

Republic of Iraq
Ministry of Higher Education
&Scientific Research
AL-Muthanna University
College of Science
Department of Chemistry



Synthesis and study of soot–poly *o*-Toluidine nanocomposite as adsorbent surface of some organic dyes

A thesis Submitted to the Council of College of Science /
Al-Muthanna University as Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Chemistry.

By
Mohammed Adil Naji
B. Sc. 2015

Supervised By
Prof. Dr. Hassan Sabih Jabr

2024 A.D

1446 A.H

Abstract

This study aims to prepare nanocomposites from cheap and available materials for removing pollutants. Firstly, the soot–poly(o-toluidine) nanocomposite (St–POT) was synthesized from soot and o-toluidine by in situ oxidative polymerization under the ultrasound field. Then, the surface of the St–POT nanocomposite was modified by treating it with a nitric acid solution 10% to improve its surface properties to obtain St–POT@Ac nanocomposite. The structural, chemical, and surface properties of the prepared nanocomposites were characterized using several techniques, including Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), X-ray diffraction (XRD), Atomic Force Microscope (AFM), Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM), Surface area analysis, and Thermal Gravimetric Analysis (TGA). These techniques demonstrated the success of preparing the nanocomposite as well as the success of modifying the surface. The surface area was increased from 73.32 m²/g in St–POT to 86.53 m²/g in St–POT@Ac. After that, the ability of the prepared nanocomposites as adsorbent surfaces to adsorption three different types of dyes from their aqueous solutions, including alizarin red (AR), crystal violet (CV), and disperse red (DR), was studied. Different conditions, such as (contact time, adsorbent mass, pH, and temperature) to reach the optimum conditions. A highest percentage of dye removal, was reached to 99% in the AR and CV dyes and 93% in the DR dye at the optimum conditions of contact time of 40 min at 25°C and adsorbent mass ranges from (0.03 - 0.2) g. The percentage of the dye adsorption process on the St–POT@Ac surface was greater than on the St–POT surface. Furthermore, Langmuir and Freundlich isotherms were used, and the results showed that the model Freundlich isotherm is fit with the experimental data. Through the thermodynamic study, it was concluded that the adsorption of dyes on both surfaces was spontaneous according to negative values of

(ΔG°) and exothermic according to negative values of (ΔH°). It is also found that the pseudo-second-order kinetic model is more applicable than the pseudo-first-order kinetic model to the adsorption process.

الخلاصة

تهدف هذه الدراسة إلى تحضير متراكبات نانوية من مواد رخيصة ومتوفرة لاستخدامها في إزالة الملوثات. أولاً، تم تصنيع المتراكب سخام-متعدد (أورثو-تولدين) النانوي (St-POT) من السخام و أورثو-تولدين عن طريق البلمرة التأكسدية في الموقع تحت مجال الموجات فوق الصوتية. بعد ذلك، تم تعديل سطح المركب النانوي St-POT عن طريق معالجته بمحلول حامض النتريك لتحسين خصائص سطحه للحصول على المتراكب النانوي St-POT@Ac. تم تشخيص ودراسة الخصائص التركيبية والكيميائية والسطحية للمتراكبات النانوية المحضرة باستخدام عدة تقنيات تتضمن مطيافية الأشعة تحت الحمراء (FT-IR)، حيود الأشعة السينية (XRD)، مجهر القوة الذرية (AFM)، المجهر الإلكتروني الماسح للانبعاث الميداني (FE-SEM)، وتحليل مساحة السطح (BET، BJH)، والتحليل الوزني الحرارية (TGA). أثبتت هذه التقنيات نجاح تحضير المتراكب النانوي وكذلك نجاح تعديل خصائص السطح، حيث تمت زيادة مساحة السطح من 73.32 م²/غم في St-POT إلى 86.53 م²/غم في St-POT@Ac. بعد ذلك تمت دراسة قدرة المتراكبات النانوية المحضرة كأسطح مازة على امتزاز ثلاثة أنواع مختلفة من الأصباغ من محاليلها المائية وهي الأليزارين الحمراء (AR)، وصبغة الكرسنال البنفسجي (CV)، وصبغة المشتته الحمراء (DR). تمت دراسة امتزاز الأصباغ على أسطح كلا المتراكبين النانويين تحت ظروف مختلفة مثل (زمن التلامس، كتلة المادة المازة، الرقم الهيدروجيني، ودرجة الحرارة) للوصول إلى الظروف المثلى والحصول على أعلى نسبة إزالة للصبغة حيث وصلت إلى 99% في صبغات AR و CV و 93% في صبغة DR عند الظروف المثلى في زمن التلامس 40 دقيقة عند 25 درجة مئوية وتتراوح كتلة المادة المازة (0.03 - 0.2) غم. كانت النسبة المئوية لعملية امتزاز الصبغة على سطح St-POT@Ac أكبر منها على سطح St-POT. علاوة على ذلك، تم استخدام ايزوثيرم لانجميور وفريندليتش، وأظهرت النتائج أن نموذج فروندلش يتوافق مع البيانات التجريبية. من خلال الدراسة الديناميكية الحرارية توصلنا إلى أن امتزاز الأصباغ على كلا السطحين كان تلقائياً حسب القيم السالبة (ΔG°) وباعت للحرارة حسب القيم السالبة (ΔH°). ونجد أن النموذج الحركية من الدرجة الثانية الكاذبة أكثر قابلية للتطبيق من النموذج الحركية من الدرجة الأولى الكاذبة في عملية الامتزاز.



جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة المثنى / كلية العلوم
قسم الكيمياء

تحضير ودراسة المتراكب سخام-متعدد أورثو-تولدين النانوي كسطح ماز لبعض الاصبغ العضوية

رسالة مقدمة إلى مجلس كلية العلوم / جامعة المثنى
وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الكيمياء

من قبل

محمد عادل ناجي

بكالوريوس علوم الكيمياء 2015

بإشراف

إ.د. حسن صبيح جبر