

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشگاه شاهرود

مدیریت تحصیلات تکمیلی

دانشکده علوم پایه

گروه شیمی

پایان نامه تحصیلی برای دریافت درجه کارشناسی ارشد در رشته شیمی معدنی

عنوان:

سنتز، بررسی ساختار بلوری و آنالیز سطح هرشفلد پلیمر کوئوردیناسیونی جدید
Rb-Cu و ارزیابی فعالیت کاتالیزوری آن پس از تثبیت، در واکنش‌های جفت شدن
اکسایشی

استاد راهنما:

دکتر زهره رزم آرا

استاد مشاور:

دکتر اسماعیل سنچولی

پژوهشگر:

الهه میر

بهار ۱۴۰۳

چکیده

در سال‌های اخیر، پیشرفت‌های زیادی در زمینه کاربرد کمپلکس‌های فلزات واسطه در بیولوژی، شیمی درمانی، سیستم‌های دارورسان، مغناطیس، تصویربرداری، اکسیداسیون ترکیبات آلی و غیره صورت گرفته است. جفت شدن اکسایشی ترکیبات آلی یکی از فرایندهای مهمی است که فلزات واسطه به عنوان کاتالیزورهای موثر در آن عمل می‌کنند. از جفت شدن اکسایشی تیول‌ها در حضور کمپلکس‌های عناصر واسطه دی سولفیدها حاصل می‌شوند. دی سولفیدها از ترکیبات مهمی هستند که در تهیه داروها مورد استفاده قرار می‌گیرند و نقش مهمی در پدیده‌های شیمیائی و بیومولکولی و صنعتی دارند. پیوندهای دی سولفید در پروتئین‌ها نیز دیده می‌شود. در این تحقیق یک پلیمر کوئوردیناسیونی جدید Rb (I)-Cu(II) در حضور لیگاند پیریدین ۲،۶ دی کربوکسیلیک اسید سنتز شد $[(\text{Rb}(\text{OH}_2)_6\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4 \text{Rb}_2 (\text{dipic})_4(\text{OH}_2)_2)]_n \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (کاتالیزور ۱). پلیمر سنتز شده توسط روش‌های مختلفی مانند آنالیز عنصری (CHN)، طیف سنجی مادون قرمز (FT-IR) طیف سنجی پراش پرتو ایکس (EDX) و پراش پرتو ایکس تک بلور (SC-XRD) شناسایی شد. سطح هیرشفلد و نمودار اثر انگشت دو بعدی پلیمر Rb (I)-Cu(II) برای تحلیل برهم کنش‌های بین مولکولی مورد مطالعه قرار گرفت. برای تثبیت این پلیمر، نانو ذرات مغناطیسی $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{SiO}_2$ تهیه شد و سپس به روش‌های مختلفی شناسایی شد. در انتها کاتالیزور ۱ بر روی نانو ذرات مغناطیسی $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{SiO}_2$ تثبیت شد و کاتالیست $\text{Rb-Cu} @ \text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{SiO}_2$ (کاتالیزور ۲) توسط روش‌های مختلفی مانند FT-IR، EDX، SEM و XRD شناسایی شد. کاتالیست‌های حاصل پس از تایید ساختار و مطالعه خصوصیات آنها در فرایند جفت شدن اکسایشی سیستمی آمین کلرید مورد استفاده قرار گرفت. عملکرد بهتر کاتالیزور ۲ به پراکندگی بهتر کاتالیزور ۱ بر روی سطح پایه $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{SiO}_2$ نسبت داده شد. ا. در ادامه ما شرایط را برای افزایش عملکرد کاتالیزور ۲ مانند دما، مقدار کاتالیست، و نسبت اکسیدان به کاتالیست بر درصد تبدیل سیستمی آمین کلرید بررسی شد و شرایط برای رسیدن به حداکثر بازده بهینه شد. در نهایت پایداری کاتالیست و قابلیت بازیافت آن مورد مطالعه قرار گرفت.

واژگان کلیدی: ساختار بلوری، آنالیز سطح، پلیمر Rb-Cu، تثبیت، جفت شدن اکسایشی.

Abstract

In recent years, great progress has been made in the application of transition metal complexes in biology, chemotherapy, drug delivery systems, magnetism, imaging, oxidation of organic compounds, etc. Oxidative coupling of organic compounds is one of the important processes in which transition metals act as effective catalysts. Disulfides are obtained from the oxidative coupling of thiols in the presence of complexes of intermediate elements. Disulfides are important compounds used in the preparation of drugs and play an important role in chemical, biomolecular and industrial phenomena. Disulfide bonds are also seen in proteins. In this study, a novel Rb(I)-Cu(II) coordination polymer was synthesized in the presence of pyridine 6,2-dicarboxylic acid ligand $[(\text{Rb}(\text{OH}_2)_6\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4 \text{ Rb}_2 (\text{dipic})_4(\text{OH}_2)_2)_n \cdot n\text{H}_2\text{O}]$ (catalyst 1). The synthesized polymer was characterized by various methods such as elemental analysis (CHN), far-field infrared spectroscopy (FT-IR), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX), and single crystal X-ray diffraction (SC-XRD). The Hirschfeld surface and two-dimensional fingerprint diagram of the Rb(I)-Cu(II) polymer were studied to analyze the intermolecular interactions. To stabilize this polymer, magnetic $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ nanoparticles were prepared and then characterized by various methods. Finally, catalyst 1 was immobilized on $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ magnetic nanoparticles and catalyst (Rb-Cu @ $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ catalyst 2) was identified by various methods such as FT-IR, EDX, SEM and XRD. The resulting catalysts were used in the oxidative coupling process of cysteamine chloride after confirming their structure and studying their properties. . The better performance of catalyst 2 was attributed to the better dispersion of catalyst 1 on the $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ support surface. Eth. Next, we investigated the conditions to increase the performance of catalyst 2 such as temperature, catalyst amount, and oxidant to catalyst ratio on cysteamine chloride conversion percentage and optimized the conditions to achieve maximum efficiency. Finally, the stability of the catalyst and its recyclability were studied.

Keywords: Crystal structure, surface analysis, Rb-Cu polymer, immobilization, oxidative coupling.



University of Zabol
Graduate school
Department of Chemistry
Thesis for a Master's Degree in Inorganic Chemistry

Title:

Synthesis, crystal structure investigation and Hershfeld surface analysis of a new Rb-Cu coordination polymer and evaluation of its catalytic activity after stabilization in oxidative coupling reactions

Supervisors:

Dr. Zohreh Razmara

Advisor:

Dr. Ismail Sanchouli

By:

Mir

Spring 2024