925

A partir des valeurs du coefficient de détermination, R^2 , on peut affirmer que l'équation de Sips décrit très bien l'adsorption BM par le polymère. Quelle que soit la température, $R^2 \geq 0,976$ et une erreur relative moyenne faible, E (%), qui ne dépasse pas 27,925 % (tableau 8).

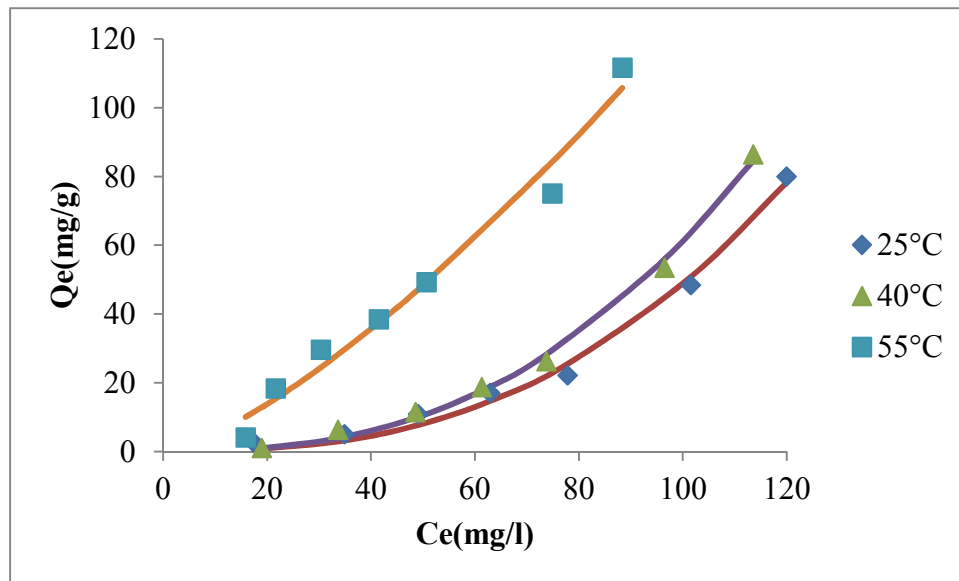


Figure II.11 : Isothermes du modèle de Sips appliqué à p-PHBA lors de l'adsorption de BM :

.... Expérimentale, calculé.

CONCLUSION

Dans ce travail, nous avons étudié la polymérisation du para hydroxy benzoïque acide et son application comme support adsorbant d'un colorant cationique largement utilisé qui est le bleu de méthylène.

- Les résultats spectroscopiques (RMN¹H, RMN¹³C, IR) utilisés confirment la structure de la résine (l'existence des ponts méthylènes, groupement hydroxyle, cycle aromatique...).

Le poly para-hydroxy benzoïque a été utilisé comme support adsorbant du bleu de méthylène. Les paramètres considérés suite à une optimisation sont un ratio solide/solution: 1g/L, pH = 7, temps de contact à l'équilibre: 1h .

Pour déterminer la vitesse et le mécanisme contrôlant le phénomène d'adsorption, trois modèles cinétiques ont été mis à contribution, soient les modèles de pseudo-premier ordre, pseudo-second ordre, diffusion intra-particulaire. L'étude cinétique montre que la fixation du bleu de méthylène, suit parfaitement le modèle de pseudo-ordre 2. Ce dernier suggère que l'adsorption dépend du couple adsorbat-adsorbant. . La diffusion intra-particulaire contribue également. Les isothermes sont De type S d'après la classification de Giles et al. L'adsorption du bleu de méthylène par p-PHBA est endothermique. Le modèle de Sips reflète mieux nos isothermes expérimentales

Enfin, d'autres techniques d'analyse sont nécessaires à fin de de mieux caractérisé notre matériau. Parmi ces techniques nous pouvons citer le MEB, la BET et DSC.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] Lellou, S., Kadi, S., Ouadjenia, F., Benhebal, H., Schott, J., & Marouf, R. (2021). Synthesis and application of montmorillonite nanocomposites/phenolic resins for the elimination of Basic Blue 41. *DESALINATION AND WATER TREATMENT*, 218, 389-400.
- [2] Lachheb, H., Puzenat, E., Houas, A., Ksibi, M., Elaloui, E., Guillard, C., & Herrmann, J. M. (2002). Photocatalytic degradation of various types of dyes (Alizarin S, Crocein Orange G, Methyl Red, Congo Red, Methylene Blue) in water by UV-irradiated titania. *Applied Catalysis B: Environmental*, 39(1), 75-90.
- [3] Akinola, L. K., & Umar, A. M. (2015). Adsorption of crystal violet onto adsorbents derived from agricultural wastes: kinetic and equilibrium studies. *Journal of Applied Sciences and Environmental Management*, 19(2), 279-288.6.
- [4] Lellou, S., Kadi, S., Guemou, L., Schott, J., & Benhebal, H. (2020). Study of methylene blue adsorption by modified kaolinite by dimethyl sulfoxide. *Ecological Chemistry and Engineering*, 27(2), 225-239.
- [5] Deniz, F., & Saygideger, S. D. (2011). Removal of a hazardous azo dye (Basic Red 46) from aqueous solution by princess tree leaf. *Desalination*, 268(1-3), 6-11.
- [6] Khan M, Tiehu L, Zhao T K, Ali Z, Malik A, Khan A, Khan I, Ullah A, Jiao S, Idrees M, Xiong C. (2017). Effect of multi walled carbon nanotubes and diamond nanoparticles on the structure and properties of carbon foams. *Diamond and Related Materials*, 79, 119-126.
- [7] Guemou, L., Kadi, S., Lellou, S., Moussaoui, B., Benzohra, N., & Sassi, M. (2021). Biosorption applications of lichen *Pseudevernia furfuracea* (L) for elimination of Bezacryl Red GRL 180 from aqueous solution: equilibrium and kinetic studies. *DESALINATION AND WATER TREATMENT*, 221, 428-439.
- [8] Khan M, Tiehu L, Zhao T K, Khurramc A A, Khanb I, Ullah A, Hayat A, Lone A L, Alid F, Iqbal S. (2018). Comparative study of the ball milling and acid treatment of functionalized nanodiamond composites. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 73, 46-52.
- [9] Lekeufack D Dj.(2010). Synthèse et fonctionnalisation des nanoparticules d'or pour des applications en optique : perspective en photocatalyse », Diplôme de Doctorat, Université de Claude Bernard -Lyon I. France.
- [10] GUEDIRA. F , Um5a_fsr , Filière SMC, S, Module 14, « Cours de Spectroscopie », Chapitre III.

Références bibliographiques

- [11] Harieche B, (2006). Etude Des Propriétés Optiques Des Nano-Cristaux Du Semiconducteur Cds Dispersés Dans Des Films Minces Du Polymère Polystyrène Et De La Silice SiO₂, Mémoire Master Université De Constantine, 10, 11.
- [12] Ghani S, (2011). Elucidation de structures configurationnelles par des méthodes théoriques “, thèse de magistère, Université d’Oran, Es-Sénia, (2011).
- [13] Lagergren, S. K. (1898). About the theory of so-called adsorption of soluble substances. *Sven. Vetenskapsakad. Handlingar*, 24, 1-39.
- [14] Ho, Y. S., & McKay, G. (1999). Pseudo-second order model for sorption processes. *Process biochemistry*, 34(5), 451-465.
- [15] Weber Jr, W. J., & Morris, J. C. (1963). Kinetics of adsorption on carbon from solution. *Journal of the sanitary engineering division*, 89(2), 31-59.
- [16] Langmuir, I. (1918). The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. *Journal of the American Chemical society*, 40(9), 1361-1403.
- [17] Freundlich, H. (1907). Über die adsorption in lösungen. *Zeitschrift für physikalische Chemie*, 57(1), 385-470.
- [18] Weber Jr, W. J., & Morris, J. C. (1963). Kinetics of adsorption on carbon from solution. *Journal of the sanitary engineering division*, 89(2), 31-59.
- [19] Giles, C. H., MacEwan, T. H., Nakhwa, S. N., & Smith, D. (1960). 786. Studies in adsorption. Part XI. A system of classification of solution adsorption isotherms, and its use in diagnosis of adsorption mechanisms and in measurement of specific surface areas of solids. *Journal of the Chemical Society (Resumed)*, 3973-3993.

Résumé

L'objectif de notre travail est la synthèse et l'application et l'application du poly para hydroxy benzoïque acide (p-PHBA) pour l'élimination d'un colorant cationique qui est le bleu de méthylène (BM). L'analyse par FTIR, RMN de ^1H et RMN de C^{13} ont affirmé la synthèse de ce polymère. L'adsorption du BM par Le p-PHBA a été réalisée à $\text{pH}=6$ et un temps de contact 1H, à différentes concentrations (de 40 à 400 mg/L) et à différentes température (25, 40 et 55°C). La cinétique d'adsorption suit parfaitement le modèle de pseudo-second ordre, ainsi que celui de la diffusion intra particulaire. Les isothermes d'adsorption sont de type S, elles sont bien décrites par le modèle de Sips.

Abstract

The objective of our work is the synthesis and application and application of poly para hydroxybenzoic acid (p-PHBA) for the removal of a cationic dye which is methylene blue (BM). Analysis by FTIR, ^1H NMR, and C^{13} NMR confirmed the synthesis of this polymer. The adsorption of BM by p-PHBA was carried out at $\text{pH} = 6$ and a contact time of 1H, at different concentrations (from 40 to 400 mg/L) and at different temperatures (25, 40, and 55°C). The adsorption kinetics perfectly follows the pseudo-second-order model, as well as that of intra-particle diffusion. The adsorption isotherms are of type S, they are well described by the Sips model.

المخلص

الهدف من عملنا هو تخليق وتطبيق واستخدام بولي حمض بارا هيدروكسي بنزويك (p-PHBA) لإزالة الصبغة الكاتيونية وهي الميثيلين الأزرق (BM). أكد التحليل بواسطة FTIR و ^1H NMR و C^{13} NMR تخليق هذا البوليمر. تم إجراء امتزاز BM بواسطة p-PHBA عند الرقم الهيدروجيني = 6 ووقت التلامس H1 ، بتركيزات مختلفة (من 40 إلى 400 مجم / لتر) وبدرجات حرارة مختلفة (25 ، 40 ، و 55°C). تتبع حركية الامتزاز بشكل مثالي نموذج الدرجة الثانية الزائفة ، وكذلك نموذج الانتشار داخل الجسيمات. تكون متساوي درجة حرارة الامتزاز من النوع S ، وقد تم وصفها جيدًا بواسطة نموذج Sips.