

بررسی اثر کاتالیستی نانوذره $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ بر روی سرعت تخریب یک کمپلکس پرانرژی اکسووانادیمی (IV)

فاطمه بدلی^{۱*}، اسماعیل عمرانی^۲ و نادر نوروزی پسیان^۳

۱- کارشناس ارشد شیمی فیزیک، گروه شیمی، دانشگاه ارومیه، ارومیه، ایران
۲- دانشجوی دکتری شیمی آلی، گروه شیمی، دانشگاه شهید بهشتی، تهران، ایران
۳- دانشیار شیمی آلی، گروه شیمی، دانشگاه ارومیه، ارومیه، ایران

دریافت: اردیبهشت ۱۳۹۳، بازنگری اول: مرداد ۱۳۹۳، بازنگری دوم: مهر ۱۳۹۳، پذیرش: آذر ۱۳۹۳

چکیده: کمپلکس اکسووانادیم (IV) از واکنش $\text{VO}(\text{acac})_2$ با شیف باز H_2L (N,N'-بیس(سالیسیل آلدامیناتو) ۱،۳-دی آمینو پروپان) به دست آمد و با استفاده از روش‌های IR، $^1\text{H-NMR}$ ، $^{13}\text{C-NMR}$ تجزیه عنصری و تجزیه گرمایی با روش DSC مورد بررسی قرار گرفت. داده‌های به دست آمده از DSC نشان داد که این کمپلکس دارای آنتالپی تخریب زیادی است. بنابراین، با توجه به این موضوع سینتیک تخریب گرمایی آن با و بدون حضور نانوذره آهن اکسید ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) مورد مطالعه قرار گرفت و مشخص شد که حضور نانوذره به عنوان کاتالیست نقش مؤثری در افزایش سرعت تخریب دارد.

واژه‌های کلیدی: اثر کاتالیستی $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ، کمپلکس پرانرژی، سینتیک تخریب گرمایی

مقدمه

بسیار بزرگی برخوردار است و برای نخستین بار توسط گروه ما به انرژی تخریب بودن این مواد هم پی برده شد. آنتالپی تخریب بزرگ VOL، این امکان را فراهم می‌کند که آن را به عنوان یک ماده‌ی پایه‌ی خوب برای مواد منفجره مورد استفاده قرار داد. با افزایش سرعت تخریب می‌توان این ماده را برای انفجار بهتر بهینه‌سازی کرد. بدیهی است که یکی از راه‌ها برای افزایش سرعت استفاده از کاتالیست است. نانوذرات آهن اکسید از جمله موادی هستند که به عنوان کاتالیست برای واکنش‌های حالت جامد از جمله تخریب گرمایی و انفجار به کار می‌روند [۱۰]. با ایجاد ساختارهای نانومتری، کنترل ویژگی‌هایی از مواد مانند رفتار مغناطیسی، رسانایی الکتریکی، استحکام، نقطه‌ی ذوب، رفتارهای بیوزیستی

فلزات واسطه، کمپلکس‌های شیف‌باز را تشکیل می‌دهند و شیف‌بازها مانند لیگاندها شلاته در شیمی کئوردیناسیون عمل می‌کنند. کمپلکس‌های فلزی در طول سالیان بسیار مورد توجه بوده است. کمپلکس‌های فلزی شیف‌بازها به دلیل کاربردهای صنعتی، داروهای ضد ویروس، ضد باکتری و پادتن بسیار مورد مطالعه قرار می‌گیرند [۱ تا ۶]. کمپلکس‌های اکسووانادیمی با لیگاندهای شیف باز از جنبه‌های متفاوتی مانند ویژگی‌های کاتالیستی [۷]، الکتروشیمیایی [۸] و پزشکی [۹] بررسی شده‌اند. هم چنین چگونگی سنتز آن‌ها هم در شرایط متفاوت مورد مطالعه قرار گرفته است و این ماده در شرایط استاندارد از آنتالپی تخریب

شد و در معرض هوا خشک شد. بازده واکنش ۶۵٪ به دست آمد و دمای ذوب آن 163°C است.

IR (KBr cm^{-1}): 3356 (OH), 1628 (C=N), 1467 (C=C), 1253 (C-O); $^1\text{H NMR}$ (δ ppm, 300 MHz, CDCl_3): 13.45 (1H, s), 8.31 (1H, s), 6.8-7.01 (2H, m), 7.22-7.31 (2H, m), 3.66 (2H, m), 2.07 (1H, $J=6.3$ Hz); $^{13}\text{C NMR}$ (δ ppm, 75 MHz, CDCl_3): 31.7, 56.7, 118.6, 131.3, 132.3, 161.1, 165.5

و... بدون تغییر ترکیب شیمیایی آن‌ها نسبت به مواد دانه درشت‌تر امکان‌پذیر است. این مسأله می‌تواند منجر به استفاده از فناوری نانودر زمینه‌های متفاوتی همچون صنایع الکترونیک، پزشکی، داروسازی، مواد، صنایع شیمیایی، نفت، گاز و غیره شود [۱۱] و [۱۲]. در این مقاله با استفاده از روش DSC، میزان انرژی فعالسازی تخریب کمپلکس گفته شده با و بدون حضور نانوذرات آهن اکسید تعیین شد و سایر عامل‌های سینتیکی هم به دست آمدند.

بخش تجربی

مواد مصرفی

سالیسیل آلدئید، ۳،۱- دی آمینو پروپان، اتانول و $\text{VO}(\text{acac})_2$ برای سنتز کمپلکس از شرکت Merk تهیه شد. آهن کلرید آبدار ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)، آهن سولفات آبدار ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)، HCl ۰٫۱ مولار از شرکت‌های Aldrich و Merk و NaOH خریداری شده و همراه با آب مقطر به عنوان حلال برای تهیه نانوذره مورد استفاده قرار گرفتند.

دستگاه‌ها

برای ثبت طیف FT-IR از دستگاه اسپکترو فوتومتر مدل Nexuse 670، برای طیف‌های $^{13}\text{C-NMR}$ و $^1\text{H-NMR}$ دستگاه FT-NMR 300 MHz استفاده شد. برای به دست آوردن داده‌های مربوط به DSC از دستگاه METTLER TOLEDO و هم چنین برای به دست آوردن اطلاعات مربوط به XRD نمونه از دستگاه XRD-6000, Shimadzu استفاده شد.

تهیه شیف‌باز H_2L

۲ میلی‌مول از سالیسیل آلدئید را در ۲۰ میلی‌لیتر اتانول حل کرده و در حین هم زدن، قطره قطره محلول اتانولی (۲۰ میلی‌لیتر) حاوی یک میلی‌مول از ۳،۱- دی آمینو پروپان افزوده شد و پایان واکنش با TLC مورد تایید قرار گرفت. محلول مورد نظر به حال خود گذاشته شد تا رسوب تشکیل شود (رسوب به دست آمده زرد رنگ است) سپس آن را صاف کرده و با اتانول شست و شو داده

تهیه کمپلکس VOL

یک میلی‌مول (۰٫۳۴۲ گرم) لیگاند H_2L را در ۲۰ میلی‌لیتر اتانول حل کرده و به اتانول داغ (۲۰ میلی‌لیتر) حاوی یک میلی‌مول (۰٫۲۶۵ گرم) وانادیل استیل استونات افزوده شد و به مدت ۱٫۵ ساعت تحت شرایط بازروانی قرار گرفت و پایان واکنش با استفاده از TLC تعیین شد. در ادامه رسوب نارنجی به دست آمده، صاف و با اتانول شست و شو و در معرض هوا آن خشک شد. بازده واکنش ۸۲٪ به دست آمد و دمای تخریب آن 310°C است.

FT-IR (KBr, cm^{-1}): 3444, 2920, 1630, 1448, 1317, 856, 569, 462.

تهیه نانوذره آهن اکسید به روش *wet chemical* در دمای اتاق به ازای ۲ مول از $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ، ۱ مول $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ برداشته شد و در ۵۰ میلی‌لیتر HCl ۰٫۱ مولار حل شد و محلول به دست آمده در حمام فراصوت قرار گرفت تا در ضمن اینکه عمل هم‌زدن کامل شود واکنش شیمیایی نیز به خوبی انجام شده و از به هم چسبیدن ذرات جلوگیری شود. و هم‌زمان ۶ گرم سود را در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل کرده و در آبی که جوشیده قرار داده شد تا به حالت هم‌دمای با آن در بیاید. در مرحله‌ی بعد محلول به دست آمده از $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ و $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ، HCl ۰٫۱ مولار را به صورت قطره قطره به محلول سود افزوده شد. در ادامه‌ی کار رسوب سیاه رنگ به دست آمده صاف و به مدت ۲۴ ساعت در دمای 50°C خشک شد. برای بررسی ساختار مواد از تجزیه پراش پرتو X (XRD) استفاده شد.

نتیجه‌ها و بحث

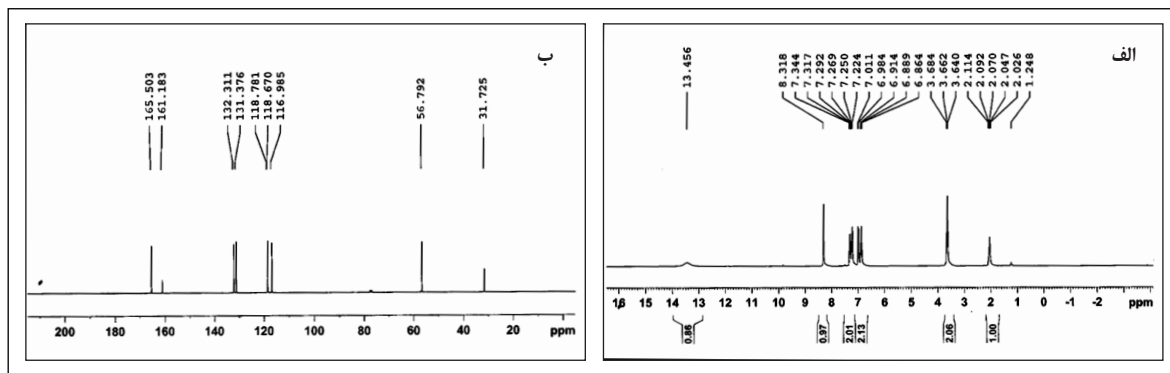
بررسی مشخصات H_2L و VOL

مشاهده می‌شود. پیک در ناحیه‌ی ۱۵۱٫۸ ppm دیده می‌شود که مربوط به کربن متصل به OH فنلی است و پیک مربوط به کربن آزومتان هم در ۱۶۵٫۶ ppm مشاهده می‌شود.

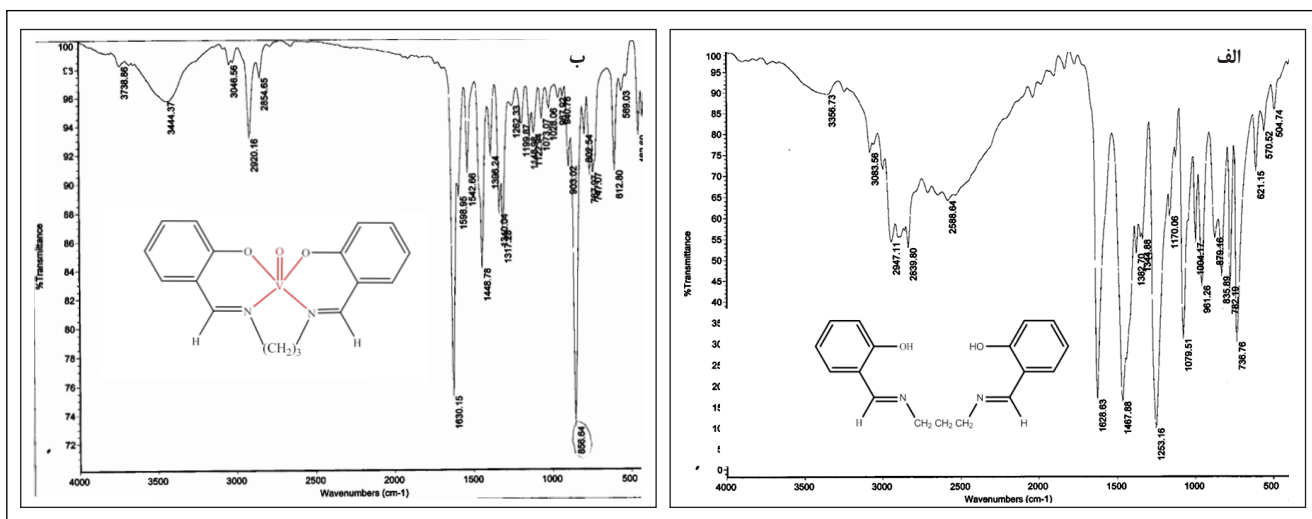
شکل ۲ طیف FT-IR شیف‌باز H_2L و کمپلکس مربوط را نشان می‌دهد. در این طیف، H_2L ۲ پیک قوی در ۱۲۵۳ و ۱۶۲۸ cm^{-1} دیده می‌شود که به ترتیب به ارتعاشات کششی C=O و ارتعاشات کششی C=N مربوط می‌شود. پیک پهن و متوسطی در ناحیه ۳۳۵۶ cm^{-1} که مربوط به ارتعاشات کششی گروه هیدروکسیل است. در فرکانس پایین‌تر ظاهر شدن این پیک به علت پیوند هیدروژنی درون مولکولی است [۱۴ و ۱۵]. پیک ظاهر شده در حدود cm^{-1} ۲۸۰۰ مربوط به فرکانس کششی CH و CH_2 است.

هنگامی که این لیگاند با وانادیم کمپلکس می‌شود پیک ظاهر

در طیف $^1\text{H-NMR}$ این شیف‌باز همان‌گونه که در شکل ۱ مشاهده می‌شود در ناحیه‌ی δ برابر با ۶٫۷۴ تا ۶٫۹ ppm یک پیک چند شاخه مشاهده می‌شود که مربوط به هیدروژن‌های آروماتیکی است و پروتون‌های O-H گروه فنلی در ۱۳٫۹۳ ppm مشاهده می‌شود. پیک پروتون‌های آزومتان هم در ناحیه‌ی ۸٫۳۲ ppm ظاهر می‌شود و هم‌چنین مقدارهای به دست آمده با آنچه پیش از این برای شیف‌بازها گزارش شده مطابقت دارد [۱۳]. در طیف $^{13}\text{C-NMR}$ شیف‌باز H_2L (شکل ۲) کربن‌های گروه متیلن در ۳۱٫۶ و ۵۶٫۰ ppm مشاهده می‌شوند و پیک‌های مربوط به کربن‌های حلقه‌های بنزن در نواحی ۱۱۳٫۹ و ۱۴۸٫۴ ppm



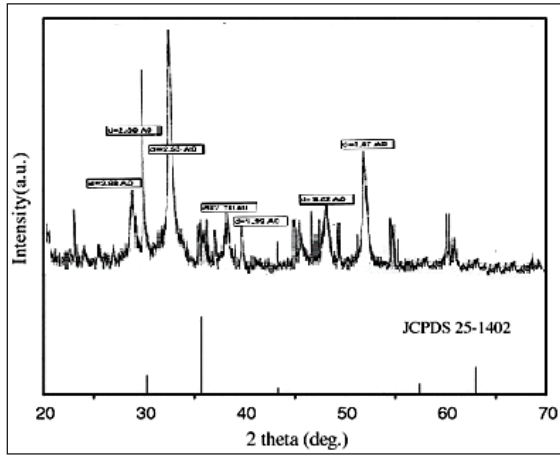
شکل ۱ شیف‌باز H_2L (الف) طیف $^1\text{H-NMR}$ و (ب) طیف $^{13}\text{C-NMR}$



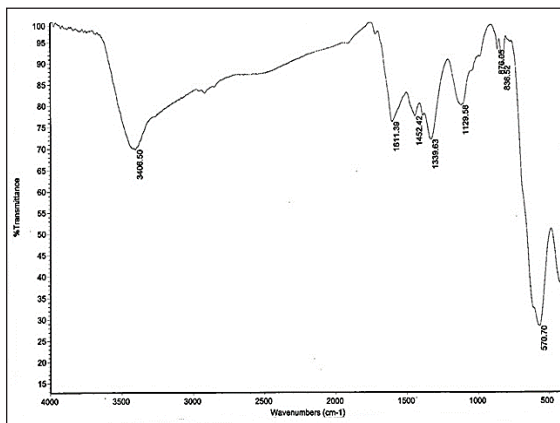
شکل ۲ مقایسه طیف FT-IR لیگاند ستر شده و کمپلکس وانادیم تشکیل شده از آن

مطالعه سنتیکی کمپلکس‌های سنتز شده

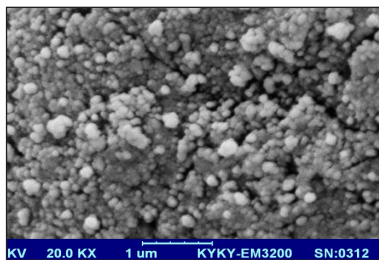
مطالعات گرمایی انجام شده بر روی کمپلکس VOL (شکل ۶ نمودار DSC) تخریب گرمایی این ترکیب را با و بدون حضور نانوذره آهن با سرعت گرمادهی $10^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود هر منحنی تک مرحله‌ای بوده و به صورت گرماده است.



شکل ۳ الگوی XRD ترکیب $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$



شکل ۴ طیف FT-IR ترکیب $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$



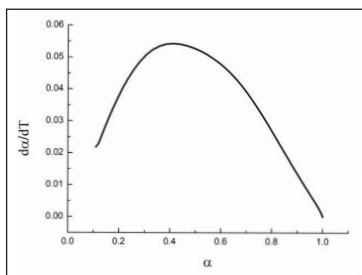
شکل ۵ تصویر SEM نانوذرات آهن اکسید

شده در ناحیه 3356 cm^{-1} مربوط به گروه هیدروکسیل حذف می‌شود. در طیف IR کمپلکس VOL در نواحی 462 و 569 cm^{-1} دو پیک با شدت به نسبت ضعیف دیده می‌شود که به ترتیب مربوط به ارتعاشات V-N و V-O هستند. دو پیک با شدت قوی در نواحی 1630 و 856 cm^{-1} مشاهده می‌شود که به ترتیب به ارتعاشات کششی C=N و V=O مربوط می‌شوند. ظاهر شدن پیک 856 cm^{-1} دلیل دیگری بر تشکیل کمپلکس است. پیک دیگر با شدت متوسط در ناحیه 1317 cm^{-1} دیده می‌شود که مربوط به ارتعاشات کششی C-O است. تجزیه عنصری این کمپلکس نشان داد که عناصر H ، C و N به ترتیب از راست به چپ با درصد های 4.75 ، 56.22 ، 6.56 در نمونه‌ها وجود دارند که با داده‌های نظری (به ترتیب از راست به چپ 4.6 ، 56.13 ، 6.67 درصد) به تقریب مطابق است.

بررسی ویژگی‌های نانوذره آهن اکسید

الگوی XRD نانوذرات آهن اکسید در شکل ۳ ارایه شده است. باتوجه به نمونه استاندارد (JCPDS=25-1402) $d = 2.53\text{ \AA}$ مربوط به کانی مگنتیت با فرمول شیمیایی $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ است و این کانی متشکل از ترکیب 68.97% Fe_2O_3 و 31.03% FeO است. به این ترتیب از روی داده‌های مربوط به XRD و ویژگی‌های ظاهری (ویژگی مغناطیسی قوی، سیاه رنگ، کدر و چرب) این نانوذره می‌توان گفت که همانند مگنتیت ترکیبی حاوی Fe^{2+} و Fe^{3+} است. در ناحیه 570 cm^{-1} یک پیک قوی مشاهده می‌شود که مربوط به ارتعاشات Fe-O است و تاییدکننده‌ی تشکیل این نانوذره است و هم چنین میانگین اندازه دانه‌های بلوری با توجه به رابطه‌ی دبابی شرر [۱۶ و ۱۷] 52 نانومتر به دست آمد.

تصویرهای SEM با بزرگنمایی‌های متفاوت برای نانوذرات آهن اکسید سنتز شده به روش شیمیایی تر در شکل ۵ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود ذرات از دانه‌های کروی شکل به نسبت یکنواخت تشکیل شده‌اند و به صورت متراکم‌اند. میانگین اندازه‌ی ذرات 55 نانومتر است.



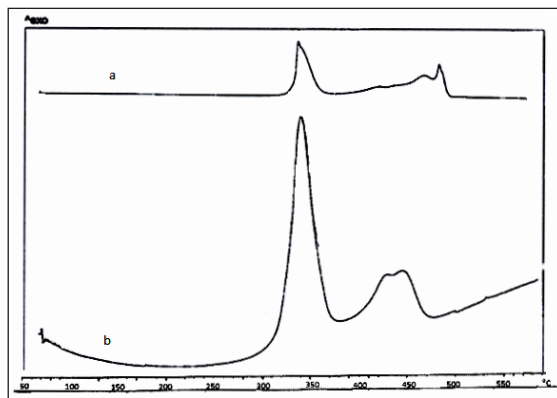
شکل ۷ منحنی سیگموئیدی کمپلکس VOL²

مدلی که بزرگ‌ترین رگرسیون را ایجاد کرد به عنوان مدل واکنش انتخاب می‌شود. انرژی واکنش (Ea) و فاکتور فرکانس (A) به ترتیب از روی شیب و عرض از مبدأ به دست می‌آیند [۲۲].

$$\ln \frac{d\alpha/dT}{f(\alpha)} = \ln \frac{A}{\beta} - \frac{E_a}{RT} \quad (1)$$

در رابطه‌ی بالا سرعت گرمادهی و R ثابت گازهاست. جدول ۱ عامل سینتیکی سه‌گانه کمپلکس VOL محاسبه شده با روش مدل فیتینگ تفاضلی مستقیم و در شرایط غیر هم‌دما را در غیاب و حضور نانوذره آهن اکسید نشان می‌دهد.

همان‌گونه که از مقایسه‌ی ۲ حالت در جدول ۱ مشاهده می‌شود، با افزودن نانوذره‌ی آهن اکسید دمای تخریب، آنتالپی تخریب، انرژی فعال‌سازی و عامل فرکانس برای واکنش کاتالیز شده، تغییر می‌کند [۲۳]. در این کار افزایش انرژی فعال‌سازی و افزایش سرعت تخریب برای کمپلکس اکسوانادیم (IV) در حضور نانوذره‌ی آهن اکسید مشاهده می‌شود. این نتیجه برخلاف روند کلی مشاهده شده در مورد انرژی فعال‌سازی است، که با کاهش آن سرعت واکنش باید افزایش یابد که این تفاوت به عامل فرکانس (A) که در حین واکنش تغییر می‌کند نسبت داده می‌شود. افزایش انرژی فعال‌سازی و متناظر با آن افزایش عامل فرکانس با اثر جبران سینتیکی که پیش از این توسط Ninan و همکارانش گزارش شده، متناسب است [۲۳].



شکل ۶ نمودار DSC ترکیب VOL، (a) در غیاب نانو ذره و (b) در حضور نانو ذره

بیشینه دمای پیک گرماده برای نمونه در غیاب و حضور نانوذره به ترتیب در دماهای ۳۱۰/۶ و ۳۱۰/۲۱ °C مشاهده می‌شود و در هر دو حالت یک بیشینه دمای پیک گرماده بدون ذوب مشاهده می‌شود که نشان‌دهنده‌ی تخریب کامل نمونه است. سینتیک واکنش‌های تخریب گرماده مواد پرانرژی برای ارزیابی تخریب گرمایی آن‌ها مهم است. کالریمتری روبشی تفاضلی (DSC) به‌طور وسیعی برای تعیین عامل‌های سینتیکی واکنش‌های تخریب مواد پرانرژی استفاده می‌شود [۱۸ تا ۲۱]. برای بررسی سینتیک تخریب ابتدا پارامترهای سه‌گانه‌ی سینتیکی (انرژی فعال‌سازی، فاکتور فرکانس و مدل واکنش) با استفاده از روش مدل فیتینگ تفاضلی مستقیم (بر اساس رابطه‌ی ۱) تعیین می‌شوند. بر اساس این مدل نمودار $\ln[(d\alpha/dT)/f(\alpha)]$ بر حسب $1/T$ رسم می‌شود (T و $f(\alpha)$ دمای مطلق و مدل واکنش هستند) و شکل ۷ به‌روشنی نشان می‌دهد که نمودارهای سرعت بر حسب پیشرفت واکنش سیگموئیدی است.

جدول ۱ عامل‌های سه‌گانه‌ی سینتیکی محاسبه شده با روش تفاضلی مستقیم برای کمپلکس VOL² در غیاب و حضور نانو ذره آهن (γ-Fe₂O₃)

نمونه	سرعت گرمادهی (°C/min)	دمای تخریب T _d (°C)	گرمای واکنش ΔH(kJ/mol)	مدل واکنش	رگرسیون	فاکتور فرکانس min ⁻¹	انرژی فعال‌سازی Ea(Kj.mol ⁻¹)	ثابت سرعت min ⁻¹
VOL ² در غیاب	۱۰	۳۱۰	۵،۵۵۹	A2	۰،۸۱	۱،۱۱×۱۰ ^{۱۲}	۱۵۶،۸۴۳	۰،۰۱
VOL ² در حضور	۱۰	۳۰۳	۳،۳۱۳	A2	۰،۸۹	۳،۱۹×۱۰ ^{۳۵}	۳۹۴،۶۹۸	۰،۵۲

سینتیک تخریب این کمپلکس نشان داده شد به دلیل بزرگ بودن آنتالپی‌های تخریب کمپلکس‌های اکسووانادیم (IV) و عدم ذوب قبل از تخریب، می‌توان از این مواد به عنوان ماده‌ی پایه در تهیه‌ی ماده‌ی منفجره در صنایع نظامی، معدن و صنعت فضانوردی استفاده کرد. و با استفاده از روش تفاضلی مستقیم مشخص شد که انرژی فعال‌سازی و عامل فرکانس کمپلکس VOL در حضور نانوذرات آهن اکسید سنتز شده با روش شیمیایی تر، افزایش یافته و ثابت سرعت هم متناسب با آن‌ها افزایش یافت. بنابراین می‌توان از این نانوذره به عنوان کاتالیزور و نیز برای بهینه‌سازی سرعت تخریب کمپلکس سنتز شده استفاده کرد.

بیان این موضوع که بین انرژی فعال‌سازی و سرعت واکنش چه ارتباطی وجود دارد سخت است، زیرا انرژی فعال‌سازی و عامل فرکانس هر دو در واکنش تغییر می‌کنند. بنابراین، عامل فرکانس نقش مهمی در سرعت واکنش تخریب ایفا می‌کند و همان‌گونه که مشاهده می‌شود ثابت سرعت با افزودن نانوذره آهن اکسید به کمپلکس اکسووانادیم (IV) با نام VOL افزایش یافته است.

نتیجه‌گیری

در این مقاله یک کمپلکس اکسووانادیمی (IV) سنتز، و از روش‌های $^{13}\text{C-NMR}$ ، $^1\text{H-NMR}$ ، IR و آنالیز گرمایی برای اثبات سنتز این ترکیب استفاده شد. هم‌چنین با مطالعه‌ی

مراجع

- [1] Singh, K.; Barwa, M.S.; Tyagi, P.; Chem., 42, 394, 2007.
- [2] Cozzi, P.G.; Soc. Rev., 33, 410, 2004.
- [3] Chandra, S.; Sangeetika.; J. Indian Chem. Soc., 81, 203, 2004.
- [4] Ferrari, M.B.; Capacchi, S.; Pelosi, G.; Reffo, G.; Tarasconi, P.; Albertini, R.; Pinelli, S.; Lunghi, P.; Chim., 286, 134, 1999.
- [5] Canpolat, E.; Kaya, M.; Chem., 57, 1217, 2004.
- [6] Yildiz, M.; Dulger, B.; Koyuncu, S.Y.; Yapici, B.M.; Soc., 81, 7, 2004.
- [7] Simon, P.; J. Therm. Anal. Cal., 76, 123, 2004.
- [8] Ligtenbarg, G.J.; Hage, R and Feringa, B.L.; Co-ordination Chemistry Reviews., 237, 89, 2003.
- [9] Kianfar, A.H.; Mohebbi, S.; J. Iran. Chem. Soc., 4, 215, 2007.
- [10] Mohapatra, M.; Anand, S.; Int. J. Eng. Sci. Tech., 2, 127-146, 2010.
- [11] Radhakrishnan, S.; Krishnamoorthy, K.; Sekar, C.; Wilson, J.; Kim, S.J.; Applied Catalysis B: Environmental., 22, 148–149, 2014.
- [12] Tian, B.; Wang, T.; Dong, R.; Bao, S.; Yang, F.; Zhang, J.; Applied Catalysis B: Environmental., 22, 147, 2014.
- [13] Aranha, P.E.; Do Santo, M.P.; Romera. S.; Dockal, E.R.; Polyhedron., 26, 1373, 2007.
- [14] Karakaplan, M.; Serin, S and Digrak, M.; J. Coord. Chem., 62, 3544, 2009.
- [15] Fernandez, M.I.; Gonzalez-Noya, A.M.; Manerio, M.; Pedrio, R and Romero, M.J.; Synth. React. Met.-Org. Chem., 36, 655, 2006.
- [16] Salavati-Niasari, M.; Ghanbari, D.; Davari, F.; Journal of Alloys and Compounds., 488, 442–447, 2009.
- [17] Emadi, H.; Salavati-Niasari, M.; Davari, F.; Polyhedron., 31, 438–442, 2012.
- [18] Brown, M.E.; Thermochim. Acta., 148, 521–531, 1989.
- [19] Pourmortazavi, S.M.; Nasrabadi, M.R.; Kohsari, I.; Hajmirsadeghi, S.S.; J. Therm. Anal., Calorim. 110, 857–863, 2012.
- [20] Roduit, B.; Xia, L.; Folly, P.; Berger, B.; Mathieu, J.; Sarbach, A.; Andres, H.; Ramin, M.; Vogel-sanger, B.; Spitzer, D.; Moulard, H.; Dilhan, D.; J. Therm. Anal. Calorim., 93, 143–152, 2008.
- [21] Pisharath, S.; Ang, H.G.; Thermochim. Acta. 459, 26–33, 2007.
- [22] Sharp, J.H.; Wentworth, S.A.; Anal. Chem., 41, 2060-2062, 1969.
- [23] Dubey, B.L.; Nath, N.; Tripathi, A and Tiwari, N.; Sci., 1, 341, 1994.

Catalytic effect of nano $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ particle on decomposition rate of energetic oxovanadium (IV) complex

F. Badali^{1,*}, E. Omrani² and N. Norouzi-Pasian³

1. MSc in Physical Chemistry, Department of Chemistry, Urmia University, Urmia, Iran
2. Ph.D student in Organic Chemistry, Department of Chemistry, Shahid Beheshti University, Tehran, Iran
3. Associate Prof. of Organic Chemistry, Department of Chemistry, Urmia University, Urmia, Iran

Received: April 2014, First Revised: August 2014, Second Revised: October 2014, Accepted: December 2014

Abstract: Oxovanadium (IV) symmetrical complexes have been prepared from the reaction of $\text{VO}(\text{acac})_2$ with tetradentate schiff bases. The compounds were characterized by elemental analyses, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, infrared, and thermal analysis (DSC). The thermal characteristic data of the complexes were determined from differential scanning calorimetry (DSC). The DSC data indicated that these complexes had very large decomposition enthalpy and released a lot of energy. Thus, thermal decomposition kinetics of these compounds was studied using DSC technique. The results showed that $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoparticles catalyzed decomposition rate of synthesized complexes.

Keywords: Catalytic effect of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Thermal decomposition kinetics, Energetic complex