دانشگاه بیرجند

دانشکده علوم

پایان‌نامه کارشناسی ارشد شیمی آلی

عنوان:

سنتز و فعالیت کاتالیزوری نانو آلومینا

استاد راهنما:

دکتر معصومه جعفرپور

استاد مشاور:

دکتر عبدالرضا رضایی فرد

نگارش:

امین چیتگر کاخکی

مهر ۱۳۹۱

تقدیم به:

خدایی که آفرید

جهان را، انسان را، عقل را، علم را، معرفت را، عشق را

و به کسانی که عشقشان را در وجودم دمید.

تقدیم به کسانی که نفسم به نفسشون بنده:

ای پدر از تو هر چه می گویم باز هم کم می آورم

خورشیدی شدی و از روشنایی ات جان گرفتم و در ناامیدی ها نازم را

کشیدی و لبریزم کردی از شوق

اکنون حاصل دستان خسته ات رمز موفقیتم شد

به خودم تبریک می گویم که تو را دارم و دنیا با همه بزرگیش مثل تو را

ندارد....

و تو ای مادر، ای شوق زیبایی نفس کشیدن

ای روح مهربان هستی ام

تو رنگ شادی هایم شدی و لحظه های بد را با تمام وجود از من دور کردی و

عمری خستگی ها را به جان خریدی تا اکنون توانستی طعم خوش

پیروزی را به من بچشانی

دوستت دارم مادر بیش از بی نهایت.....

تقدیم به مهربان فرشتگانی که:

لحظات ناب باور بودن، لذت و غرور دانستن، جسارت خواستن، عظمت رسیدن و تمام تجربه های یکتا و زیبای زندگیم، مدیون حضور سبز آنهاست.

شکر و سپاس خدا را که بزرگترین امید و یاور در لحظه لحظه زندگیست.

نمی توانم معنایی بالاتر از تقدیر و تشکر بر زبانم جاری سازم و سپاس خود را در وصف استادان خویش آشکار نمایم، که هرچه گویم و سرایم، کم گفته ام.

تشکر میکنم از استاد راهنمای عزیز و گرانقدرم دکتر معصومه جعفرپور که با تلاش و راهنمایی های بی شائبه شان بنده را یاری نمودند، بی شک تهیه و تدوین این پایان نامه بدون کمک و راهنمایی های ایشان و البته صبوریشان امکان پذیر نبود، سلامتی و توفیق روز افزون را از خداوند منان برای ایشان آرزومندم.

از استاد مشاور گرامی جناب آقای دکتر رضایی فرد که به حق مشاوره ها و راهنمایی های ایشان رو تشکر اینجانب در به اتمام رساندن این پایان نامه بود، کمال تشکر را دارم.

از اساتید گرامی سرکار خانم دکتر باقرزاده و جناب آقای دکتر ناصری که در بازنگری و تدوین این پایان نامه قبول زحمت کردند نهایت تشکر را دارم.

از تمامی اساتید، کارشناسان و مسئولین محترم گروه شیمی دانشگاه بیرجند که در طول انجام این پروژه مرا یاری نمودند صمیمانه تشکر و قدردانی می نمایم.

در نهایت از دوستان و هم آزمایشگاهی های خوبم

آقایان: اخلاقی، محمدزاده، دوستی، یاسین زاده، کاکاعبدالله، بحری، همتی، عمادی، متحدین، حداد، مقبولی، حسینی، پریزاد، مظفرپور و موسوی

و خانم ها: قهرمانی نژاد، طیبی، رضاپور، جعفری، بمانی، وفا، فرشید، سلطانی، سیدی

کمال تشکر را دارم.

چکیده:

در این پایان نامه، کاتالیزورهای نانو آلفا آلومینا و نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن به وسیله روش ساده سل – ژل در دمای کلسینه ۷۰۰ درجه سانتیگراد و به وسیله XRD، FT-IR، RAMAN، TEM، BET و TPD شناسایی شدند.

نتایج نشان داد که نانو آلومینا در فاز آلفا و نانو هیبرید به صورت $Al_2(MoO_4)_3$ در سیستم ارتورومبیک سنتز شده است. با استفاده از تصاویر TEM مشخص گردید که نانو ذرات آلفا آلومینا کروی هستند و اندازه آن ها بین ۵۰-۲۵ نانومتر است و نانو ذرات هیبرید نیز کروی و سایز آن ها بین ۳۰-۱۵ نانومتر است.

سپس خاصیت کاتالیزوری نانو آلفا آلومینا در سنتز سولفانامیدها با استفاده تراکم آمین ها با سولفونیل کلرایدها بررسی شد. در این روش ترکیبات آروماتیک غیرفعال نیز به خوبی واکنش می دهند. همچنین نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن به عنوان یک کاتالیزور فعال، قابل بازیافت، انتخاب پذیر و ناهمگن در واکنش های اکسیداسیون اُلفین ها و سولفیدها در حضور H_2O_2 و TBHP به کار رفت.

فهرست مطالب

مقدمه..... ۲

۱-۱ آلومینا (Al_2O_3)..... ۲

۱-۲ ماهیت و ساختار آلومینا..... ۳

۱-۲-۱ نانو آلومینا..... ۵

۱-۲-۲ γ-آلومینا..... ۸

۱-۲-۲-۱ فرآیندهای ساخت و تولید گاما آلومینای نانو ساختار..... ۸

۱-۲-۲-۲ بررسی نانو ذرات گاما آلومینای تولید شده به روشهای متفاوت..... ۹

۱-۲-۲-۳ کاربردهای گاما آلومینا..... ۱۳

۱-۲-۳ α-آلومینا..... ۱۴

۱-۲-۳-۱ بررسی فرآیندهای ساخت و تولید نانو آلفا آلومینا به روشهای متفاوت..... ۱۵

۱-۲-۳-۲ کاربردهای آلفا آلومینا..... ۲۷

۱-۳ ترکیبات هیبریدی..... ۲۷

۱-۳-۱ کاربردهای هیبریدها..... ۳۱

۱-۳-۲ سنتز هیبریدها..... ۳۳

هدف از پروژه..... ۳۷

فصل دوم..... ۳۸

۲-۱ مواد و دستگاه های مورد استفاده.....۳۹

۲-۱-۱ مواد شیمیایی.....۳۹

۲-۱-۲ دستگاه های مورد استفاده.....۳۹

۲ـ۲ روش سنتز نانو ذرات آلومینا به روش سل ـ ژل.....۴۰

۲-۳ کاربرد کاتالیزوری نانو آلفا آلومینا.....۴۱

۲-۳-۱ سنتز مشتقات سولفونامیدها در حضور نانو آلفا آلومینا.....۴۱

۲-۳-۱-۱ روش عمومی برای سنتز مشتقات سولفونامیدها در حضور نانو آلفا آلومینا.....۴۲

۲-۳-۱-۲ روش نمونه برای افزایش ۴-متوکسی آنیلین به ۴-متیل بنزن سولفونیل کلرید.....۴۲

۲-۴ سنتز هیبرید نانو آلومینا-مولیبدن به روش سل ژل.....۴۳

۲-۵ کاربرد کاتالیزوری نانو هیبرید آلومینا – مولیبدن.....۴۳

۲-۵-۱ اکسیداسیون آلکن ها درحضور نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۴۳

۲-۵-۱-۱ روش عمومی اکسیداسیون آلکن ها درحضور نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰)....۴۳

۲-۵-۱-۲ روش نمونه برای اکسیداسیون سیکلواکتن در حضور TBHP.....۴۴

۲-۵-۱-۳ روش نمونه برای اکسیداسیون سیکلواکتن در حضور H_2O_2.....۴۴

۲-۵-۲ اکسیداسیون سولفیدها درحضور نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۴۴

۲-۵-۲-۱ روش عمومی برای اکسیداسیون سولفیدها درحضور نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۴۴

۲-۵-۲-۲ روش نمونه برای اکسیداسیون فنیل متیل سولفید در حضور TBHP.....۴۵

۲-۵-۲-۳ روش نمونه برای اکسیداسیون فنیل متیل سولفید در حضور H_2O_2.....۴۵

فصل سوم.....۴۶

۳-۱ نتایج حاصل از آنالیز نانو کاتالیست آلفا آلومینا.....۴۷

۳-۱-۱ بررسی نتایج پراش اشعه X ایکس نانو ذرات آلفا آلومینا.....۴۷

۳-۱-۲ نتایج مطالعات میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مربوط به نانو آلفا آلومینا.....۴۹

۳-۱-۳ نتایج مطالعات آنالیز حرارتی پویشی TGA نانو آلفا آلومینا.....۵۰

۳-۱-۴ مطالعات طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FT_ IR) مربوط به نانو آلفا آلومینا.....۵۱

۳-۲ کاربرد کاتالیزوری نانو آلفا آلومینا.....۵۲

۳-۲-۱ سنتز مشتقات سولفونامیدها در حضور کاتالیزور نانو آلومینا در شرایط بدون حلال.....۵۲

۳-۲-۱-۱ بحث و نتایج.....۵۳

۳-۲-۱-۲ فعالیت و پایداری کاتالیزور نانو آلفا آلومینا.....۶۰

۳-۳ نتایج حاصل از آنالیز نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۶۲

۳-۳-۱ بررسی نتایج پراش اشعه X ایکس نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۶۲

۳-۳-۲ نتایج مطالعات میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۶۵

۳-۳-۳ نتایج مطالعات آنالیز حرارتی پویشی TGA نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۶۶

۳-۳-۴ مطالعات طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FT_ IR) نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۶۷

۳-۳-۵ مطالعات طیف سنجی رامان مربوط به نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن.....۶۸

۳-۳-۶ اندازه گیری سطح (BET) نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن.....۶۹

۳-۳-۷ آنالیز دفع با برنامه دمایی (TPD).....۷۰

۳-۴ کاربرد کاتالیزوری نانو هیبرید آلومینا – مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۷۱

۳-۴-۱ فعالیت کاتالیزوری هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن در اکسیداسیون آلکن ها به وسیله TBHP.....۷۱

۳-۴-۱-۱ انتخاب مناسب ترین حلال برای واکنش اپوکسایش سیکلواکتن.....۷۲

۳-۴-۱-۲ انتخاب مناسب ترین مقدار حلال برای واکنش اپوکسایش سیکلو اکتن.....۷۳

۳-۴-۱-۳ انتخاب مناسب ترین دما برای واکنش اپوکسایش سیکلواکتن.....۷۴

۳-۴-۱-۴ انتخاب مناسب ترین مقدار کاتالیزور برای واکنش اپوکسایش سیکلواکتن.....۷۵

۳- ۴-۱-۵ انتخاب مناسب ترین مقدار مولی TBHP برای واکنش اپوکسایش سیکلواکتن.....۷۵

۳-۴-۱-۶ بررسی تاثیر ماهیت اکسیدکننده.....۷۶

۳-۴-۱-۷ اکسایش انواع اولفین ها با استفاده از TBHP در حضور کاتالیزور نانو هیبرید آلومینا – مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۷۷

۳-۴-۲ فعالیت کاتالیزوری هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰) در اکسیداسیون آلکن ها به وسیله H_2O_2.....۸۰

۳-۴-۲-۱ انتخاب مناسب ترین حلال برای واکنش اپوکسایش سیکلواکتن.....۸۰

۳-۴-۲-۲ انتخاب مناسب ترین مقدار حلال برای واکنش اپوکسایش سیکلو اکتن.....۸۱

۳-۴-۲-۳ انتخاب مناسب ترین دما برای واکنش اپوکسایش سیکلواکتن.....۸۲

۳-۴-۲-۴ انتخاب مناسب ترین مقدار کاتالیزور برای واکنش اپوکسایش سیکلواکتن.....۸۳

۳-۴-۲-۵ انتخاب مناسب ترین مقدار مولی H_2O_2 برای واکنش اپوکسایش سیکلواکتن.....۸۳

۳-۴-۲-۶ بررسی تاثیر ماهیت اکسید کننده.....۸۴

۳-۴-۲-۷ اکسایش انواع اولفین ها با استفاده از H_2O_2 در حضور کاتالیزور نانو هیبرید آلومینا – مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۸۵

۳-۴-۲-۸ فعالیت و پایداری کاتالیزور نانو هیبرید در اپوکسایش اولفین ها.....۸۷

۳-۴-۳ اکسایش سولفیدها با استفاده از H_2O_2 در حضور کاتالیزور نانو هیبرید آلومینا – مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۸۹

۳-۴-۳-۱ انتخاب مناسب ترین حلال برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۰

۳-۴-۳-۲ انتخاب مناسب ترین مقدار حلال برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۱

۳-۴-۳-۳ انتخاب مناسب ترین دما برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۲

۳-۴-۳-۴ انتخاب مناسب ترین مقدار کاتالیزور برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۲

۳-۴-۳-۵ انتخاب مناسب ترین مقدار مولی H_2O_2 برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۳

۳-۴-۳-۶ بررسی تاثیر ماهیت اکسید کننده.....۹۳

۳-۴-۳-۷ اکسایش انواع سولفیدها با استفاده از H_2O_2 در حضور کاتالیزور نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۹۴

۳-۴-۴ اکسایش سولفیدها با استفاده از TBHP در حضور کاتالیزور نانو هیبرید آلومینا – مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۹۶

۳-۴-۴-۱ انتخاب مناسب ترین حلال برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۶

۳-۴-۴-۲ انتخاب مناسب ترین مقدار حلال برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۷

۳-۴-۴-۳ انتخاب مناسب ترین دما برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۸

۳-۴-۴-۴ انتخاب مناسب ترین مقدار کاتالیزور برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۸

۳-۴-۴-۵ انتخاب مناسب ترین مقدار مولی TBHP برای واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۹۹

۳-۴-۴-۶ اکسایش انواع سولفیدها با استفاده از TBHP در حضور کاتالیزور نانو هیبرید آلومینا – مولیبدن (۷۰ به ۳۰).....۹۹

۳-۴-۴-۸ فعالیت و پایداری کاتالیزور نانو هیبرید در اکسایش سولفیدها.....۱۰۱

۳-۵ نتیجه گیری.....۱۰۲

فهرست جداول **صفحه**

جدول ۱-۱ پارامترها و نتایج آزمایش..... ۱۰

جدول ۳-۱ بررسی مقدار کاتالیزور در تراکم ۴-کلرو آنیلین (2mmol) و ۴-متیل بنزن سولفونیل کلراید (1mmol)در حضور کاتالیزور نانو آلومینا دردمایC° 50 ..... ۵۴

جدول ۳-۲ تاثیر افزایش دما در سنتز سولفونامید (۴-کلرو آنیلین (2 mmol) و ۴-متیل بنزن سولفونیل کلراید ((1mmol)..... ۵۵

جدول ۳-۳ سنتز مشتقات سولفونامیدها در حضور نانو آلفا آلومینا در شرایط بدون حلال در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد..... ۵۶

جدول ۳-۴ مقایسه فعالیت کاتالیزوری نانو آلفا آلومینا با سایر کاتالیزورهای بالک آلومینا..... ۶۰

جدول ۳-۵ داده های آنالیز BET..... ۷۰

جدول ۳-۶ اثر ماهیت حلال بر واکنش اپوکسایش سیکلو اکتن با TBHP..... ۷۲

جدول ۳-۷ بررسی اثر میزان حلال بر روی واکنش..... ۷۴

جدول ۳-۸ بررسی اثر دما بر واکنش اپوکسایش سیکلو اکتن..... ۷۴

جدول ۳-۹ بررسی اثر مقدار کاتالیزور بر روی واکنش..... ۷۵

جدول ۳-۱۰ بررسی اثر میزان اکسنده بر روی واکنش..... ۷۶

جدول ۳-۱۱ بررسی اثر ماهیت اکسنده بر واکنش..... ۷۷

جدول ۳-۱۲ اپوکسایش آلکن های مختلف با TBHP در حضور کاتالیزور نانو..... ۷۸

جدول ۳-۱۳ بررسی اثر نوع حلال بر واکنش..... ۸۰

جدول ۳-۱۴ بررسی اثر میزان حلال بر واکنش..... ۸۲

جدول ۳-۱۵ بررسی اثر دما بر روی واکنش..... ۸۲

جدول ۳-۱۶ بررسی اثر مقدار کاتالیزور بر واکنش..... ۸۳

جدول ۳-۱۷ بررسی اثر میلی مول اکسنده بر واکنش..... ۸۴

جدول ۳-۱۸ بررسی تاثیر ماهیت اکسید کننده..... ۸۵

جدول ۳-۱۹ اپوکسایش آلکن های مختلف با H_2O_2 در حضور کاتالیزور نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰)..... ۸۶

جدول ۳-۲۰ بررسی اثر نوع حلال بر روی واکنش اکسایش سولفید..... ۹۱

جدول ۳-۲۱ بررسی اثر مقدار حلال بر واکنش اکسایش سولفید..... ۹۲

جدول ۳-۲۲ بررسی اثر دما بر روی واکنش اکسایش سولفید..... ۹۳

جدول ۳-۲۳ بررسی مقدار بهینه کاتالیزور نانو هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن (۷۰ به ۳۰)..... ۹۳

جدول ۳-۲۴ بررسی اثر میلی اکی والان اکسنده بر واکنش..... ۹۴

جدول ۳-۲۵ بررسی تاثیر ماهیت اکسید کننده..... ۹۵

جدول ۳-۲۶ اکسایش سولفید با H_2O_2 در حضور کاتالیزور نانو.....۹۶

جدول ۳-۲۷ بررسی اثر نوع حلال بر روی واکنش.....۹۸

جدول ۳-۲۸ بررسی اثر مقدار حلال بر واکنش.....۹۹

جدول ۳-۲۹ بررسی اثر دما بر روی واکنش.....۹۹

جدول ۳-۳۰ بررسی مقدار بهینه کاتالیزور.....۱۰۰

جدول ۳-۳۱ بررسی اثر میلی اکی والان اکسنده بر واکنش.....۱۰۰

جدول ۳-۳۲ اکسایش سولفید با TBHP در حضور کاتالیزور نانو.....۱۰۱

جدول ۳-۳۳ بررسی میزان پایداری کاتالیزور در واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۱۰۳

جدول ۳-۳۴ بررسی میزان پایداری کاتالیزور در واکنش اکسایش متیل فنیل سولفید.....۱۰۳

فهرست اشکال **صفحه**

شکل ۱-۱ گذارهای گرمایی آلومینا.....۴

شکل ۱-۲ الگوی XRD پودرهای a: کای آلومینا b: کاپا آلومینا c: گاما آلومینا d: دلتا آلومینا e: تتا آلومینا f: اتا آلومینا g: آلفا آلومینا.....۶

شکل ۱-۳ طیف FT-IR در دماهای کلسینه متفاوت.....۶

شکل ۱-۴ داده های XRD مربوط به آلومیناهای گذاری و اکسیدها.....۷

شکل ۱-۵ نانو ذرات گاما آلومینا A: TEM B: ناحیه انتخابی الگوی پراکندگی الکترونی SEM :C.....۱۰

شکل ۱-۶ تصاویر TEM نانو آلومینا (شماره ها طبق جدول ۱-۱).....۱۱

شکل ۱-۷ طیف XRD نانو ذرات سنتز شده.....۱۲

شکل ۱-۸ تصاویر TEM نانو ذرات گاما آلومینا.....۱۲

شکل ۱-۹ نمودار TPD گاما آلومینا.....۱۳

شکل ۱- ۱۰ تصویر TEM نانو آلفا آلومینای سنتز شده با دمای کلسینه $1200^{\circ}C$ ۱۵

شکل ۱-۱۱ الگوی XRD مربوط به نمونه های آلومینا با دمای کلسینه متفاوت.....۱۶

شکل ۱-۱۲ تصویر SEM مربوط به نانو ذرات آلفا آلومینای سنتز شده به روش سل – ژل.....۱۶

شکل ۱-۱۳ الگوی XRD نانو ذرات تهیه شده از مواد معدنی OSA.....۱۷

شکل ۱-۱۴ تصویر TEM نانو ذرات آلفا آلومینا..... ۱۸

شکل ۱-۱۵ دیاگرام سنتز نانو آلفا آلومینا به روش رسوبی..... ۱۹

شکل ۱-۱۶ الگوی XRD ژل خشک شده و سایر نمونه ها در دماهای کلسینه متفاوت..... ۱۹

شکل ۱-۱۷ تصویر a TEM) ژل اولیه b) دمای 500 ˚C..... ۲۰

شکل ۱-۱۸ پروسه سنتز نانو ذرات آلومینا..... ۲۱

شکل ۱-۱۹ الگوهای XRD آلومینا در شرایط..... ۲۲

شکل ۱-۲۰ تصاویر SEM پودرهای آلومینا..... ۲۳

شکل ۱-۲۱ تصاویر TEM پودرهای آلومینا..... ۲۴

شکل ۱-۲۲ شماتیک از دستگاه اسپری پایرولیز شعله ای..... ۲۴

شکل ۱-۲۳ الگوی XRD ذرات اسپری شده..... ۲۵

شکل ۱-۲۴ الگوی XRD نانو ذرات کلسینه شده در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد..... ۲۵

شکل ۱-۲۵ تصویر TEM مربوط به نانو ذرات اسپری شده..... ۲۶

شکل ۱-۲۶ نانو ذرات کلسینه شده در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد..... ۲۶

شکل ۱-۲۷ تفاوت های محتمل میان ترکیب و ساختار مواد هیبریدی..... ۲۸

شکل ۱-۲۸ انواع برهمکنش های میان مواد..... ۲۹

شکل ۱-۲۹ طبقه بندی مواد بر اساس اندازه آن ها..... ۳۰

شکل ۱-۳۰ تفاوت ساختار میان نانو کامپوزیت آلی - معدنی و هیبرید آلی – معدنی.....۳۱

شکل ۱-۳۱ نمایی از تاثیر هیبرید ها در جوامع علمی و صنعتی.....۳۲

شکل ۱-۳۲ تصویر TEM نانو ذرات آلومینا در N,N-دی متیل استامید به وسیله همزن مکانیکی(a) و به وسیله همزن ماورای صوت(b).....۳۳

شکل ۱-۳۳ تصویر TEM هیبرید آلومینا/پلی آمید با درصدهای متفاوتی از آلومینا.....۳۳

شکل ۱-۳۴ تصویر TEM هیبرید آلومینا – سیلیکا.....۳۴

شکل ۱-۳۵ تصاویر TEM ترکیبات.....۳۵

شکل ۱-۳۶ تصاویر HRTEM از نانو ذرات.....۳۵

شکل ۱-۳۷ فاز آنالیز آلومینا با ۱۵ درصد زیرکونیا کلسینه شده در دماهای متفاوت.....۳۶

شکل ۱-۳۸ تصویر TEM هیبرید آلومینا – ۱۵٪ زیرکونیا.....۳۷

شکل ۲-۱ پروسه سنتز نانو ذرات آلومینا.....۴۱

شکل ۳-۱ الگوی پراش اشعه ایکس آلومینا.....۴۸

شکل ۳-۲ تصاویر TEM آلفا نانو آلومینا.....۵۰

شکل ۳-۳ نمودار TGA و DTGA پودر اولیه ماده سنتزی آلومینا.....۵۱

شکل ۳-۴ طیف FT – IR نمونه نانو آلومینا.....۵۲

شکل ۳-۵ واکنش افزایش آمین ها به سولفونیل کلریدها.....۵۶

شکل ۳-۶ طیف FT-IR نانو آلفا آلومینا A: قبل از واکنش B: پس از واکنش سنتز سولفونامیدها.....۶۱

شکل ۳-۷ الگوی XRD مربوط به نسبت ۹۰:۱۰ از اکسید مولیبدن : آلومینا.....۶۳

شکل ۳-۸ الگوی XRD مربوط به نسبت ۸۰:۲۰ از اکسید مولیبدن : آلومینا.....۶۳

شکل ۳-۹ الگوی XRD مربوط به نسبت ۷۰:۳۰ از اکسید مولیبدن : آلومینا.....۶۴

شکل ۳-۱۰ الگوی XRD مربوط به نسبت ۶۰:۴۰ از اکسید مولیبدن : آلومینا.....۶۴

شکل ۳-۱۱ تصاویر TEM نانو هیبرید آلومینا مولیبدن.....۶۶

شکل ۳-۱۲ نمودار TGA پودر سنتزی هیبرید آلومینا – مولیبدن.....۶۷

شکل ۳-۱۳ طیف FT-IR مربوط به نمونه هیبرید آلومینا – اکسید مولیبدن.....۶۸

شکل ۳-۱۴ طیف رامان هیبرید آلومینا-اکسید مولیبدن.....۶۹

شکل ۳-۱۵ نمودار NH3-TPD هیبرید آلومینا-اکسید مولیبدن.....۷۱

شکل ۳-۱۶ طیف FT-IR نانو هیبرید A: قبل از واکنش B: پس از واکنش اپوکسا یش اولفین ها در سیستم (TBHP/DCE).....۹۰

اختصارات:

XRD……. X-ray Diffraction

TGA…… Thermogravimetric Analysis

SEM……. Scanning Electron Microscopy

TEM……..... Transition Electron Microscopy

NMR…….. Nuclear Magnetic Resonance

TLC…….…… Thin Layer Chromatography

R.T……...……... Room Temperature

S.F..……..…...……... Solvent Free

TPD……...……Temperature Programmed Desorption

BET……. Brunauer , Emmett , teller

DCE…….……Di Choloro Ethan

TBHP……...……..Tert-Butyl Hydroperoxide

فصل اول

مقدمه

مقدمه

کاتالیزور به عنوان یک ترکیب شیمیایی در نظر گرفته می شود کـه دارای خاصـیت تسـریع کننـدگی و جهـت دهندگی بر یک واکنش شیمیایی که از نظر ترمودینامیکی امکان پذیر است، می باشد. هنگامی که کاتالیزور بـه صورت محلول در محیط واکنشی است "کاتالیزور همگن" و وقتی که کاتالیزور فازی مجزا از فاز واکنش تشکیل میدهد "کاتالیزور ناهمگن" نامیده می شود. مهمترین عیـب کاتـالیزور همگـن، مشـکل جداسـازی کاتـالیزور از محصول است، در حالی که کاتالیزور ناهمگن به روش‌های ساده‌ای مانند صاف کردن یا سـانتریفیوژ کـردن جـدا می‌شوند، برای جداسازی کاتالیزور همگن از مخلوط واکنش، از فرآیندهای پیچیده‌ای مانند تقطیـر، اسـتخراج و تعویض یون استفاده می‌شود که یا هزینه بر بودن و یا مشکلات زیست محیطی ایجاد می‌کنند [۱].

۱-۱ آلومینا (Al_2O_3)

اکسید آلومینیوم (Al_2O_3) یک خانواده از ترکیبات غیرآلی با فرمول شـیمیایی Al_2O_3 اسـت. ایـن اکسـید یـک اکسید آمفوتر مهم است. اکسید آلومینیوم نام های تجاری متنوعی مانند آلومینا، کورانـدوم[۱] و.... دارد. نـام هـای تجاری متنوع اکسید آلومینیوم نشان دهنده ی گستره ی وسیع استفاده از این ماده در صنعت است. استفاده ی عمده از اکسید آلومینیوم برای تولید فلز آلومینیوم است. این ماده، به عنوان ساینده (به خاطر سختی بالا) و بـه عنـوان یـک مـاده ی دیرگـداز (بـه خـاطر دمـای ذوب بـالا) مـورد اسـتفاده قـرار مـی گیـرد. کوراندوم عمده ترین فرم کریستالی اکسید آلومینیوم است که در طبیعـت وجـود دارد. یـاقوت سـرخ[۲] و یـاقوت کبود[۳] سنگ های گران بهایی هستند که از کوراندوم تشکیل شده اند. علت وجود رنگ های متنوع در این گونـه آلومینا (کوراندوم) در اثر وجود ناخالصی هاست. یاقوت سرخ، رنگ قرمز خود را به دلیل وجـود ناخالصـی کـروم

[۱] corundum
[۲] Ruby
[۳] Sapphire