# المستخلص


## الاسم طالب: شاهد علي خان
## الاسم لمشرف:عبدالله محمد العسيرى



يعتبر مجال الحوافز المتناهية الصغر علم ذا نمو ملحوظ وسريع في العديد من مجالات العلمية ويحظى باهتمامات كبيره جدا في مجال الصناعة وتطبيقاتها وتطور العديد من الخصائص الكيموفيزيائية لمستوى متناهي الصغر ذات طلب عال جدا للحاضر والمستقبل والتي تعرض اهمية المواد المتناهية الصغر وتطبيقاتها في مجالات علمية مختلفة وقد قمنا بتشييد مختلف من أكاسيد الفلزات والفلزات المعتمدة على الحوافز المتناهية الصغر للتفاعلات العضوية وإزالة الملوثات العضوية وقد تم دراسة خصائص هذه الحوافز باستخدام جهاز الماسح الالكتروني المجهري وايضا جهاز الالكتروني الناقل والحيود عن اشعة اكس وطيف الاشعة تحت الحمراء وكذلك تحليل الوزني الحراري بالإضافة الى الجهاز الضوئي الفلوريسيني وشيدنا نوعين مختلفين من المواد المتناهية الصغر : فلزات الاكاسيد المعتمدة على الحوافز المتناهية الصغر والتي استخدمت للتفاعلات العضوية وللتكسير الحفز الضوئي والجسيمات المتناهية الصغر المدعمة على بوليمرات ذات ثبات عال لارينات النيترو واختزال المركبات العضوية

وقد قمنا أولا بتشييد الزركونيا المعتمدة على الفلزات الحوافز المتناهية الصغر لتشييد الكيومارين وبتطبيق مجال حيوي قمنا بتطعيم اكسيد الزركونيوم مع اكسيد الخارصين واكسيد التيتانيوم كمدعم للسيليوز وللمقارنة وجدنا بأن أكسيد الزركونيوم-اكسيد التيتانيوم أظهر نشاط جيد مقارنة مع أكسيد الزركونيوم-اكسيد الخارصن والسيليوز

وتم تطوير بوليمرات عديدة مدعمة للمواد في شكل كروي أو مسطح من أجل ثباتية وتدعيم جسيمات الفلز المتناهية الصغر والتي استخدمت لاحقا لاختزال ارين النيترو والاصباغ العضوية

قمنا بتصميم مواد متناهية الصغر ذات شكل كروي ومسامية عالية وثباتية من بولي إيثر السلفون مثل البولي ايثر السلفون – بولي ايثر سلفون مع السليكا وأسود الكربون وكذلك خلات السليلوز مع نفس البوليمر من اجل اختزال وإزالة النيترو فنول وقد اعطى خليط الخلات السليلوز واسود الكربون مع البولي ايثر سلفون نشاط عال تجاه ٤-نترو فنول مقارنة مع الأخرين وتم بعد ذلك تدعيم المواد المشدة بجسيمات متناهية الصغر من النحاس وتطبيقها لاختزال ٤-نترو فنول مع ملاحظة بأن هذا الخليط

أعطى نشاط عال قوى لتحويل ٤-نتروفنول الى ٤-أمنو فنول مقارنة مع المخالط الاخرى ولكن بولي إيثر السلفون لم ظهر قدرة على دعم جسيمات النحاس المتناهية الصغر والشكل الكروي أظهر نشاط مضاد للبكتريا

وضمن تجربة أخرى قمنا بتشييد مواد متناهية الصغر من أكسيد الخارصين المدعم على اسود الكربون وبعد ذلك غمس في نسب وزنية مختلفة ٣و٤و٥ نسب مئوية من خلات السيليوز كمادة مضيفة تحت مسمى زسي -٣ و زسي -٤ وزسي-٥ وتم عمل فرد لها لتصبح في شكل أفلام وقد تم إضافة ثنائي من جسيم الفضة والنحاس كمواد مثبتة على الشكل الورقي وتم التطبيق مع الوقت لاختزال تفاعلات من عديد النيتروفينول والاصباغ العضوية وتم ملاحظة مع زيادة خليط اوكسيد الخارصين واسود الكربون الى خلات السيليوز فإن معدل إختزال النيتروفينول والاصباغ يزداد مقارنة مع خلات السيليلوز لوحدها وتم اضا ملاحظة بأن ثنائي الفلز من الفضة والنحاس تعمل كحفاز انشط مقارنة مع الفلز الاحادي سواء الفضة أو النحاس

من ناحية التكسير الحفزي الضوئي للملوثات العضوية قمنا بتشييد الخارصين والكاديوم المعتمدان على الطبقات الثنائية الهيدروكسيلية المربوطة بالكربون المنشط مثل الخارصين-الالومنيوم والكربون النشط و الخارصين-الكروم والكربون النشط بينما الكاديوم كان خليط من الكاديوم-القصديروالكربون النشط من خلال عملية الترسيب لمعالجة البيئة وتم تطبيق جميع هذه الحفازات لإزالة وتمعدن للأصباغ الكاتيونية (اكريدين البرتقال والملاكيت الخضراء وبنفسجي البلورات ) وللأصباغ الانيونية (الميثيل البرتقال وأحمر الكونجو ) وذلك تحت أشعة الشمس والمرئية وفوق البنفسجة وكذلك في عدم وجود الضوء ومن بين كل هذه الاصباغ كان الاكريدين البرتقالي المزال في الغالب في وجود الحفاز وبالتقريب ٩٠ بالمئة من الصبغة قد ازيلت تحت تأثير أشعة الشمس والمثير للأهمية بان جميع الحفازات قد اعطت نتائج في جمع الظروف ولكن ألافضل من النتائج كان تحت تأثير الشمس والضوء المرئي ويعزى النشاط الفعال لهذه الحفازات لسبب انخفاض فجوة الطاقة لهذه الحفازات والتي تجعلها مناسبة للتطبيق العملي

**شاهد علي خان**
**جدة, 2017**

# Development of Nano-catalysts and their applications in organic synthesis and photo-catalysis


**Abstract**



**Student name: Shahid Ali Khan**

**Supervisor: Abdullah Muhammad Asiri**



Nanocatalysis is the rapidly growing scientific area in many scientific sectors and finds much exciting and practical application at the industrial level. The development of diverse physicochemical characteristics of materials at nano-scale level is highly demanded the present and future applications. Viewing the importance of nanocatalysis and their vast application in the various scientific fields, we synthesized various metal oxide and metal based nano-catalyst for organic reactions and removal of organic pollutants. These catalyst are largely characterized by field emission scanning electron microscopy (FESEM), transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffraction (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), ultraviolet-visible spectroscopy (UV-vis), diffuse reflectance spectroscopy (DRS), infrared-attenuated total reflection (IR-ATR), thermal gravimetric analysis (TGA), and photoluminescence (PL). We synthesized two different type of nanoscale materials; metal oxide-based nanocatalysts which are used for the organic reactions and photocatalytic degradation and zero-valent nanoparticles supported on highly stable polymeric materials for nitroarenes and organic dyes reduction.

Firstly, we synthesized zirconia based metal oxide nanocatalyst for the synthesis of coumarin; an important biological scaffold with diverse biological potentials. $ZrO_2$ are doped with ZnO and $TiO_2$ as well as supported on cellulose, among which $ZrO_2$-$TiO_2$ displayed good catalytic activity as compared to $ZrO_2$-ZnO and $ZrO_2$/cellulose.

Several polymeric supporting materials were developed in the form of sphere and sheets for the Zero-valent metal nanoparticles support and stabilization, which further applied for the reduction of nitroarenes and organic dyes.

In one embodiment, we design highly porous and stable sphere shaped supported materials based on polyether sulfones (PES) such as PES, PES-silica (PES-$SiO_2$), PES-carbon black (PES-CB) and PES-cellulose acetate-CB (PES-CA-CB) for the reduction and removal of nitrophenols. The PES-CA-CB indicating strong activity for 4-nitrophenol adsorption, as compared PES, PES-$SiO_2$, and PES-CB. After that, $^0$Cu nanoparticles were supported on the synthesized materials and applied for the reduction of 4-nitrophenol. We observed that $^0$Cu@PES-CA-CB indicating strong activity for 4-nitrophenol conversion to 4-aminophenol as compared to $^0$Cu@PES-$SiO_2$ and $^0$Cu@PES-CB, however, PES was not able to support the $^0$Cu nanoparticles. The spheres also indicated good anti-bacterial activity.

In another embodiment, we synthesized ZnO nanomaterials supported on carbon black (ZnO/CB). After that, the synthesized ZnO/CB was embedded in 3, 4 and 5 weight% of the cellulose acetate polymer host material and named as ZCA-3, ZCA-4, and ZCA-5 and cast in the form of sheets morphology. The bimetallic CuAg and metallic Cu and Ag nanoparticles were stabilized on the aforementioned sheets and applied for the time-dependent reduction reactions of various nitrophenols and organic dyes. It was observed that increases the ZnO/CB content to the cellulose acetate polymer sheets, the rate of reduction of nitrophenols and dyes were increased as compared to virgin cellulose acetate sheet. We also observed that the bimetallic CuAg nanoparticles are the more reactive catalyst as compared to metallic Cu and Ag.

For the photocatalytic degradation of organic pollutants, we synthesized Zn-based and Cd-based layered double hydroxide (LDH) wrapped in activated carbon (C) such as Zn-Al/C-LDH and Zn-

Cr/C-LDH while, the Cd-based catalysts, Cd-Al/C-LDH and Cd-Sn/C through co-precipitation method for environmental remediation. All these catalysts were applied for the removal and mineralization of cationic (acridine orange, malachite green, and crystal violet) and anionic organic dyes (methyl orange and congo red) under visible, ultraviolet and solar light exposure as well as dark conditions. Among all the dyes the acridine orange was predominantly de colorized with the stated catalyst. Approximately, 90% of acridine orange dye was removed with the catalysts under the influence of sunlight. Most importantly, all these catalysts worked well in the dark, ultraviolet, visible and solar light, however, the best result were obtained under the influence of solar and visible light. The superior catalytic activity of these catalysts in visible and solar light is due to the low band gap energy of these catalyst which make them suitable candidates for practical implementation.