

## ABSTRACT

Functionalized multiwalled carbon nanotubes (MWCNTs) for the removal of mercury ion from aqueous solution were studied. This project had two parts, first part was the functionalization of MWCNTs using different method. Second, the performance study of the removal mercury ion using functionalized MWCNTs. Functionalization of MWCNTs was carried out using two separate methods. The first method was a gas phase treatment in a Universal Temperature Program (UTP) reactor by flowing  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{SO}_3$  vapour onto the MWCNTs. The second method was a liquid phase treatment which includes refluxing the MWCNTs in  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . All samples were heated at different temperatures (100, 200, 300 °C) for 2 hours. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) analysis shows the presence of oxygen and sulphur containing groups such as C=O, -COOH, S=O, C-S and O-H in all samples. Microscopic characterization by High Resolution Transmission Electron Microscopy (HRTEM) shows, there was some defective region on the outer wall and small amount of amorphous carbon impurities remained on carbon surfaces after purification process. Raman spectroscopy showed that the gas phase functionalized samples exhibits the highest D to G band intensity ( $I_D/I_G$ ) ratio as compared to liquid phase functionalized samples. The liquid phase functionalized sample creates fewer defects than gas phase from the strong intensity of graphite peak observed from X-ray Diffraction (XRD) technique. All functionalized samples shows the mesopores surface characteristic where the gas phase functionalized samples exhibits the high mesopores size distribution. The optimum condition of treatment was found to be at 200 °C for both gas and liquid phase. The gas phase functionalized MWCNTs exhibit the excellent characteristic with the highest acidic functional groups, greatest specific surface area and highest mesopores size distribution. Langmuir and Freundlich Isotherm models were used to test the adsorption experiment data. The gas (B7) and liquid (B10) phase functionalized

MWCNTs which treated at 200 °C, fits well the Langmuir Isotherm than pristine MWCNTs. The liquid phase adsorbent sample exhibit the highest maximum sorption capacity ( $q_m$ ) of 135.04 mg/g as compared to raw and gas phase functionalized MWCNTs samples.

## ABSTRAK

Penyingkiran ion merkuri dari larutan akueus menggunakan nanotub karbon multi-berdinding (MWCNTs) telah dikaji. Projek ini mempunyai dua bahagian, bahagian pertama adalah fungsionalisasi MWCNTs menggunakan dua kaedah yang berlainan. Kedua, kajian prestasi penyingkiran ion merkuri menggunakan MWCNTs yang difungsikan. Fungsionalisasi MWCNTs telah dijalankan dengan menggunakan dua kaedah berasingan. Kaedah pertama adalah rawatan fasa gas dalam reaktor Program Suhu Sejagat (UTP) dengan mengalir gas  $H_2SO_4/SO_3$  ke dalam MWCNTs. Kaedah kedua adalah rawatan fasa cecair termasuk reflux MWCNTs dalam  $H_2SO_4$ . Semua sampel telah dipanaskan pada suhu yang berbeza (100, 200, 300 °C) selama 2 jam. Spektroskopi Inframerah Penjelmaan Fourier (FTIR) analisis menunjukkan kehadiran kumpulan-kumpulan yang mengandungi oksigen dan sulfur seperti C=O, -COOH, S=O, C-S dan O-H dalam semua sampel. Mikroskopi Penjelmaan Elektron Resolusi Tinggi (HRTEM) menunjukkan, terdapat beberapa kawasan yang musnah pada dinding luar dan sedikit kekotoran karbon amorfus kekal pada permukaan karbon selepas proses penulenan. Spektroskopi Raman menunjukkan bahawa sampel yang difungsikan dengan fasa gas mempamerkan nisbah D kepada G ( $I_D/I_G$ ) tertinggi berbanding dengan sampel rawatan fasa cecair. Sampel rawatan fasa cecair mencipta kemusnahan yang kurang daripada fasa gas, diperhatikan daripada puncak grafit yang tinggi dari Teknik Pembelauan Sinar-X (XRD). Semua sampel yang difungsikan menunjukkan ciri-ciri permukaan mesopores di mana sampel yang difungsikan dengan fasa gas yang mempamerkan taburan saiz mesopores yang tinggi. Keadaan optimum rawatan didapati pada 200 °C untuk kedua-dua fasa gas dan cecair. MWCNTs yang difungsikan pada fasa gas mempamerkan ciri-ciri yang sangat baik kerana mempunyai kumpulan berasid tertinggi, luas permukaan yang besar dan taburan saiz mesopores tertinggi. Isoterma Langmuir dan Freundlich model telah digunakan untuk mengkaji data eksperimen

penjerapan. Fasa gas (B7) dan cecair (B10) MWCNTs yang difungsikan yang dirawat pada 200 °C, menepati Isoterma Langmuir daripada MWCNTs tulen. Sampel bahan penjerap fasa cecair mempamerkan kapasiti penyerapan maksimum tertinggi ( $q_m$ ) iaitu 135.04 mg/g berbanding MWCNTs tulen dan fasa gas MWCNTs yang difungsikan.