كلية العلوم-قسم كيمياء

Green Preparation of Metallic Nanoparticles for Water Treatment Applications

By

Heba Ahmed Talaat El-Sabban

(M.Sc. Chemistry 2013- Ain Shams University)

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the requirements for the Ph.D. Degree of Science in Chemistry

Under the Supervision of

Prof. Dr. Mohamed Sabry Abdel-Mottaleb

Professor of inorganic chemistry and photovoltaic Department,

Faculty of Science, Ain Shams University

Prof. Dr. Yasser Mohamed Moustafa

Professor of petroleum chemistry, Analysis and Evaluation Department,

The Director of Egyptian Petroleum Research Institute (EPRI)

Prof. Dr. Mona El-Sayed Eid

Professor of Physical Chemistry, Analysis and Evaluation Department,

Egyptian Petroleum Research Institute (EPRI)

Presented To

Chemistry Department, Faculty of Science, Ain Shams University

(2019)

كلية العلوم-قسم كيمياء

Approval Sheet

Name of candidate: Heba Ahmed Talaat El-Sabban
Degree: Ph. D. Degree in Chemistry

Thesis Title: ‘‘Green Preparation of Metallic Nanoparticles for Water Treatment Applications’’

This Thesis has been approved by**:** **signature**

1- **Prof. Dr. Mohamed Sabry Abdel-Mottaleb**
Professor of inorganic chemistry and photochemistry, Department of Chemistry, Faculty of Science, Ain Shams University

2- **Prof. Dr. Yasser Mohamed Moustafa**
Professor of petroleum chemistry, Analysis and Evaluation Department, The Director of Egyptian Petroleum Research Institute (EPRI)

3- **Prof. Dr. Mona El-Sayed Eid**
Professor of Physical Chemistry, Analysis and Evaluation Department, Egyptian Petroleum Research Institute (EPRI)

Approval

Head of chemistry Department.

Acknowledgement

I would like to express my sincere gratitude to my advisor ***Prof. Dr. Mohamed Sabry Abdel-Mottaleb****,* ***Prof. Dr. Yasser Mohamed Moustafa****,* ***Prof. Dr. Mona El-Sayed Eid*** *for suggesting the research topic, continuous support during carrying out the research work, for their motivation, patience and immense knowledge. I am greatly appreciating their supervision and critical discussion and orientation of my work, which helped me all the time during my research and thesis writing.*

Furthermore, I would also like to thank ***Prof. Dr. Amal Hamdy Moawad****,* ***Assoc. Professor Dr. Hager R. Ali and Dr. Amr Nada*** *for their help and encouragement.*

Finally, I'd like to extend my deep gratitude and appreciation to my own family (especially my lovely father, mother, my husband and my lovely sons) and friends for their help, understanding and continuous encouragement.

كلية العلوم-قسم كيمياء

"تحضير الجسيمات النانوية المعدنية بالكيمياء الخضراء وتطبيقاتها في معالجة المياه "

رساله

لاستيفاء متطلبات الحصول على درجة دكتوراه الفلسفه في العلوم

في

الكيمياء

مقدمه من

هبه احمد طلعت الصبان

(ماجستير العلوم – الكيمياء الغير عضوية والتحليلية – ٢٠١٣)

باحث مساعد– معهد بحوث البترول

تحت اشراف

ا.د/ محمد صبرى أحمد عبد المطلب

أستاذ متفرغ الكيمياءغيرالعضويه والضوئية – كلية العلوم – جامعه عين شمس

ا.د / ياسر محمد محمود مصطفى

أستاذ كيمياء البترول – قسم التحليل والتقييم – مدير معهد بحوث البترول

ا.د / منى السيد عيد

أستاذ الكيمياء الفيزيائية – قسم التحليل والتقييم – معهد بحوث البترول

٢٠١٩

كلية العلوم-قسم كيمياء

رسالة دكتوراه

اسم الطالبة : هبه احمد طلعت الصبان

عنوان الرسالة : "تحضير الجسيمات النانوية المعدنية بالكيمياء الخضراء وتطبيقاتها في معالجة المياه "

اسم الدرجة : دكتوراة الفلسفة فى علوم الكيمياء

لجنة الأشراف

الاسم	التخصص	التوقيع
ا.د/ محمد صبرى عبد المطلب	أستاذ متفرغ الكيمياءغير العضويه والضوئية – كلية العلوم – جامعة عين شمس	
ا.د/ ياسر محمد محمود مصطفى	أستاذ كيمياء البترول – قسم التحليل والتقييم – مدير معهد بحوث البترول	
ا.د / منى السيد عيد	أستاذ الكيمياء الفيزيائية – قسم التحليل والتقييم – معهد بحوث البترول	

لجنة التحكيم

الاسم	التخصص	التوقيع
ا.د/ محمد صبرى عبد المطلب	أستاذ متفرغ الكيمياءغير العضويه والضوئية – كلية العلوم – جامعة عين شمس	
ا.د/ ياسر محمد محمود مصطفى	أستاذ كيمياء البترول – قسم التحليل والتقييم – مدير معهد بحوث البترول	
ا.د/ محمود احمد محمد موسى	استاذ الكيمياء غير العضويه المتفرغ – كليه العلوم – جامعه بنها	
ا.د/ بدر الدين عواد السيد	استاذ الكيمياء غير العضويه المتفرغ – كليه العلوم – جامعه الأزهر بنين	

الدارسات العليا

تاريخ موافقة مجلس القسم: / / ٢٠١٩

اجيز الرسالة بتاريخ: / /٢٠١٩

ختم الإجازة

موافقة مجلس الكلية

/ / ٢٠١٩

موافقة مجلس الجامعة

/ /٢٠١٩

كلية العلوم-قسم كيمياء

عنوان الرسالة:" تحضير الجسيمات النانوية المعدنية بالكيمياء الخضراء وتطبيقاتها في مجال معالجة المياه "

اسم الطالبة :هبه احمد طلعت الصبان

تاريخ الميلاد: ١٩٨٦/٤/٢٢

اسم الدرجة : دكتوراه الفلسفه فى علوم الكيمياء

القسم التابع له: الكيمياء

سنة التخرج / ٢٠٠٧

سنة المنح / ٢٠١٩

شكر وتقدير

أتقدم بالشكر والعرفان لأساتذتى الأفاضل

الذين قاموا بالإشراف على هذا العمل وهم :

ا.د / محمد صبرى عبد المطلب أستاذ متفرغ الكيمياء غير عضوية والضوئية – كلية العلوم – جامعه عين شمس

ا.د / ياسر محمد محمود مصطفى أستاذ كيمياء البترول- قسم التحليل والتقييم – مدير معهد بحوث البترول

ا.د/ منى السيد عيد أستاذ الكيمياء الفيزيائية – قسم التحليل والتقييم – معهد بحوث البترول

Contents

Abbreviations

Figures

Tables

Abstract

	CHAPTER 1: INTRODUCTION	
1.1	Nanotechnology and nanocomposites	1
1.2	Heavy metals and water pollution	2
1.3	Overview of Graphene	3
1.4	Overview of silver nanoparticles	3
1.5	Overview of gold nanoparticles	4
1.6	Research problems and motivations	5
1.7	Aims	8
	CHAPTER 2: Literature Review	
2.1	Heavy metals	9
2.2	Heavy metals health effects	10
	2.2.1 Zinc health effects	10
	2.2.2 Lead health effects	10
2.3	Treatment of contaminated water	11
	2.3.1 Initial treatment	12
	2.3.2 Intermediate step handling	12
	2.3.3 Tertiary Treatment	12
2.4	Heavy metals removal	12
2.5	Efficiency of adsorption	13

	2.5.1 Adsorption kinetics study	14
	2.5.2 Adsorption isotherm study	15
	2.5.2.1 Langmuir isotherm model	15
	2.5.2.2 Freundlich isotherm model	15
2.6	What is Graphene?	16
	2.6.1 Characteristics	17
	2.6.2 Synthesis	17
2.7	Silver nanoparticles (AgNPs)	18
	2.7.1 Methods of silver nanoparticles production	19
2.8	Gold nanoparticles (Au NPs)	20
	2.8.1 Some properties of Au NPs	21
	2.8.2 Synthesis of colloidal AuNPs	21
	CHAPTER 3: MATERIALS AND METHODOLOGIES	
3.1	Materials and reagents	23
	3.1.1 Pomegranate peels (PP)	23
	3.1.2 Chemicals involved in the preparation of Ag-RGO and Au-RGO nanocomposites	23
	3.1.3 Heavy metals salts	23
3.2	Sample preparation	24
	3.2.1 Preparation of Pomegrante peel extract (PPE)	24
	3.2.2 Phytophabrication of Ag-RGO and	24

	Au-RGO nanocomposites	
	3.2.2.1 Preparation of Graphene Oxide (GO) nanosheets	24
	3.2.2.2 Synthesis of Ag-RGO nano composites using PPE	25
	3.2.2.3 Synthesis of Au-RGO nanocomposites using PPE	26
	3.2.2.4 Preparation of synthetic heavy metal solutions	26
3.3	Characterization of adsorbents	26
	3.3.1 X-ray diffraction (XRD)	26
	3.3.2 Transmission electron microscope (TEM)	27
	3.3.3 Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX)	27
		26
	3.3.4 Dispersive Raman spectrometer	27
	3.3.5 UV-Vis Spectrophotometer	28
	3.3.6 N_2 adsorption-desorption isotherm measurements	28
3.4	Analytical techniques	28
	3.4.1 Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)	28
3.5	Sorption Studies	28

	3.5.1 Effect of contact time	30
	3.5.2 Effect of adsorbent concentrations	30
	3.5.3 Effect of the initial metal ions concentration	31
	CHAPTER 4: RESULTS AND DISCUSSION	
4.1	Characterization of adsorbents	32
	4.1.1 UV–Vis spectra of gold nanoparticles	32
	4.1.2 X-ray diffraction (XRD)	33
	4.1.3 Transmission electron microscope (TEM)	37
	4.1.4 Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX)	38
	4.1.5 Dispersive Raman spectrometer	39
	4.1.6 N_2 adsorption-desorption isotherm measurements	41
4.2	Sorption Studies	42
	4.2.1 The effect of different Ag NPs loading on RGO efficiency	42
	4.2.2 Effect of contact time& adsorption kinetics	44
	4.2.3 Effect of adsorbent dose	50
	4.2.4 Effect of the initial metal ions concentration and the adsorption isotherm	51

SUMMERY AND CONCLUSION 58
REFERENCES 61

Abbreviations

Symbol	Meaning
Å	Angstrom
AAS	Atomic Absorption Spectrophotometer
BET	Brunaue r- Emmett -Teller
M	Concentration in mol
R^2	Correlation coefficient
EDX	Energy-dispersive X-ray spectroscopy
Ce	Equilibrium concentration
KF	Freundlich isotherm constant
C_o	Initial concentration
C_t	Final concentration
GO	Graphene oxide
NPs	Nanoparticles
PP	Pomegranate peels
RGO	Reduced graphene oxide
pH	The negative logarithm of hydrogen ion concentration
TEM	Transmission electron microscopy

UV	Ultra violet radiation
Vis	Visible light
V	Volume of solution
λ	Wavelength
XRD	X-ray diffraction

Figures

Figure 2.1	A molecular model of a single layer of graphene	16
Figure 4.1	Extract concentration effect on the appearance of Au NPs	33
Figure 4.2	X-ray diffraction (XRD) patterns of graphene oxide (GO), reduced graphene oxide (RGO), Ag NPs and Ag-RGO nanocomposites with different Ag loading wt. ratios	35
Figure 4.3	X-ray diffraction (XRD) patterns of graphene oxide (GO), reduced graphene oxide (RGO), Au NPs and Au-RGO nanocomposites with different Au loading wt. ratios	36
Figure 4.4	HR-TEM images of (a) AgNPs, (b)10%wt Ag-RGO, (c) 20% wt Ag-RGO and (c) 30%wt Ag-RGO	37
Figure 4.5	HR-TEM images of (a) AuNPs, (b)10%wt Au-RGO, (c) 20% wt Au-RGO and (c) 30%wt Au-RGO	38
Figure 4.6	EDX spectra (a) and (b) represent Ag-RGO and Au-RGO nanocomposites, respectively	39