



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة القادسية

كلية التربية

قسم الكيمياء

تحضير صبغة الأزو ودراسة التأثير الصبغي لها

مشروع بحث مقدم

الى مجلس كلية التربية / جامعة القادسية وهو جزء من متطلبات

نيل درجة البكالوريوس في علوم الكيمياء :

اعداد

علي عامر حسن كسار

سجاد حسين نور صالح

بأشرف

ا.م.د. شيماء عدنان بهجت

٢٠١٨ م

١٤٣٩ هـ

الأهداء

..... والدي ووالدي العزيزان

البنوع الحب والحنان

..... ملكي ومملكتي وملاكي

المن حملها قلبي ورسمتها عيني

..... العراق رغم الجراحات

البلد الصابرين والاحرار

..... اخوتي واخواتي

المرشد دبهم ازري

..... اساتذتي الافاضل

المرآقف أمامهم اجلالا واحترام

الشكر والتقدير

بعد حمد الله تعالى حق حمده الذي وفقني لإتمام هذا العمل
المواضع اتقدم بشكري وامتناني الكيرين
لأساتذتي القديرة الاساتذة (شيماء عجنان بهجت)
على قبولها الاشراف على هذا البحث رغم انشغالاتهم
الكثيرة وعلى ما قدمته لي من توجيهات قيمة سواء
من ناحية المنهجية او من ناحية المضمون العلمي .

كما اقدم شكري وتقدير لكل من قدم لي يد المساعدة
اثناء انجاز هذا العمل

الى كل هؤلاء اقول : شكراً

بِسْمِ اللّٰهِ الرَّحْمٰنِ الرَّحِیْمِ

قُلْ هُوَ اللّٰهُ اَحَدٌ (١) اللّٰهُ الصَّمَدُ (٢) لَمْ يَلِدْ وَلَمْ يُولَدْ (٣)

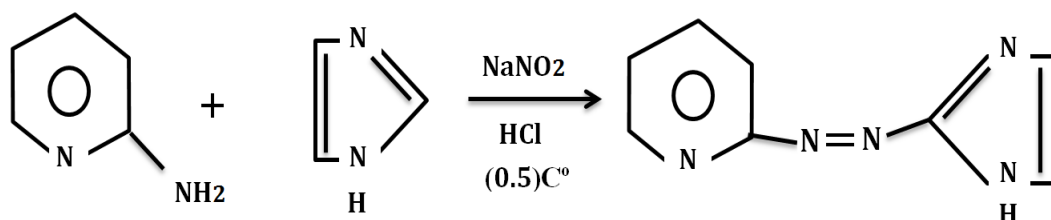
وَلَمْ يَكُنْ لَهٗ كُفُوًا اَحَدٌ (٤)

صدق الله العظيم

سورة الاخلاص

الخلاصة

يتضمن البحث تحضير صبغة أزو جديدة من خلال تفاعل الاميدازول مع ٢-امينو بيريدين عن طريق تفاعل الازونه بوجود نترتيت الصوديوم بدرجة حرارة 0°C (5-0) بعدها تم فحص ثباتية هذه الصبغة على خام بعض الاقمشة وقد تم تثبيت الخواص الفيزيائية لهذه الصبغة وتشخيصها بطيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR .



2-(1H-imidazo1-2-yl) diazenyl pyridine

المحتويات:-

رقم الصفحة	الموضوع	ت
1	الفصل الاول :- الجزء النظري	1
2	المقدمة	2
3	اصبغة الأزو AZO-DYES	3
4	تحضير اصباغ الأزو	4
5	انواع اصباغ الأزو والتأثير الصبغي لكل نوع	5
10	الفصل الثاني :- الجزء العملي	6
11	طريقة تحضير صبغة الأزو	7
12	عمليات الصباغة	8
13	الفصل الثالث :- النتائج والمناقشة	9
14	مناقشة عامه	10
16	تشخيص صبغة الأزو بطيف الاشعة تحت الحمراء	11
18	المصادر	12

قائمة الاشكال والجداول والمخططات :-

الصفحة	العنوان	رقم الشكل او الجدول
11	المواد المستخدمة لتحضير صبغة الأزو	(1-2)
15	معادلة وميكانيكية تحضير صبغة الأزو	(1-3)
17	طيف الأشعة تحت الحمراء لصبغة الأزو	(2-3)

الفصل الاول

الجزء النظري

مقدمة :

كي تكون المادة صباغية لابد من وجود بعض الشروط الواجب توفرها:-

- ١- يجب أن يكون لها لون محدد ومستقر .
- ٢- يجب أن تكون قادرة على صباغة النسيج بطريقة مباشرة أو غير مباشرة .

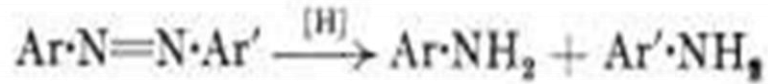
٣- عندما تثبت على النسيج يجب ألا تكون سريعة الزوال بمعنى أنها يجب أن تكون ثابتة اللون تجاه الضوء ، ويجب أن تكون مقاومة لتأثير مفعول الماء ، والى حد ما وهذا يعطيها صفة أفضل) للأحماض المخففة والقلويات (وخاصة الأخيرة وذلك بسبب الطبيعة القلوية لصودا الغسيل .

عرف العديد من الأصبغة الطبيعية منذ القديم ، وقد تم الحصول عليها من مصادر حيوانية ونباتية ، أما الأصبغة اليوم فهي أصبغه صناعية ومحضرة من مركبات عضوية عطرية ، والمصدر الوحيد والرئيسي والذي ما يزال حتى الآن هو القار والقطران والفحم الحجري Coal Tar ، تعتبر اصباغ الآزو هي احد اهم تلك الاصباغ التي تتوفر فيها الشروط المذكورة اعلاه [1].

(1-1) أصبغه الآزو AZO - DYES

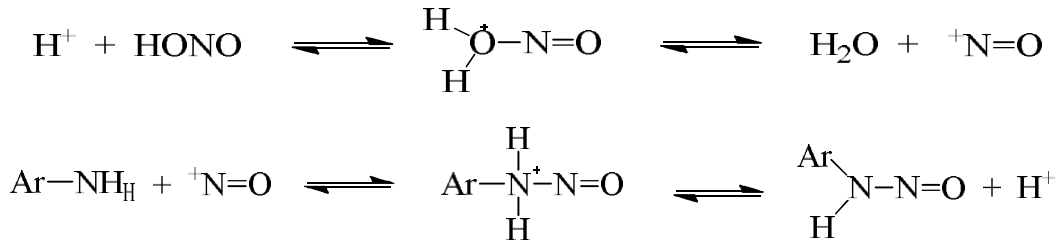
على مرّ السنين، تُشكّلُ مركّبات الآزو واحدة من أكبر أصناف المركّبات العضوية المحضرة صناعياً [2]، تعتبر أصبأغ الآزو ذات مدى أوسع للإستعمال لأنها سهلة التحضير [3].

طبقاً لمعطيات إحصائية ، مليون طن مثل هذه الأصباغ تُنتج سنوياً حول العالم [4]. وتعتبر الكروموفور في أصبغة آزو هي مجموعة الآزو ، والإكسوكروم المعروفة والشائعة هي NH_2 و OH و $2NR$ ، أصبغه آزو من وجهة نظر عملية تصنف كأصبغة قاعدية ، وحامضية ، ومباشرة ، وارسخة ، ومرسخة [5]. تعرف اصباغ الآزو بانها تحتوي مجموعة الآزو (-N=N-). [6]



(2-1) تحضير اصباغ الآزو

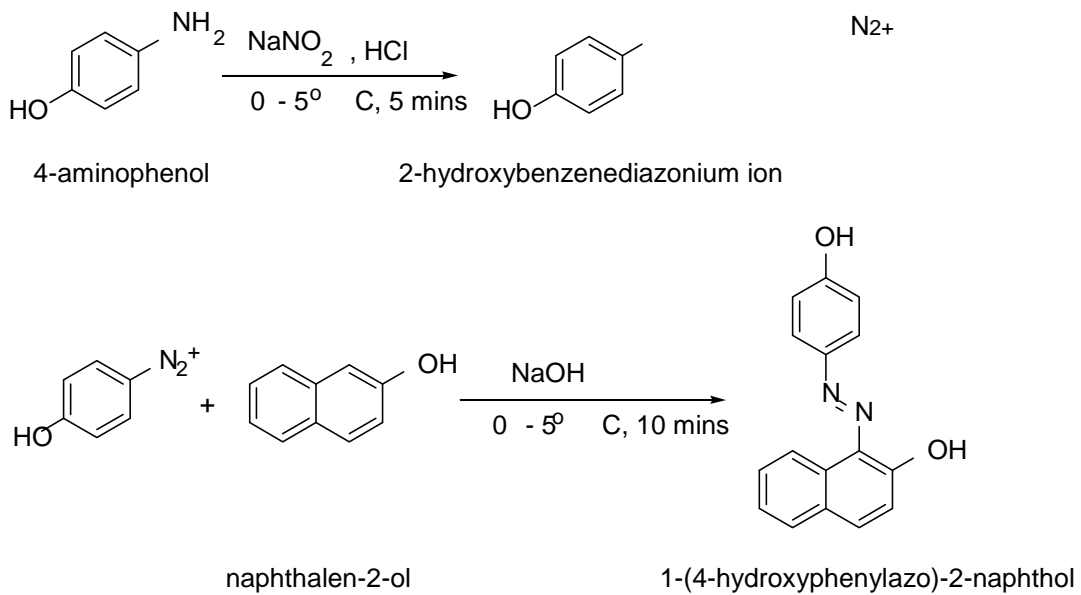
تحضر أصباغ الآزو في خطوتين اولهما الديأزة وبعد ذلك الازدواج الحامض التقليدي / قاعدة وقيامه بتحفيز تفاعلات فعّالة في تصنيع أصباغ الآزو والديأزة ناتجة بفعل تفاعل بروتوني ، ويكون المُركَّب تحت الشروط الحامضية في درجة حرارة منخفضة ومُركَّب ديازو ثمّ يقترنا بتفاعل نيوكليوفيلي تحت الشروط الأساسية وحسب الميكانيكية التالية [7] :-



هناك العديد من الامثلة لتحضير صبغة الآزو ومثال على ذلك:-

تحضير اصباغ الآزو بواسطة

هيدروكسي فينيل (2- نفتول) بواسطة تفاعلات الازدواج لأملاح الدايزونيوم من (4- امينونفتول) [8] .



(3-1) انواع اصباغ الآزو والتأثير الصبغى لكل نوع:-

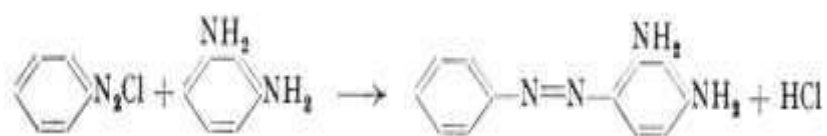
تقسم اصباغ الآزو الى الانواع الآتية:-

أولا - أصبغة الآزو القاعدية : Basic Azo - Dyes

تحتوي هذه الأصبغة على NH_2 أو N_2R ك auxochrome .

أصفر الأنيلين (Aniline Yellow) أمينو أزو بنزين وأصفر الزبدة

(Butter Yellow) ثنائي ميثيل أمينو أزو بنزين هي أبسط أصبغة أزو القاعدية ، ولكنها ذات قيمة ضئيلة كأصبغه وذلك لأنها سريعة التأثير بالأحماض [1] .

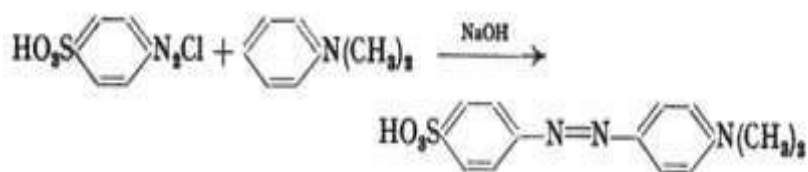


ثانيا - أصبغة الآزو الحامضية : Acid Azo - Dyes

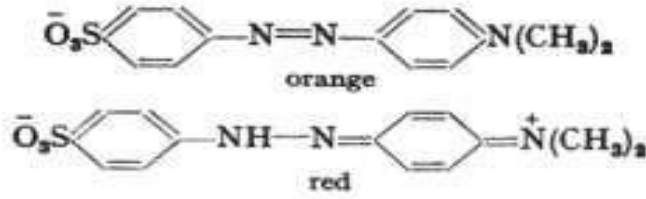
تحتوي هذه الأصبغة على مجموعة حامض السلفونيك .ومن أشهر أنواعها

(Methyl orange) صبغ عباد الشمس ، يحضر بواسطة ديازرة حمض

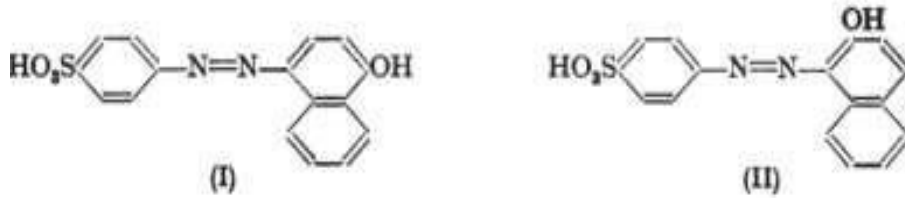
السولفانيليك مع ثنائي ميثيل الأنيلين :



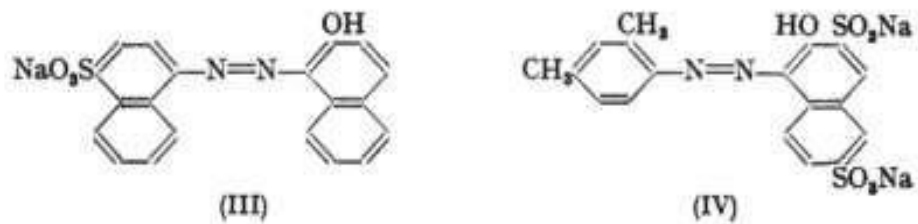
وهو يصبغ في تدرجات لونية غير ثابتة ويستعمل كمؤشر أو دليل حيث يكون برتقالي اللون في محلول قلوي وأحمر اللون في محلول حامضي :



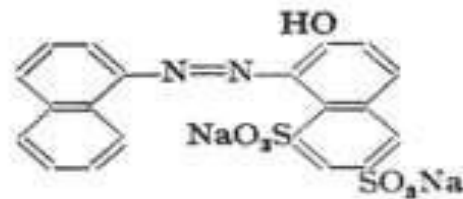
إن ديازة حامض السلفانيليك مع 1- نفتول يعطي (Orange I)
 ومع 2- نفتول يعطي (Orange II) هذه الأصبغة البرتقالية كانت أول أصبغة
 الأزو الحامضية والموجودة في الأسواق .



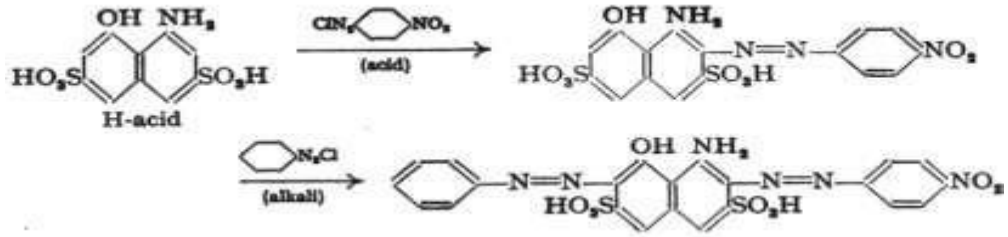
يحضر بواسطة ديازة Care و (Fast Red AV III).
 مع (2- نفتول naphthione acid) مع ملح (m-Xylidine) يحضر بواسطة
 عملية الديازة بوجود نترت الصوديوم



مع (1- naphthylamine) ويحضر بعملية الديازة بوجود ملح نترت الصوديوم
 وحامض HCl وبدرجة حرارة 0-5°C

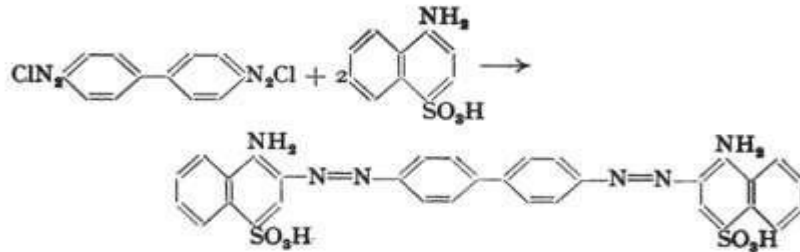


ومنها: (Naphthal Blue Black B) ويعتبر واحدا من بين أكثر الأصبغة الحمضية السوداء المستعملة. وهو يحضر بديأزة H- acid مع جزء واحد من (P-nitroaniline) في محلول حامضي الديأزة تحدث في الموضع (2) وبعد ذلك ديأزة المنتج في محلول قلوي مع جزيء واحد من الأنيلين الديأزة تحدث في الموضع (0) [1].

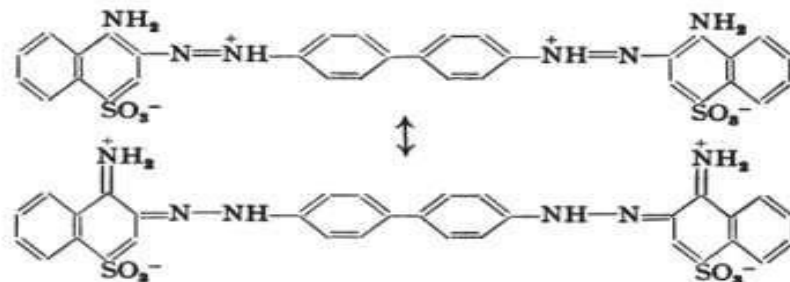


ثالثا - أصبغة الآزو المباشرة :- direct Azo - dyes

صبغة الكونغو الاحمر (Congo Red) وهو صباغ ثنائي الآزو bisazo والذي يحضر بديأزة الـ (benzidine) مع جزيئين من 1- نفتيل أمين P- حمض سلفونيك

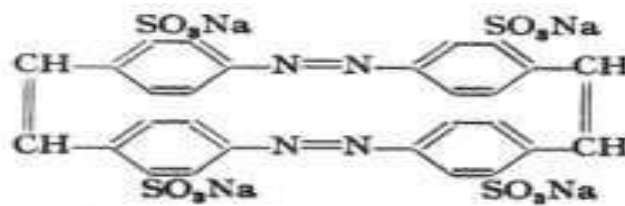


ويكون أحمر اللون في محلول قلوي ، وملحه الصوديومي يصبغ القطن بلون أحمر تام . كانت صبغة الكونغو الاحمر أول صبغه صناعيه تركيبه والقادرة على صباغة القطن مباشرة . وهي سريعة التأثير بالأحماض ويتغير اللون من الأحمر إلى الأزرق بوجود أحماض غير عضوية. هذا اللون الأزرق بمعنى أن عمق اللون قد يعزى إلى تشكل بنى وتراكيب مشابهة لتلك الموجودة في أمينو أزو بنزين [1] .



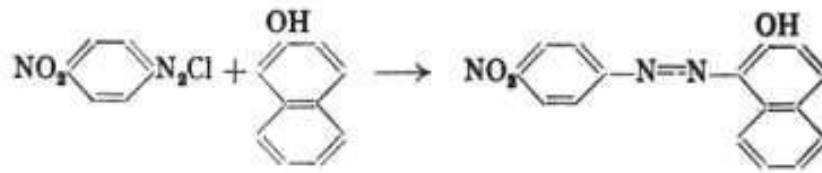
رابعاً - أصبغة الـ Stilbene :-

هذه الأصبغة هي مثال عن أصبغة الأزو المباشرة بدون استعمال الديأزة مثل (Sun yellow) والذي يحضر بتسخين 0- أمينو تولوين 2- حمض سلفونيك مع محلول هيدروكسيد الصوديوم . إن بنى وتراكيب أصبغة الـ (Stilbene) هذه قد أوضحت من قبل (Green و Wahl) [1] .



خامساً - Ingrain Azo -dyes :-

هذه الأصبغة تكون غير ذائبة وتعرف بأصبغة (azoic) إن الصباغة بـ (Para Red) يتم بواسطة نقع النسيج بمحلول قلوي من 2 - نفتول الحاوي على الزيت الأحمر التركي ، ومن ثم تجفيف النسيج وبعد ذلك غمره في مغطس حمام بارد- مثلج من بارا نيترو أنيلين .



إن لون Ingrain Azo -dyes هذه يمكن أن يتغير من البرتقالي إلى الأزرق وذلك بتنوع وتغير مكون الأمين (diazotised) مثل : [1]

2- naphthol + m - nitroaniline = nitroaniline orange

2- naphthol + 2;4 -di nitroaniline = Permanent Red 2G

2- naphthol + Dianisidine = Dianisidine Blue

سادسا - Mordant Azo - dyes :-

الكروم هو أكثر المعادن استعمالا في ترسيخ وتثبيت أصبغة الأزو، معطيا بذلك ما يسمى (Mordant Azo – dyes) كروم-أزو. يرسخ النسيج بغليه في محلول ثنائي كرومات البوتاسيوم وعادة مع عامل اختزال مثل حمض الفورميك أو اللاكتيك أو الأوكساليك ثاني كرومات تتحول إلى هيدروكسيد الكروم [1].

الفصل الثاني

الجزء العملي

(1-2) الاجهزة المستخدمة :-

FT - IR -1

2- ميزان

3- هينتر

4- جهاز قياس درجة انصهار

5- فرن تجفيف

(2-2) المواد المستخدمة :-

ت	اسم المادة	النقاوة	الصيغة
1	2- امينو بريدين	%99	C ₆ H ₆ N ₂
2	اميدازول	%99	C ₄ H ₄ N ₂
3	حامض الخليك الثلجي	99.9	CH ₃ COOH
4	نتريت الصوديوم	99	NaNO ₂

الجدول (1-2) المواد المستخدمة لتحضير صبغة الأزو

(3-2) طريقة تحضير صبغة الأزو:-

حضر بإذابة (0.005 مول ، 0.6657 غرام) من (2- امينو بريدين) في محلول مكون من (5) مليلتر من حامض الهيدروكلوريك و(20) مليلتر من الماء المقطر برد المزيج الى الصفر المئوي ثم اضيف محلول نتريت الصوديوم المحضر من اذابة (0.005 مول ، 0.345) غرام من نتريت الصوديوم في (5) مليلتر ماء مقطر قطرة فقطرة الى المزيج مع التحريك مع ملاحظة عدم ارتفاع درجة الحرارة فوق الصفر المئوي بعد ذلك ترك المزيج مع التبريد والتحريك المستمر لإتمام عملية الديازة ثم اضيف هذا المحلول ذو اللون البرتقالي قطرة فقطرة الى المحلول المكون (0.005 مول ، 0.005) مول من الاميدازول و(1) غرام من هيدروكسيد الصوديوم المذاب في (50) مليلتر من الماء المقطر والمبرد دون الصفر المئوي و(5) مليلتر كحول ايثيلي مطلق لوحظ ترسب مركب الأزو وتلون مزيج التفاعل بلون بني بعد اتمام عملية الاضافة لساعتين اضيفت كمية من الماء المقطر المبرد وترك المحلول لمدة يوم كامل بعد ان جعل (PH=5) للمزيج رشح

الراسب وأعيدت بلورته بالكحول الايثيلي المطلق فكانت نسبته (76%) وبدرجة انصهار (156C°)[8].

(4-2) عمليات الصباغة:-

1- تحضير الخامة.

2- اذابة الصبغة :- يتم اذابة الصبغة المحضرة في 10 مل من الايثانول و0.2 مل هيدروكسيد الصوديوم (1مولاري) ثم اكمال الحجم الى 100 مل بالماء المقطر عند (PH=10)

3- الغمر في محلول الصباغة:- يتم غمر الخامة في NaOH لمدة 30 دقيقة في بيكر يحوي 0.03 غرام (0.00004 مول) نترتيت الصوديوم و0.1 مل حامض HCl (N12) و100 مل ماء مقطر وبدرجة حرارة (15C°-25) بعدها تجفف الخامة .

4- مرحلة التظهير :- وضعت الخامة في حمام الإظهار المكون من (0.1) غم من الصبغة لمدة 30 دقيقة بدرجة حرارة (15-10C°).

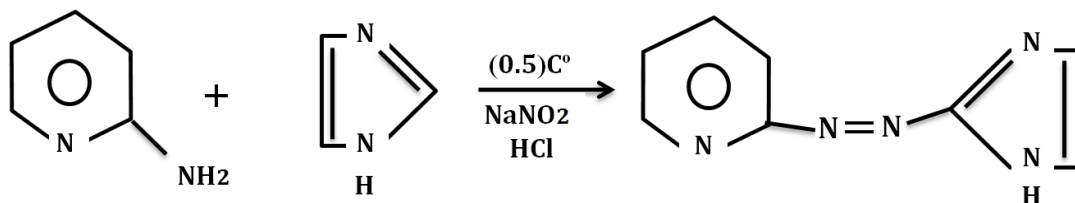
الفصل الثالث

النتائج والمناقشة

(1-3) مناقشة عامه

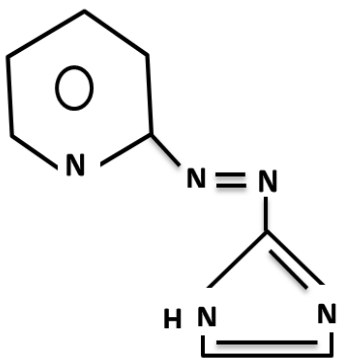
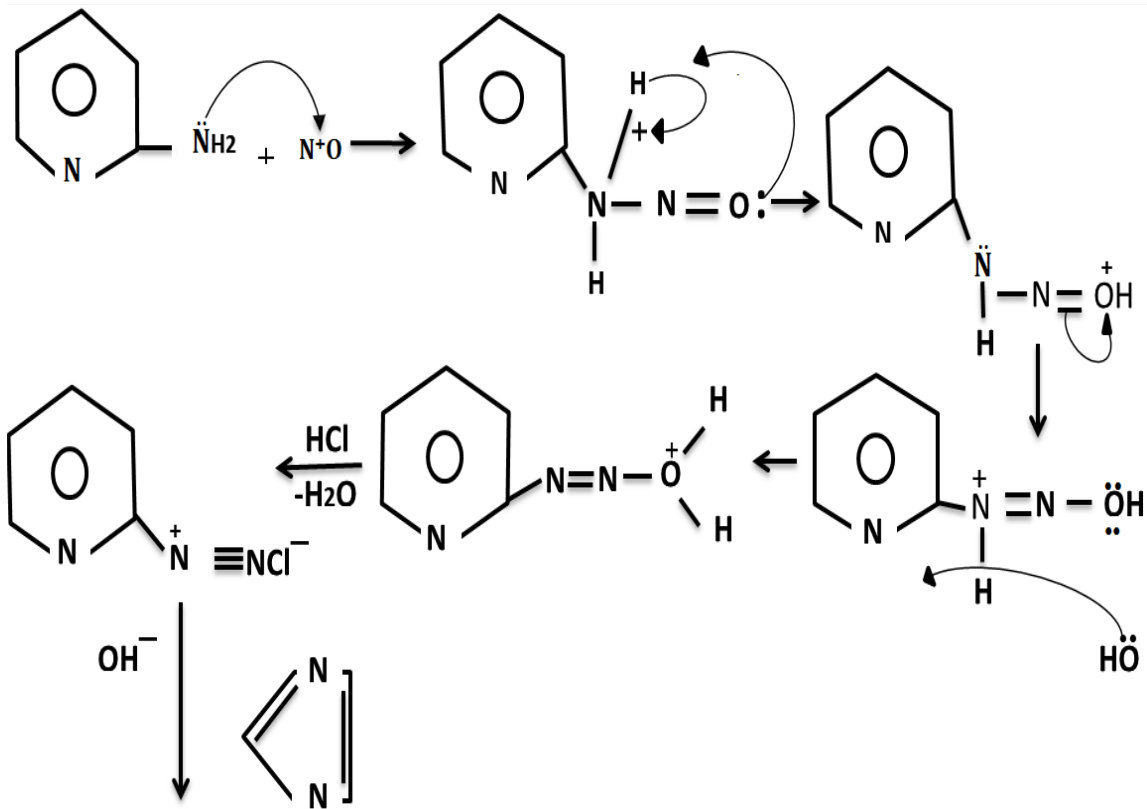
جرى في هذا البحث تحضير صبغه جديدة تحوي على مجموعتين من المركبات الحلقية غير المتجانسة وهي البريديين والاميدازول وقد تم تشخيص هذا المركب بواسطة الاشعة تحت الحمراء وتبينت خواصه الفيزيائية.

(2-3) معادلة وميكانيكية تحضير صبغة الأزو:-



ميكانيكية التفاعل



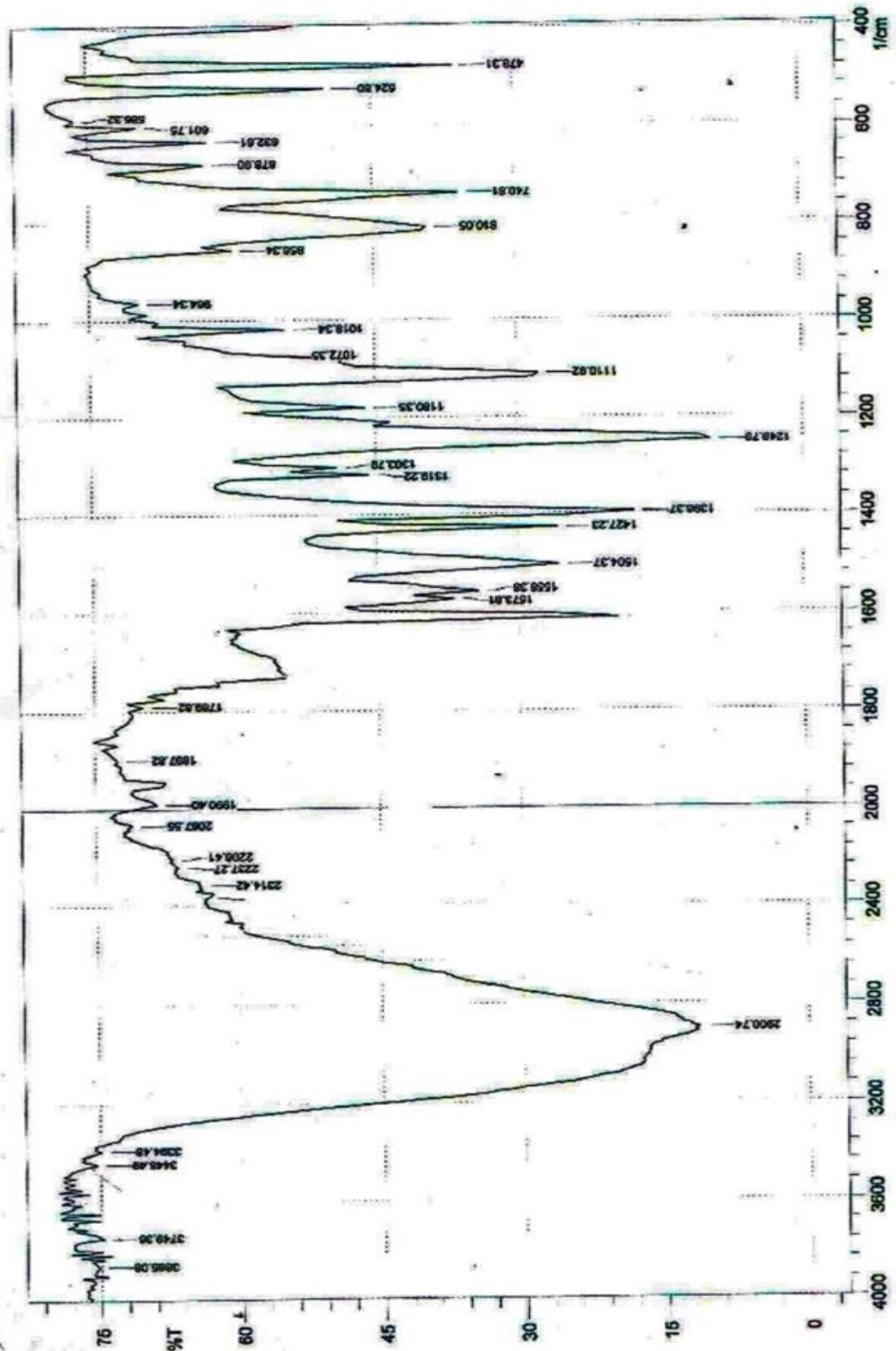


الشكل (1-3) معادلة وميكانيكية تحضير الصبغة

(2-3) تشخيص صبغة الأزو بطيف الأشعة تحت الحمراء

جرى تشخيص المركب المحضر بواسطة طيف الأشعة تحت الحمراء واطهر الطيف حزمة امتصاص عند التردد (3080 Cm^{-1}) تعود الى خط اصرة (C – H) الأروماتية في حلقتي البريديين والاميدازول كذلك ظهور حزمة امتصاص عند التردد (1620 Cm^{-1}) تعود الى خط اصرة (C = N) في حلقة البريديين وحزمة امتصاص عند التردد (1573 Cm^{-1}) تعود لخط اصرة (C = N) في حلقة الاميدازول اما حزمة الامتصاص عند التردد (1569 Cm^{-1}) فتعود لخط اصرة (C = C) وحزمة امتصاص عند التردد (1447 Cm^{-1}) تعود الى خط اصرة (N=N) [9] [10] .

وكما موضح في الشكل (2-3).



الشكل (2-3) طيف الاشعة تحت الحمراء للصبغة المحضرة

- [1] Tarek Ismail Kakhia ; Azo _ Dyes, books Organic Dyes, (2001);(1):32-37.
- [2] K.M. Rathod, Thakre NS. Synthesis and antimicrobial activity of azo compounds containing m-cresol moiety. Chem. Sci. Trans. 2013;2(1):25-28.
- [3] Omer Khayyam Rasheed, New Directions in the Chemistry . Chudgar RJ, Oakes J, Dyes AZO. Kirk-Othmer Encycl Chem. Tech. 2003;116:1199208.
- [4] C.M. Carliell, Barclay SJ, Buckley CA. Microbial decolourization of a reactive azo dye under anaerobic Conditions, Water SA. 1995;21(1):61–69.
- [5] A. Stolz. Basic and applied aspects in the microbial degradation of azo dyes. Appl. Microbiol. Biotech. ,2001;56:69-80.
- [6] A. Thoraya, Farghaly, Abdallah ZA. Synthesis, azo-hydrazone tautomerism and antitumor screening of N-(3-ethoxycarbonyl-4,5,6,7-tetrahydro-benzo[b]thien-2-yl)-2-arylhydrazono-3-oxobutanamide derivatives. Arkivoc. 2008;17:295.
- [7] Azo-compounds , Thesis submitted to The University Manchester for the degree of Master of Philosophy in the Faculty of Engineering and Physical Sciences, 2011.

- [8] Student Handout, Synthesis of an Azo Dye - the Coupling Reaction of Benzenediazonium Ion with 2-Naphthalenol, .resource book for sixth form practical chemistry.**
- [9] L.K.Krestol .O.A. Rekucet and M.M.Kumbuli" spectral analysis of organic compound" Translation by S.T.Hamidi , Basrah University(1998),(1).**
- [10] P.S.Kalisi ; "spectroscopy of organic compounds" ,New Ageinternation (P)limited publishers(2004),(5).**