

Republic of Iraq

Ministry of Higher Education and Scientific Research

Al-Muthanna University

College of Science

Department of Chemistry



Study of preparation and characterization of silica sulfate and phosphate as catalysts promotion for nitrite ion and their applications of azo compounds formation

A thesis submitted in partial fulfillment of the Requirements
for the Master's Degree of Science in Chemistry.

By

Ilham Kadhim Hlial

B.SC in Chemistry 2007

Supervisor

Prof. Dr. Kasim Mohammed Hello

September 2020 A.D

Muharram 1442 A.H

Abstract

In this study, silica was extracted from rice husk, and then it was stirred with diluted sulfuric acid and phosphoric acid for 24 h at room temperature. Different concentrations of acid have been loaded onto silica that's prepared, including X% RHASO_4 or X% RHAPO_4 , where X is: (5%, 10%, 15%, and 20%). The prepared catalysts were characterized by several techniques including FT-IR, XRD, TGA / DTA, Nitrogen adsorption-desorption, SEM and TEM. The FT-IR showed that all expected functional groups were present for all catalysts. The XRD pattern showed a broadband at a 2θ angle of 22° pattern refer that the amorphous nature of the catalyst. The results of the TGA / DTA showed the catalysts were stable above 180°C . The images of scanning electron microscopy SEM showed the surface of the catalyst, including cylindrical shapes, some granular and some spherical, while the images of the electron microscope (TEM) showed nanoparticles of different shapes and different nanoparticles sizes, some of nanoparticles had a porous cavity layer and other had spherical shapes. The catalytic activity of each catalyst was studied as a generator carrier to nitrite ion in the preparation of nitrous acid which used to prepared diazonium salts. The catalysts (20% RHASO_4 and 20% RHAPO_4) were more efficient than other catalysts in the preparation of azo dyes. The activity of RHASO_4 , and RHAPO_4 were analyzed at different loading of catalysts to obtain the best active loading. It was found that 20% RHASO_4 reached to its maximal of 65.5%, while it was reached to 75.5% by using 20% of RHAPO_4 . The reaction was carried out with 0.25 gm at 10°C from both catalysts.



جمهورية العراق

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة الموصل / كلية العلوم

قسم الكيمياء

دراسة تحضير و تشخيص كبريتات و فوسفات السيليكا كعامل مساعد محفز لأيون النتريت وتطبيقاتها في تكوين مركبات الآزو

رسالة مقدمة كجزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الكيمياء

من قبل

الهام كاظم هلال

بكالوريوس علوم كيمياء 2007

بإشراف

أ.د. قاسم محمد حلو

أيلول 2020

محرم 1442

الخلاصة

في هذه الدراسة، تم استخلاص السيليكا من قشور الرز، ومن ثم تم تحريكها مع حامض الكبريتيك المخفف و حامض الفسفوريك لمدة 24 ساعة في درجة حرارة الغرفة. تم تحميل تراكيز مختلفة من الحامض على السيليكا المحضرة، تضمنت RHASO_4 , RHAPO_4 حيث X هي : (5%, 10%, 15%, 20%). شخّصت العوامل المساعدة المحضرة بالعديد من التقنيات تضمنت مطيافية الأشعة تحت الحمراء FT-IR، و حيود الأشعة السينية XRD، و التحليل الوزني الحراري TGA / DTA، و تحليل امتزاز- ابتزاز النتروجين، و المجهر الإلكتروني الماسح SEM، و المجهر الإلكتروني النافذ TEM. أظهرت مطيافية الأشعة تحت الحمراء FT-IR كل المجاميع الوظيفية المتوقعة لكل عامل مساعد. تحليل حيود الأشعة السينية أظهر حزمة عريضة عند 2θ بزاوية 22° ذلك يشير الى طبيعة العامل المساعد غير البلورية. أظهرت نتيجة التحليل الوزني الحراري TGA / DTA ان العوامل المساعدة تكون مستقرة عند درجة حرارة اعلى من 180°C . أظهرت صور المجهر الإلكتروني الماسح SEM ان سطح العامل المساعد تضمن اشكال أسطوانية، و بعضها حبيبية، والبعض الآخر كروية. بينما أظهرت صور المجهر الإلكتروني النافذ TEM جسيمات بأحجام نانوية مختلفة، بعض الجسيمات النانوية لها طبقة مجوفة مسامية والبعض الآخر لها أشكال كروية. تم دراسة الفعالية التحفيزية لكل عامل مساعد بأعتباره مادة مولدة وحاملة لأيون النترت في تحضير حامض النيتروز الذي أستخدم لتحضير أصباغ الأزو. تم تحليل فعالية RHASO_4 ، و RHAPO_4 عند تحميل مختلف للمحفزات للحصول على تحميل بأفضل فعالية. وجد أن RHASO_4 20% وصلت الى أقصى حد لها 65.5%، بينما وصلت الى 75.5% بأستخدام RHAPO_4 20%. حيث تم إجراء التفاعل بأستخدام 0.25 gm عند درجة 10°C من كلا العاملين المساعدین.