



کاهش پارا-نیتروفنول و اورتو-نیتروفنول با استفاده از مس(II) تثبیت شده بر روی سیلیکای مزوحفره KIT-5

علی حسین کیانفر *، عباس عبدالوند، علی رضا نجفی چر مهینی و محمد امین آر ایش دانشکده شیمی، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران (تاریخ دریافت: 1398/7/24 تاریخ پذیرش: 1399/6/31)

برای حذف و کاهش ترکیبهای سمی نیتروفنول از آبهای آلوده و پسابهای صنایع، بررسیهای بسیاری انجام و از روشهای گوناگون مانند جذب، اکسایش کاتالیستی، الکتروشیمیایی و غیره استفاده شدهاست. اما این روشها مشکلهایی از جمله حساسیت کم، هزینه بالا و مدت زمان طولانی دارند. یکی از روشهای مورد توجه دانشمندان در سالهای اخیر هیدروژندارکردن کاتالیستی نیتروفنولها و تبدیل آن به آمینوفنولهاست. از همین رو، در این مقاله تلاش شد تا با ساخت نانوکاتالیستهای ناهمگن، مواد سمی و سرطانزای نیتروفنول به مشتق آمینوفنول آن کاهش داده شوند. برای ساخت این نانو کاتالیستها، از مس(II) و لیگاند باز شیف سهندانه 1-((2-آمینو-نیتروفنیل ایمینو) متیل) نفتالن استفاده شد. لیگاند پس از تهیه با طیف سنجیهای فروسرخ و فر ابنفش مریی- شناسایی شد. سپس کاتالیستهای 5-((2-آمینو-نیتروفنیل ایمینو) متیل) نفتالن استفاده شد. لیگاند پس از تهیه با طیف سنجیهای فروسرخ و فر ابنفش مریی- شناسایی شد. سپس کاتالیستهای 5-((2-آمینو-نیتروفنیل ایمینو) متیل) نفتالن استفاده شد. لیگاند پس از تهیه با طیف سنجیهای فروسرخ و فر ابنفش مریی- شناسایی شد. سپس کاتالیستهای 5-((2-آمینو-نیتروفنیل ایمینو) متیل) نفتالن استفاده شد. لیگاند پس از تهیه با طیف سنجیهای فروسرخ و فر ابنفش مریی- شناسایی شد. سپس کاتالیستهای 5-(20) و اینو میز و سرطان رای زیروفنول به مشتق آمینوفول آن کاهش داده شوند. بر ای ساخت این نانو کاتالیستها، از مس(II) و لیگاند باز شیف سهندانه 1-((2-آمینو-نیتروفنیل ایمینو) متیل) نفتالن استفاده شد. لیگاند پس از تهیه با طیف سنجی همین می و با روشهای طیف الکترونی حالت جامد، طیف سنجی فروسرخ، پر اش و ایکش می مروس کوب الکترونی روبشی شناسایی شدند. در پایان، فعالیت کاتالیستهای تهیه شده در و اکنش کاهش پارا نیتروفنول به پارا آمینوفنول و و اینش کاهش اور تو نیتروفنول به اور تو آسین شناسایی شدند. در پایان، فعالیت کاتالیستهای تهیه مده در و اکنش کاهش پارا نیتروفنول به پارا آمینوفنول و و اکنش کاهش اور تو نیتروفنول به اور تو آمی شد. این تبدیل ها طیف سنجی فر ابنفش مریی دنبل شد. همچنین، قابلیت بازی

واژدهای كلیدی: سیلیكای KIT-5 میان حفره، كاتالیست ناهمكن، نانوكاتالیست، كاهش، نیتروفنول

مقدمه

باز های شیف گرو هی از ترکیب های آلی هستند که دار ای گروه عاملی ایمین (C=NR) هستند و از تراکم آمین های نوع اول با آلدهیدها یا كتون ها بهدست مى آيند. از أنجا كه نيتروژن باز هاى شيف به أسانى با فلز های و اسطه پیوند میدهند، معمو لا به عنو ان لیگاند بهکار میروند [1 و 2]. كمپلكس هايي كه به عنوان كاتاليست به كار ميروند از واكنش باز هاي شيف با فلز هاى واسطه تشكيل مىشوند. اين كمپلكس ها كاربردهاى فراوانی از جمله محافظت از فلز ها در بر ابر خوردگی [3]، کاربرد پزشکی [4]، ویژگی ضدقارچی [5]،ضدباکتری [6] و غیرہ دارند مواد متخلخل بر اساس اندازه قطر حفره به سه گروه ریزحفره، میانحفره و درشتحفره دستهبندی میشوند. ترکیب KIT-5 از دسته مواد متخلخل میانحفره است. میانحفرهها ویژگیهای فیزیکی و شیمیایی منحصربه فردی مانند مساحت سطح بالا، حجم بزرگ حفر مها، انداز م ذر مها، پایداری دمايي تا 800 درجه سانتيگراد و يايداري آبگرمايي بالا دارند. روشهاي تهيه مواد ميانحفره به دو صورت قالب بلور مايع كامل و تجمع خودبه خودی است [7]. نیتروأروماتیکها دستهای از مواد ألی هستند که در ساختار خود گروه عاملي نيترو دارند و با اتم كربن از طريق پیوندکوالانسی پیوند میدهند. این ترکیبها کاربر دهای فراوانی در سنتزهای شیمیایی دارند، اما بیشتر آن ها سمی و سرطانز ا هستند. نيتروفنول ها از تركيب هاي سمي موجود در پساب صنايع هستند كه از پیوند یک گروه نیترو به حلقهی فنولی بهدست می آیند. این گروه از مواد، در صنایع دارویی، رنگسازی، نساجی، لاستیکسازی و مواد منفجره کاربرد دارند که اگر تصفیه نشوند وارد منابع آبی شده و مشکلهای زیست محيطي زيادي را ايجاد ميكنند [8 و9]. پاراخيتروفنول و اورتو-نیتروفنول ها از مهمترین مشتق های نیتروفنول ها هستند که یک گروه هیدروکسیل در ساختار خود دارند و به واسطه این گروه هیدروکسیل

انحلالپذیری زیادی در آب دارند. همچنین، حضور گروه نیترو باعث افز ایش پایداری این ترکیب ها می شود [8و10]. روش های زیادی بر ای حذف این مواد از پساب های صنعتی وجود دارد. از جمله این روش ها میتوان به جذب، انعقاد، اسمز معکوس، تجزیه زیستی و شیمیایی، تخریب فوتوشیمیایی، تخریب میکروبی، اکسایش کاتالیستی، روش الکتروشیمیایی و تخریب فوتوکاتالیستی اشاره کرد. یکی از روش های مورد توجه کاهش فوتوکاتالیستی این مواد و تبدیل آن ها به مشتق آمینوفنول است [11 و 12].

در این مقاله لیگاند باز شیف سه دندانه (E)(L)-((2)-آمینو-نیتروفنیل-ایمینو)متیل)نفتالن سنتز و برای سنتز کمپلکس مس(II) استفاده گردید. کمپلکس تهیهشده برای ساخت کاتالیستهای مس(II) تثبیتشده بر بستر سیلیکای KIT-5 میانحفره استفاده شد. کاتالیست مس تهیهشده، در فرآیند کاتالیستی کاهش پارانیتروفنول و اورتونیتروفنول با هدف کم کردن مدت زمان واکنش بهکار رفت. همچنین، از لیگاندهای PPh و PBu برای بررسی کارایی و بازده این کاتالیستها استفاده شد.

بخش تجربى

تهيه ليكاند بازشيف

یک میلیمول (153/0 گرم) از 4- نیترو-2،1- فنیلندی آمین در 20 میلی لیتر متانول حل و سپس به آن یک میلیمول (0/172 گرم) از 2-هیدروکسی نفتالدهید حل شده در 30 میلی لیتر متانول افزوده شد. مطول واکنش به مدت 3 ساعت بازروانی شد. در طی واکنش، رسوب های نارنجی رنگی حاصل شد. رسوب ها صاف و با متانول شستشو داده شد. لیگاند تشکیل شده در مخلوط دی کلرومتان و متانول نوبلورسازی و جهت شناسایی و استفاده در مراحل بعدی نگه داری شد (شکل 1) [13].

تهيه كمپلكسها

(II) برای تهیه کمپلکس [(CuL(DMF)، یک میلیمول از نمک مس(II) استات در دیمتیلفرمآمید حل و به آن یک میلیمول از لیگاند سه دندانه

ايميل نويسنده مسئوول: akianfar@cc.iut.ac.ir



كاهش پاراخيتروفنول و اورتوخيتروفنول با.../جلد سوم، شماره اول، سال 1399





شکل 1. تهیه لیگاند باز شیف



شكل 2. طيف فروسرخ ليگاند بازشيف







پژوهش C های شیمی R

افزوده شد. واکنش به مدت سه ساعت باز روانی شد. پس از پایان واکنش، مخلوط واکنش به بشر منتقل شد و پس از تبخیر حلال رسوب کمپلکس به۔ دست آمد که پس از شستشو با متانول سرد، در دمای محیط خشک گردید.

تهیه کاتالیستهای مس با بستر 5-KIT

مقدار 1/1 گرم از کمپلکس مس در دیمتیل فرمامید حل و به بالنی حاوی 0/5 گرم سیلیکای KIT-5 میان حفره افزوده شد. به کاتالیست، مقدار یک میلیمول تریفنیل فسفین افزوده و واکنش به مدت 3 ساعت در دمای معمولی به همزده شد. در پایان، مخلوط واکنش صاف و چندین بار با اتانول مطلق شستشو داده شد.

كاهش پارانيتروفنول با كاتاليستها

نخست محلول ⁴⁻10 مولار از پارا انیتروفنول و محلول ²⁻10 مولار از سدیم بورو هیدرید تهیه شد. پیشرفت واکنش با دنبالکردن طیف الکترونی در زمان های گوناگون ارزیابی شد. محدوده طول موج از 250 تا 500 نانومتر است. جهت انجام واکنش کاتالیستی، نخست سل کوارتزی حلوی 2 میلیلیتر آب بدونیون به عنوان مرجع استفاده شد و سپس به سل مزبور، 1/5 میلیلیتر پارا نیتروفنول و 1/5 میلیلیتر سدیم بورو هیدرید افزوده شد. طیف محلول حاصل ثبت گردید. سپس 0003 گرم کاتالیست به سل افزوده و روند تغییر جذب پیک در 400 نانومتر دنبال گردید. نمودار سرعت کاهش پیک 400 نانومتر بر حسب زمان، جهت محاسبه ثابت سرعت رسم شد.

كاهش اورتو نيتروفنول با كاتاليست ها

نخست محلول ³⁻10 مولار از اورتو نیتروفنول و محلول ²⁻10 مولار از سدیم بورو هیدرید تهیه شد. پیشرفت و اکنش با دنبال کردن طیف الکترونی در زمان های گوناگون ارزیابی شد. محدوده طول موج از 250 تا 500 ناومتر است. جهت انجام و اکنش های کاتالیستی، نخست سل کوارتز حاوی 2 میلی لیتر آب دیونیزه به عنوان مرجع ثبت انتخاب شد. سپس به سل مزبور، 1/5 میلی لیتر از محلول اورتونیتروفنول و 5/0 میلی لیتر سدیم بورو هیدرید افزوده شد. طیف محلول حاصل ثبت گردید. سپس 0000 گرم از کاتالیستها به سل افزوده و روند تغییر جذب پیک در 240 نانومتر دنبال شد. نمودار سرعت کاهش پیک 420 نانومتر بر حسب زمان، جهت محاسبه ثابت سرعت رسم گردید.

بحث و نتیجهگیری

مشخصهيابى كاتاليستها

طیف فروسرخ لیگاند باز شیف در شکل 2 دیده می شود. نوار های NH₂ موجود در ¹-3474 cm⁻¹ و 3477 مربوط به گروه ایمین است و نوار ارتعاشی موجود در ناحیه ¹-1633 مربوط به گروه ایمین (C=N) است، نوار ارتعاشی موجود در ¹-1317 مربوط به گروه ایمین NO₂ نوار ارتعاشی در ¹-2001 مربوط به گروه OO و نوار ارتعاشی درناحیه ¹-2000 cm⁻¹ در شکل 3 آمده است. طیف فروسرخ کمپلکس (II)[(CuL(DMF)] در شکل 3 آمده است. بسامد ارتعاشی ¹⁻²⁰¹⁰ دیده می شود که نسبت به لیگاند آزاد در انرژی کمتری

مرتعش می شود. ارتعاشی که در ناحیه ¹- m600 دیده می شود، مربوط به گروه کربونیل دی متیل فر مامید کنوردینه شده به فلز است. گروه عاملی NO₂، دارای نوار های ارتعاشی متقارن در 1331 و نامتقارن در ¹- 1535 cm⁻¹ میان موجود در محدوده ¹- KIT میان حفره (شکل 4)، ارتعاش های موجود در محدوده ¹- 1647 و 3434 مربوط به گروه هیدروکسیل آب جذب شده بر روی سطح این ترکیب است. در این طیف، ارتعاش های کششی مربوط به O-Si و O-Si-O در بسامدهای تهیه شده (شکل های 5 و 6)، در محل نوار های مربوط به کمپلکس ها، شدت نوار ها تا حدودی افز ایش یافته است که مربوط به حضور کمپلکس ها، شدت سطح بستر است. در طیف فروسرخ کاتالیست های میان حفره، افزون بر ارتعاش های گفته شده، ارتعاش هایی با شدت کم در ناحیه ¹- 1000 وجود دارد که می تواند مربوط به بسامدهای ناحیه ارتعاشی لیگاند پیوند شده به کمپلکس ها باشد.

دادههای آنالیز عنصری کمپلکس تهیهشده در جدول 1 آورده شدهاست. این دادهها نشان میدهد که میان درصد نظری هر عنصر با درصد تجربی آن همخوانی قابل قبولی وجود دارد.

الگوهای پاراش پرتو ایکس زاویسه پایین باری در زاویه (CuL/KIT-5/PPh) و CuL/KIT-5/PPh) در زاویه KIT-5 در زاویه (CuL(DMF)) د KIT-5 در زاویه 0.5-8 بنت شده است (شکل 7). الگوی پراش برای 5-KIT با سه حفره و نشاندهنده وجود ساختاری با حفرههای بسیار منظم است، اما برای CuL(DMF)] د [CuL/KIT-5/PPh] و CuL(DMF)]، اگر چه ساختار به خوبی حفظ شدهاست اما پیکهای (200) و (220) دیده نمی شوند که به خاطر تغییر در دیواره حفرهها پس از می زید عام دار شدن است (می ایک و یا

تصویر های میکروسکوپ الکترونی روبشی بر ای 5-KIT ساختار ی با ذر مهای کروی را با سطح هموار نشان میدهد. همچنین تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی 5-KIT / [CuL(DMF)] ذر مهای انباشتهای را نشان میدهند که با پیوند ذر مهای کروی ایجاد شدهاند (شکل 8). با توجه به طیف EDX، حضور همه عنصر های کاتالیست تهیهشده تایید شد (شکل 9). نمودار هیستوگرام (شکل 10)، توزیع اندازه ذر مهای کاتالیست را در حدود 11/0 تا 10/50 میکرومتر نشان میدهد. میکروسکوپ الکترونی روبشی [CuL/KIT-5/PPh] ذر مهای میکروسلوپ الکترونی روبشی [unt/sith/sith] در های انباشتهای را نشان میدهند که با پیوند ذر مهای کروی ایجاد شدهاند (شکل انباشتهای را نشان میدهند که با پیوند ذر مهای کروی ایجاد شدهاند (شکل (شکل 12). در نمودار هیستوگرام توزیع اندازه ذر مها از حدود 2/30 تا (شکل 12). در نمودار هیستوگرام توزیع اندازه ذر مها از حدود 2/30 تا

شکل 14 همدماهای جذب و واجذب گاز نیتروژن را برای 5-KIT، [CuL]/KIT-5/PPh] و [CuL[/KIT-5/PPh] نــشان مـــیده. همچنین، نمودار پراکندگی قطر حفرهها نیز نـشان داده شـدهاست (شکل 15).

با توجه به الگوهای شرح داده شده مشخص است که این همدماها مربوط به نوع VI هستند و با هیسترسیسهای نوع H2 همخوانی دارند. هر دو الگو وجود میانحفره بودن مواد را ثابت میکنند. همچنین ثابت مانـــدن الگــو در کاتالیــستهـای KIT5/[CuL(DMF] و انست که ساختار بستر پس از اعمال (CuL]/KIT5/PPh





		ں أناليز عنصری	جدول 1 . دادههای
نام تركيب	CHN	نظرى	عملى
		(%)	(%)
	С	63/61	63/53
[CuL(DMF)]	Н	4/75	4/55
	N	8/24	8/19



شکل 4. طیف فروسرخ سیلیکای. KIT-5 میانحفره.



شكل 5. طيف فروسر خ كاتاليست [CuL]/KIT-5/PPh].





پژوهش C های شیمی R





شکل 7. الگوی پراش پرتو ایکس زاویه پایین 5-KIT (آبی)، 5-CuL(DMF)] (خاکستری) و CuL/KIT-5/PPh] (قرمز).



شكل 8. تصوير ميكروسكوپ الكتروني روبشي مربوط به كاتاليست 5-CuL(DMF)].







شكل 9. طيف پر اش انرژی پر تو ايكس مربوط به كاتاليست 5-CuL(DMF)].



شكل 10. نمودار هيستوگرام توزيع اندازه ذرههاي كاتاليست 5-KIT]/KIT].



شكل 11. تصوير ميكروسكوب الكتروني روبشي مربوط به كاتاليست [CuL]/KIT-5/PPh].





شكل 12. طيف پر اش انرژى پر تو ايكس مربوط به كاتاليست [CuL]/KIT-5/PPh].



شكل 13. نمودار هيستوگرام توزيع اندازه ذره هاي كاتاليست [CuL]/KIT-5/PPh].



شکل 14. منحنی همدمای جذب - واجذب نیتروژن کاتالیست KIT-5 (منحنی آبی)، 5-CuL(DMF)] (منحنی سبز)، (منحنى قرمز). [CuL]/KIT-5/PPh3







شکل 15. منحنی توزیع اندازه حفرههای KIT-5 (منحنی آبی)، CuL(DMF)]/KIT-5/PPh3 (منحنی قرمز)، CuL/KIT-5/PPh3 (منحنی سبز).

	مساحت ويژه	حجم حفره	قطر حفره
نمونه	$(m^2 g^{-1})$	$(cm^3 g^{-1})$	(nm)
KIT-5	916/47	0/5771	5/42
[CuL(DMF)]/KIT-5	436/97	0/1235	4/82
[CuL]KIT-5/PPh ₃	365/87	0/1014	4/26

جدول 2. نتايج مربوط به أناليز



شکل 16. سازوکار کاهش کاتالیتیکی پارا- و اورتو-نیتروفنول به پارا- و اورتو-آمینوفنول.

شرایط عاملدار شدن به خوبی حفظ شده است که این پایداری آن ها را نشان میدهد. همچنین، با قرار گیری کمپلکس درون حفره بخشی از فضای حفره اشغال شده و در نتیجه قطر حفره کمتر شده است [16 و17].

بررسى واكنشهاى كاتاليستى

کاهش پاراخیتر وفنول فعالیت کاتالیستی ترکیبهای سننزشده در واکنش کاهش پارانیتروفنول، در محیط آبی و در حضور سدیم بور هیدرید

و در دمای اتاق بررسی شد (سازوکار این واکنش در شکل 16 نشان داده شدهاست. برای دنبالکردن واکنش کاهش پار اخیتروفنول، از طیف سنجی جذبی فر ابنفش-مریی استفاده شد. پیک جذبی پار اخیتروفنول در ناحیه 318 نانومتر است که پس از افزودن سدیم بور هیدرید، به علت تشکیل یون پار ا-نیتروفنولات در محیط بازی، به طول موج 400 نانومتر جابهجا می شود. تشکیل یون پار اخیتروفنولات با تغییر رنگ از زردروشن به تیره قابل مشاهده است. کاهش پار اخیتروفنول به پار ا-آمینوفنول در حضور سدیم



كيانفر و.../جلد سوم، شماره اول، سال 1399





شكل 17. طيف الكتروني مريى- فر ابنغش كاهش پار انيتروفنول در حضور سيليكاي 5-KIT ميانحفره درمدت زمان 20 دقيقه.



شکل 18. طيف الکترونی فرابنفش-مریی کاهش پارا-نيتروفنول در حضور کاتاليست [CuL]/KIT-5/PPh] در مدت زمان 3 دقيقه.



شکل 19. نمودار $\ln(A/A_0)$ در مقابل زمان برای کاتالیست $\ln(A/A_0)$.







شكل 20. طيف الكتروني مريى- فر ابنفش كاهش پار انيتروفنول در حضور كاتاليست 5-KIT] (CuL(DMF) درمدت زمان 7 دقيقه.



شکل 21. نمودار (n(A/A₀) در مقابل زمان برای کاتالیست CuL(DMF)]/KIT-5 در کاهش پارانیتروفنول.



شكل 22. مقايسه سرعت كاهش پارانيتروفنول دو كاتاليست ناهمگن.



كيانفر و.../جلد سوم، شماره اول، سال 1399





شكل 23. طيف الكتروني فرابنفش مريى كاهش اورتو نيتروفنول در حضور سيليكاي ميانحفره 5-KIT در مدت زمان 20.



شكل 24. طيف الكتروني فرابنفش مريى كاهش اورتو-نيتروفنول در حضور كاتاليست 5-KIT[(DMF)] درمدت زمان 6 دقيقه.





كاهش پاراخيتروفنول و اورتوخيتروفنول با.../جلد سوم، شماره اول، سال 1399





شكل 26. طيف الكتروني مريى- فرابنفش كاهش اورتو ليتروفنول در حضور كاتاليست [CuL]/KIT-5/PPh] درمدت زمان 5 دقيقه.



شکل 27. نمودار (A/A₀) در مقابل زمان برای کاتالیست CuL]/KIT-5/PPh₃ کاهش اور تو نیتروفنول.











شكل 29. نمودار (A/A₀) در مقابل زمان برای بررسی قابلیت بازیابی كاتالیست [CuL]/KIT-5/PPh].

بور هیدرید و بدون کاتالیست، پیشرفت زیادی ندارد. با افزودن کاتالیست به محیط واکنش، شدت پیک در 400 نانومتر به سر عت کاهش مییابد و هم زمان پیک جدیدی در 300 نانومتر ایجاد میشود که این پیک ناشی از تشکیل پارا-آمینوفنول است.

کاهش پارا نیتروفنول در جضور سیلیکای KIT-5 میانحفره. در شکل 17، طیف فرابنفش-مریی مربوط به کاهش پارا نیتروفنول به پارا-آ مینوفنول در حضور سیلیکای میانحفره 5-KIT که در مدت زمان 20 دقیقه انجام شد، آورده شدهاست.

در شکل 18 طیف فر ابنفش-مریی مربوط. به کاهش پار اخیتروفنول به پار ا-آمینوفنول در حضور کاتالیست نشان داده شدهاست.این و اکنش در مدت زمان 180 ثانیه 3 دقیقه) انجام شد. ثابت سرعت این و اکنش با توجه به شکل 19، 0/0058 به دست آمد.

کاهش پارا نیتروفنول در حضور SIT-5/[(CuL(DMF)]، در شکل 20، طیف فر ابنفش مریی مربوط به کاهش پارا خیتروفنول به پارا ا آمینوفنول در حضور کاتالیست CuL(DMF)[/KIT-5 انشان داده شده-است. این واکنش در مدت زمان 420 ثانیه (7 دقیقه) انجام شد. ثابت سر عت این واکنش با توجه به شکل 21، 0/0037 به دستآمد. مقایسه سر عت دو کاتالیست در واکنش کاهش پارا خیتروفنول در شکل 22 نشان داده شدهاست.

واكنش كاهش اورتونيتروفنول. فعاليت كاتاليستى تركيبهاى تهيه-شده، در واكنش كاهش اورتو نيتروفنول با سديم بور هيدريد، در محيط آبى و در دماى اتاق بررسى شد (شكل 16). براى دنبال كردن واكنش كاهش اورتو نيتروفنول از طيف سنجى جذبى فر ابنفش مريى استفاده شد. پيک جذبى اورتو نيتروفنول در ناحيه 280 و 350 نانومتر است كه پس از افزودن سديم بور هيدريد، به علت تشكيل يون اورتو خيتر وفنو لات در محيط بازى، به طول موج 420 نانومتر جابهجا مى شود. تشكيل يون اورتو-نيتروفنولات با تغيير رنگ از زردروشن به تيره قابل مشاهده است. كاهش اورتو خيتروفنول به اورتو - آمينوفنول با سديم بور هيدريد و بدون كاتاليست ييشرفت زيادى ندارد. با افزودن كاتاليست به محيط واكنش، شدت پيک در 420 نانومتر به سرعت كاهش مىيابد.

در **کاهش اورتو نیتروفنول در حضور سیلیکای میانحفرہ 5-KIT.** در شکل 23 طیف فراینفش-مریی مربوط به کاهش اورتو نیتروفنول به

اورتو-آمینوفنول در حضور KIT-5 در مدت زمان 20 دقیقه را نشان میدهد و همانطور که مشاهده میشود، مجصولی بهدست نیامد.

کاهش اورتو نیتروفنول در حضور KIT-5/[CuL(DMF]. در شکل 24، طیف فر ابنفش مریی مربوط به کاهش اورتو نیتر وفنول به اورت و آمینوفن ول با سدیم بورو هیدرید در حضور کاتالیست KIT-5/[CuL(DMF]نشان داده شده است. این و اکنش در مدت زمان 360 ثانیه (6 دقیقه) انجام شد. ثابت سرعت این و اکنش با توجه به شکل 0/0031 به دست آمد.

کاهش اورتو نیتروفنول در حضور [CuL]/KIT-5/PPh]. در شکل 26، طیف فر ابنفش مریی مربوط به کاهش اور تو نیتر وفنول به اور تو آمینوفنول در حضور کاتالیست نشان داده شده است. این واکنش در مدت زمان 300 ثانیه (5 دقیقه) انجام شد. ثابت سر عت این واکنش با توجه به شکل 27، 0/0054 به ست آمد. مقایسه سر عت دو کاتالیست در واکنش کاهش اورتو نیتروفنول در شکل 28 آورده شده است.

بررسى بازيابى كاتاليست

جهت بررسی قابلیت بازیابی، واکنش کاهش پارا انبتروفنول در حضور کاتالیست [CuL]/KIT-5/PPh] انجام گردید. پس از آن کاتالیست جدا و با آب بدونیون شستشو داده شد. سپس، در یک واکنش جدید بهکار رفت. این کاتالیست تا چهار بار مورد استفاده قرار گرفت که یافتهها در شکل 29 نشان داده شدهاست. پس از هر بار بازیابی و انجام واکنش، واکنش تا کاملشدن ادامه یافت.

نتيجه گيري

در این مقاله کمپلکس مس بر پایهی لیگاند 1-((2-آمینو نیتروفنیل -ایمینو)متیل)نفتالن سنتز و کامپوزیت های 5-KIT/[CuL(DMF] و [CuL]/KIT-5/PPh] در شرایط بهینه سنتز و مشخصه یابی شدند. این ترکیب ها به عنوان کاتالیست در واکنش کاهش پارا نیتروفنول و اورتو-نیتروفنول با سدیم بورو هیدرید استفاده شدند. بررسی ویژگیهای کاتالیستی این ترکیب ها نشان داد که کاتالیست های تهیه شده، نسبت به سیلیکای این ترکیب ها نشان داد که کاتالیست های تهیه شده، نسبت به سیلیکای کارایی کاتالیستی بهتری از خود نشان دادند.



C.H. Chang, M. Basu, S. Pande, Langmuir 32 (2016) 10054.

- W. Dong, S. Cheng, C. Feng, N. Shang, S. Gao, C. Wang, Catal. Commun. 90 (2017) 70.
- H. Cavusoglu, B.Z. Buyukbekar, H. Sakalak, S. Kohsakowski, Retraction., Chem. Phys. Chem. 18 (2017) 1956.
- T.K. Das, S. Ganguly, P. Bhawal, S. Mondal, Das, Res. Chem. Intermed. 44 (2018) 1189.
- 12) P. Babgi, V.L. Roa, IJCS. (2016) 123.
- A.M. Farag, S.G. Teoh, H. Osman, S. Chantrapromma, H.-K. Fun, Acta Crystallographica Section E: Structure Reports Online. 66 (2010) 1227.
- 14) K. Tao, Q. Ma, N. Tsubaki, S. Zhou, L. Han, J. Mol. Catal. A: Chem. 15 (2016) 392016.
- 15) T. Tsoncheva, L. Ivanova, J. Rosenholm, M. Linden, Appl. Catal. B: Environ. 15 (2009) 365.
- R.J. Kalbasi, N. Mosaddegh, J. Solid State Chem. 1 (2011) 3095.
- 17) RJ. Kalbasi, A. Zirakbash, RSC Adv. 5 (2015) 12463.

 S.C. Bell, G.L. Conklin, S.J. Childress, J. Am. Chem. Soc. 85 (1963) 2868.

- J. Kjeld, C. Van Bommel, W. Verboom, H. Kooijman, A.L. Spek, N.D. Reinhoudt, Inorg. Chem. 37 (1998) 4197.
- سنتز و شناسایی تعدادی از کمپلکس های " پور عزیزی، ز، (3 بازشیف 2- هیدروکسی نفتالیدن 4- کلرو 2- آمینوفنول و 2-،دانشکده شیمی، "هیدروکسی نفتالیدن 2- آمینوفنول نیکل فسفین دانشگاه یاسوج، 1391.
- W. Radecka-Paryzek, I. Pospieszna-Markiewicz, M. Kubicki, Polymer. Inorg. Chim. Acta 360 (2007) 488.
- 5) A. Franaz, et al., J. Mol. Struct. 969.1 (2010) 192.
- L. Rover Jr, C.A.B. Garcia, G.D.O. Neto, L.T. Kubota, F. Galembeck, Anal. Chim. Acta 366 (1998) 103.
- F. Kleitz, D. Liu, G.M. Anilkumar, L.A. Park, A.N. Solovyov, I.S. Shmakov, R. Ryoo, J. Phys. Chem. B 107 (2003) 14296.
- 8) P. Fageria, S. Uppala, R. Nazir, S. Gangopadhyay,

مراجع