**جمھوریة العراق**

**وزارة التعلیم العالي والبحث العلمي**

**جامعة القادسیة - كلیة التربیة**

**قسم الكیمیاء/الدراسة الصباحية**

**تحضیر وتشخیص صبغة الآزو( أحادية الآزو)**

**بحث مقدم إلى**

**كلیة التربیة / قسم الكيمياء / جامعة القادسیة**

**وهو جزء من متطلبات نیل شهادة البكالوریوس**

**في علوم الكیمیاء**

**من قبل الطالبان**

**عبد الله عباس مهدي عبد الزهرة**

**هدى توفيق عبد الحسين موسى**

**بإشراف الأستاذ**

**م .علي غازي كاظم**

**1440 هـ 2019م**

**بسم الله الرحمن الرحيم**

**(( اقْرَأْ بِاسْمِ رَبِّكَ الَّذِي خَلَقَ{ 1} خَلَقَ الْإِنسَانَ مِنْ عَلَقٍ{ 2} اقْرَأْ وَرَبُّكَ الْأَكْرَمُ{ 3} الَّذِي عَلَّمَ بِالْقَلَمِ**

**{ 4} عَلَّمَ الْإِنسَانَ مَا لَمْ يعْلَمْ{ 5}**

**صدق الله العلي العظيم**

**سورة العلق**

**الآیات(1-5)**

**الإهداء**

**إلى أهل بيت النبوة ومعدن الرسالة.......**

**إلى من أذهب الله عنهم الرجس وطهرهم تطهيراً ......**

**إلى بلد الحضارات والشهداء ،بلد الأنبياء والأوصياء........ إلى بلدي العراق الحبيب .....**

**إلى من سأبقى مديناً لهم ما حييت أصحاب القلوب الرحيمة أبي .... أمي (رحمها الله) ......**

**إلى رفقاء دربي إخواني وأخواتي ......إلى كل من علمني حرفاَ في هذه الدنيا الفانية معلميني....... إلى كل من كان لي خير عون وسند مادياً ومعنوياً.....**

**إلى من علمنا ووجھنا وبذل قصار جھده لكي نتمیيز و وقف إلى جانبنا بكل خطوة وأشرف على بحثنا أستاذنا القدير ( علي غازي كاظم ) .....**

**إلى أساتذتي وقسمي والى رئاسة قسم الكيمياء المتمثلة بالدكتورة(شيماء عدنان بهجت) ..**

**إلى ذو القلب الطيب الدكتور( ليث سميرالحيدري) .......**

**إلى جميع الأساتذة الذي درسوني ولم يدرسوني...... إلى الأهل والأقارب ......**

**لتقديمهم الدعم والمساندة طيلة مدة البحث....إلى أحبائي وأصدقائي وزملائي .......إلى كل قريب من القلب وكل من يسكن القلب .......إلى كل يد امتدت لمساعدتي واكف تضرعت بالدعاء لأجلي......إلى** **كل من في الوجود بعد الله ورسوله....إلى من تذوقت معهم أجمل اللحظات إلى من سأفتقدهم وأتمنى إن يفتقدوني ....إلى من جعلتهم أخوتي بالله ومن أحببتهم بالله إلى طلاب قسم الكيمياء ....إلى كل من يحبني ويسعده نجاحي أهدي ثمرة جهدي المتواضع.**

**الباحث**

**الشكر والتقدير**

**بسم لله الرحمن الرحیم**

**الحمد لله حمداً كثيراً كما ينبغي لجلال وجهه وعظيم سلطانه ,الحمد لله الذي أول ما أنزل على عبده اقرأ ,الحمد لله الذي رفع لواء القلم بالقسم , والصلاة والسلام على سيدنا محمد وعلى اله وصحبه وسلم ,اللهم علمنا ما ينفعنا بما علمتنا وزدنا علما,أحمد الله حمداً كثيراً واشكره شكراً عظيما أن وفقني في إكمال هذا البحث الذي أرجو إن يتقبله مني خالص لوجهه تعالى.**

**ويطيب لي وأنا أضع اللمسات الأخيرة في إعداد هذا البحث أن يشرفني لأتقدم بوافر الشكر والتقدير إلى أستاذي الفاضل (الأستاذ علي غازي كاظم )الذي كان بحق نعم الأستاذ والموجه والمرشد ,إذ كان لتوجيهاته السديدة وآرائه العلمية القيمة ومتابعته الدقيقة وتشجيعه الدائم أثر كبير في انجاز البحث وإخراجه بهذه الصورة فبارك الله فيه ووفقه لما يحب ويرضى.**

**كما أتوجه بالشكر الجزيل إلى أساتذتي الكرام: كل التبجیل والتوقیر لكم ،یا من صنعتم لي المجد ،بفضلكم فھمت معنى الحیاة ،استقيت منكم العلوم ،والمعارف ،والتجارب ،لأقف في هذه الدنیا كالأسد في عرینه ،عزیزا كریما ،لا ینخدع بالمظاهر والقشور ،بل یبحث دوما عن الجوھر ،بفضلكم وجدت لي مكانا في هذه الحیاة ،فأنتم لم تعلموني حرفا واحداً، بل علمتموني كل شيء.**

**وتقف الكلمات عاجزة للتعبير عن الشكر والأمتنان إلى الأهل والأقارب والأصدقاء وكل من قريب إلى القلب ويسكن القلب على تشجيعهم ومساندتهم لي .والشكر موصول لطلبة الماجستير(زهراء فلاح خضير وعبدالله كاظم) لتقديمهم الدعم والمساندة طيلة مدة البحث**

**و ختاماً شكراً لكل من مد يد المساعدة من عوائلنا وزملائنا طيلة المراحل الدراسية ووقوفهم معنا ولدعواتهم التي ذللت الكثير من الصعاب ووفق الله الجميع وجزاهم الله عني خير**.

**الباحث**

**قائمة المحتويات**

|  |  |
| --- | --- |
| **الموضوع** | **الصفحة** |
| **الفصل الأول** | **1- 8** |
| **المقدمة** | **1** |
| **أصبغة الآزو** | **2** |
| **تصنيف وتسمية مركبات الآزو** | **3** |
| **تصنيف مركبات الآزو اعتمادا على عدد المجاميع الداخلة في تركيبها** | **4- 6** |
| **تحضير اصباغ الآزو** | **7** |
| **استخدامات مركبات الآزو** | **8** |
| **الفصل الثاني/الجزء العملي** | **9-20** |
| **الأجهزة المستخدمة في البحث /الأدوات المستخدمة في البحث/المواد الكيمياوية المستخدمة في البحث** | **9** |
| **جدول يبين المواد الكيمياوية المستخدمة في البحث** | **10** |
| **طريقة العمل لتحضير صبغة 1- نفثول** | **11** |
| **طريقة العمل لتحضير صبغة 2- نفثول** | **12** |
| **المعادلات الكيميائية لتحضير صبغة 1- نفثول** | **13** |
| **المعادلات الكيميائية لتحضير صبغة 2-نفثول** | **14** |
| **جدول يبين الخواص الفيزيائية لصبغة 1- نفثول وصبغة 2- نفثول** | **15** |
| **ميكانيكية تفاعل حامض HClمع نتريت الصوديوم** | **16** |
| **ميكانيكية تفاعل النترونيوم مع الأمين الأليفاتي** | **17** |
| **مناقشة عامة** | **18** |
| **طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) لصبغة 1- نفثول** | **19** |
| **طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) لصبغة2 - نفثول** | **20** |
| **المصادر** | **21-22** |

**الفصل الأول / الجزء النظري**

****

أصباغ الآزو

**الفصل الأول**

**المقدمة واستعراض المراجع**

**Introduction and Literature review**

**1-1المقدمة** **الأصباغ** **dyes** لم تكن الأصباغ جدیدة بمفھومھا فقد عرفت منذ القدم حیث كانت تستخرج من مصادرھا الطبیعیة ، فمنذ 3000 سنة قبل المیلاد استخرج المصریین القدماء الصبغة النیلیة ( Indigo ) التي توجد على ھیئة مركب الجلیكوزید في ورقة نبات النیلة ، غیر إن العمل على صناعة الأصباغ وإيجاد طرق یمكن من خلالھا تحضیر ھذه الاصباغ معملیا عام 1857 م عندما قام بیركن بإنشاء مصنع المیوفین من قطران الفحم . وبعد سنوات من البحث المعملي تمكن من تحضیره من مفاعلة ثنائي كرومات البوتاسیوم وحمض الكبریتیك المركز مع خام الانیلین ، حیث حصل على مادة ملونة تعمل على صباغة الالیاف باللون الارجواني في المحلول الساخن ، كما إن لھا خواص الصبغة من حیث الصفاء ودرجة ثبات اللون مقارنة بالأصباغ الطبیعیة المستخدمة والتي لھا نفس درجة اللون ، مما جعل المیوفین بعد تطویره من قبل بیركن والعاملین معه ملائما لصبغة القطن عند معالجته بحامض التانك tannic acid) ) حيث يعد صبغة مقبولة لدى العاملین في مجال صباغة الاقمشة ، وفي الوقت ا لحاضر تعتبر الصبغات الطبیعیة التي یمكن استخدامھا بكمیات معینة قلیلة جدا باستثناء خشب البقم ( log wood ) لذا أصبحت الحاجة ملحة للعمل على تحضیر الصبغات ، وذلك من خلال تحدید الخطوات التي یسیر بھا ھذا التحضير بداية من معرفة المواد الخام مثل الھیدروكربونات الاولیفینیة والاروماتیة كالبنزین والطولوین الموجودة في قطران الفحم ( الذي یتم الحصول علیھ من تقطیر الفحم بمعزل عن الھواء) والعمل على توسیع نطاق ھذه العملیة . ووجود الھیدروكاربونات الاروماتیة والأنظمة المقترنة الأخرى شرط مھم لان ھذه المركبات تعمل على تحدید الھیكل البنائي للصبغات الناتجة بالإضافة الى إكسابھا خاصیة التلوین **(1)** ویمكن تصنیف الأصباغ والحبیبات الصبغیة تبعا لشكلھا البنائي او حسب طرق استخدامھا في صبغة المواد كالأنسجة والجلود والأوراق غیر إن التصنیف السابق للأصباغ یظھر عجزا بحیث لایؤدي الغرض منه على النحو المرضي، ولتوضیح ذلك فان النظام حامل اللون یتواجد في الصبغة ولكن تاثیره الاستخدام یختلف تماما مما یؤدي إلى عدم توافق التصنیيف وھناك عدة عوامل تحدد طريقة الاستخدام ویعتمد علیھا الأثر الناتج عن ذلك مثل وجود مجامیع ذوابة او مستقبلة للبروتون وسلاسل الكيل طويلة أما الاصبغة الكبريتية :هي أصبغة غير منحلة في الماء تستخدم الصباغة وهي مثل أصبغة الحلة ولكنها أرخص .تستخدم خصيصا للحصول على الألوان الباهتة بطريقة اقتصادية .وتستخدم خصيصا لصباغة الألياف السيلولوزية .سعرها اقتصادي .ذات ثبات جيدة في الصباغة (عدا ثباتية الكلور) حافظا هذا الصنف من الاصبغة على اهميته الكبيرة ,مع وجود مشاكل بيئية مرتبطة بطريقة الصباغة .تغطي الاصبغة الألوان الباهتة .فلا يوجد الوان حيوية وخصوصا الألوان الحمراء ) يسمى أيضا شكل عديم اللون (leuco)ملح الصوديوم الذي بشكل c-*sNa) )يدخل داخل الألياف ويعود ويثبت من جديد ,غير منحل في الماء ,على الألياف خلال عملية الأكسدة اللاحقة* .وتعتبر الأصبغة الكبريتية ذات أهمية كبيرة في صباغة البضائع الرخيصةا(أقمشة الخيام ,أقمشة الحقائب ). وتحل الاصبغة الكبريتية قولويا بأستخدام كبريتيد الصوديوم والصودا الكاوية ولكنه العملية اكثر تكلفة .ويمكن استخدام ثيونيت الصوديوم .**(2)**  . **(1)**

1**- 2** **أصبغة الآزو AZO-DY** تعتبر أصباغ الازو اكبر مجموعة ضمن المواد الملونة العضویة dyes المحضرة صناعيا لها القدرة على اضفاء الوانه الى الیاف وتحتوي على مجموعة الآزو – N=N – إذ ترتبط ذرات النتروجین بذرات الكاربون ذات تھجین sp2 وترتبط ذرة كاربون واحدة على الأقل بحلقة بنزین عادة أو مشتقات النفثالین او متعددة الحلقات مثلThiazole او Pyrazolone**(3-4).**ويعود الفضل في اكتشاف مركبات الآزو سنة 1860م إلى العالم Greiss وتعرف على إنها مركبات عضوية حاوية على ذرتي نيتروجين مرتبطتين بآصرة مزدوجة وترتبط على كلا طرفيها مجموعتان عضويتان متجانستان فسميت بمركبات الآزو المتجانسة أو مجموعتين عضويتين إحداهما أو كلاهما غير متجانستين فسميت بمركبات الآزو غير متجانسة الحلقة ,حيث من الممكن إن تكون المجموعة أريل أو الكيل ويمتاز هذا النوع المركبات بطرائق تحضيرها العديدة وحساسيتها العالية تجاه الضوء كما تتصف بأستقراريتها مع الأيونات الفلزية **(5-6)**. وكما تعد أصباغ الآزو من أهم الأصباغ المعروفة وهي لاتوجد في المنتجات الطبيعية فقد قام بتحضيرها في عام 1856م العالم William perkin))**(7)**.وعلى مر السنين ,تشكل مركبات الآزو واحدة من أكبر أصناف المركبات العضوية وتعتبر أصباغ الآزو ذات مدى واسع للأستعمال لأنها سهلة التحضير**( 8)** وطبقا لمعطيات إحصائية مليون طن مثل هذه الأصباغ تنتج سنويا حول العالم **(9)** وتعتبر الكروموفور في اصبغة الآزو هي مجموعة آزو, والاكسوكروم المعروفة 2NR ,OH, NH2 ,تصنف أصبغة الآزو كأصبغة قاعدية وحامضية ومباشرة وراسخة ومرسخة **(10)** .ان أصباغ الآزو تشكل المراتب الأولى كأنواع من الكواشف العضوية لتكوين المعقدات الكليتية الملونة**(11-12)** ومركبات الآزو تسمح بتكوين الآصرة التناسقية مع الأيونات الفلزية وقد أستغل العاملون حقل الكيمياء التحليلة لهذه الخاصية في مجال التقدير الكمي والنوعي بأستعمال تقنيات مختلفة **(13)** وقد تحتوي أصباغ الآزوعلى مجموعة فعالة واحدة او اكثر ,كما تضم بعض مركبات الآزو فضلا عن هذه المجاميع الفعالة معوضات تدعى بالمجاميع المطورة للون **(14)** والتي تؤثر في زيادة الشدة اللونية لهذه المركبات ومثالهOH**)** *, H2 N,*SH**)** *,* أن معظم المعوضات واهبة لإلكترونات ,لذا فهي تعمل على زيادة ذوبانية هذه المركبات ومعقداتها الفلزية ,كما انها تساعد على زيادة حساسية هذه المركبات فكانت لها استعمالات واسعة في الحقول الصناعية والبيولوجية,وكواشف الآزو تتصف بالحساسية والأنتقائية العاليتين ,فضلا عن استقراريتها العالية ويعزى السبب في استقرارية هذا النوع من الكواشف لوجود الاآصرة المزدوجة بين نتروجين المجموعة الجسرية علما إن هذه الأستقرارية تتأثر بأنواع المجاميع الموجودة على طرفي مجموعة الآزو والتي قد تكون اليفاتية اروماتية **(15-16).**

**(2)**

**1-3** **تصنيف وتسمية مركبات الآزوAzo Compound Classification and** **Nomenclature**

ان التسمية النظامية وفق النظام العالمي IUPAC)) لمركبات الآزو تعرف كمشتقات للديازين (diazene) او(diimide) HN=NH حيث تستبدل كلا ذرتي الهيدروجين بمجموعتي فنيل فتسمى عندها آزوبنزين diphenyldiazene أو azobnzene**(17)**.



وتعد كواشف الآزو من اكثر الكواشف العضوية شيوعا واستعمالا بوصفها كواشف طيفية لما تتسم به من ثبات عال وسرعة تفاعلاتها مع الأيونات الفلزية فضلا عن حساسيتها وانتقائيتها العالييتين **(18-19)**وقد صنفت هذه المركبات اعتمادا على ارتباط المجموعة الفعالة الجسرية (– N=N – ) بمجاميع عديدة ومختلفة الى صنفين :

**أ- مركبات الآزو الأليفاتية** :

مركبات ترتبط فيها المجموعة الجسرية بمجاميع عديدة اليفاتية مختلفة (– N=N –H R) فقد ترمجموعة اليفاتية واحدة او اثنين من الطرفين للمجموعة الجسرية وتسمى هذه المركبات أصباغ آزو اليفاتية وتعد هذه الصباغ ومعقداتها الفلزية القليلة الانتشار وذلك لتفككها السريع الى نيتروجين والهيدركاربون ذات أهميه قليلة **(20)** .  وتمثل R اثيل

**ب – مركبات الآزو الاروماتية:**

مركبات تكون فيها المجاميع المرتبطة على طرفي مجموعة الآزو الجسرية هي مجاميع اروماتيه (– N=N –Ar – Ar) فتسمى عندئذ أصباغ الآزو الاروماتية ومن احسن امثلتها وابسطها مركبات الازو بنزين وتصنف أصباغ الآزو الأروماتية الى صنفين مركبات الآزو متجانسة الحلقة كما في المركب آزو بنزين **(21)** ومركبات الآزو غير متجانسة الحلقة



**(3)**

**1**-**4** **تصنيف مركبات الآزو اعتمادا على عدد مجاميع الازو الداخلة في تركيبها أ - مركبات احادية الازو *compounds* *azo* *mono*** تحتوي هذه المركبات على مجموعة آزو واحدة يمكنها أن تتناسق مع بعض الايونات الفلزية من خلال احدى ذرتي النيتروجين لمجموعة الآزو وعندها تعد هذه الليكاندات أحادية المخلب,أما اذا احتوت جريئة الليكاند على ذرات أخرى أو مجاميع يمكنها التناسق عن طريق أزواجهاغير الآصرية عندها يمكن تصنيفها الى ليكاندات ثنائية أو ثلاثية المخلب **(22)** كما في مركب الآزو بنزين 

ان هذا المركب يحتوي على مجموعة آزو جسرية واحدة فقط ويستطيع ان يتآصر مع الأيون الفلزي سالكا ليكاند احادي السن ولعل ابسط مثال على ذلك هو الآزو بنزين, ولكن بإمكان مركبات أحادية الآزو أن تسلك سلوك الليكاندات أحادية السن تارة وليكاندات ثنائية السن تارة اخرى ففي حالة احتواء احدى المجموعتين العضويتين على جانب مجموعة الآزو الجسرية على مجاميع معوضة واهبة للألكترونات أو إذا كانت المجاميع العضوية أحداهما او كلاهما غير متجانسة فمن الممكن إن تدخل التناسق عن طريق أزواجها الالكترونية غير المشاركة وبذلك تتحول من كونها احادية السن إلى مركبات ثنائية السن كما هو الحال في الصيغة التالية لمركب 1 (بارا نيترو بنزين ازو 2 - نفثول ) **(23)**.



**(4)**

**ب- مركبات ثنائية الآزو dis Azo Compounds** هذا النوع من المركبات يحتوي على مجموعتي آزو ترتبط على اطرافها حلقات متجانسة او غير متجانسة وبذلك فأن الليكاندات أيضا تختلف تماشيا مع نوع الحلقات او المجاميع المعوضة على جوانب مجاميع الآزو الجسرية كما هو الحال في المركب 4-(4-فنيل آزو) -1-نفثالين ازو فنيل **(24)**.



**(5)**

**ج– مركبات ثلاثية الآزو Tris azo compounds**

هناك مركبات تحتوي في تركيبها ثلاثة مجاميع آزو جسرية ترتبط فيما بينها بحلقات اروماتية مختلفة وهي تحتوي معوضات حامضية او قاعدية كما تتباين كذلك في مواقع تعويض هذه المعوضات على الحلقات الاروماتية لذلك هناك صعوبة في تسمية مثل هذا النوع من المركبات ومثالها المركب (1-3-5-تريس آزو بنزين ) وهناك مركبات آزو رباعية وأخرى خماسية أو متعددة اعتمادا على عدد مجاميع الآزو الداخلة في تركيب هذه المركبات ويذكر هنا إن ألوان هذه المركبات تزداد شدتها بزيادة عدد المجاميع الآزو الرابطة بين الحلقات **(25)**.



**(6)**

**1-5 تحضير أصباغ الآزو Preparation of Azo Dyes**

تحضر أصباغ الآزو بخطوتين رئيستين هما:

1. عملية تكوين مركب الديازو (الديازوتايزيشن Diazotisation) للأمينات الاروماتية الاولية بفعل حامض النتروز لتكوين ملح الديازونيوم Diazonium salt.حيث يتم دخول ذرة نتروجين ثانية للجزيئة وتكوين مجموعة آزو .يجري التفاعل في درجة حرارية منخفضة لاتزيد عن 5 درجة سيليزية لأن ملح الديازونيوم الناتج غير مستقر (unstable).
2. عملية الأزدواج Coupling:هي عملية تعويض الكتروفيلية بأيون الديازونيوم الموجب الناتج من في الخطوة الاولى ,مع مركب اروماتي ثاني (من مركبات الهيدروكسيل او الأمين الاروماتية ).الموقع الذي يرتبط به ايون الديازونيوم مع مركب الازدواج هو الموقع الذي يحتوي كثافة الكترونية عالية . وسط تفاعل عملية الأزدواج تحدده طبيعة المجموعة الفعالة الموجودة في مادة الأزدواج .هذه العملية تجري ايضا في درجة حرارية منخفضة لمنع تجزؤ ملح الديازونيوم المستعمل **(26)**.وبعد تحضير ملح الديازونيوم يتفاعل مع مركب الأزدواج **(27)** وكما موضح في المعادلة ادناه



**(7)**

**1**-**6** **استخدامات مركبات الآزو**  الأصباغ عموما سواء كانت كيمياويا او مستخلصة يجب ان تكون لها خاصية إعطاء اللون إلى المادة المصبوغة بها بصورة متجانسة ومتساوية في درجة ثباتها تجاه الضوء والغسيل والاحتكاك , وهناك عدد كبير من المركبات العضوية لها الوان خاصة بها ولكن لا يمكن اطلاق اسم الصبغة عليها فالمركب الكيمياوي يظهر لنا لونا معينا عندما يمتص الضوء في المنطقة المرئية 400 - 800 نانومتر ويجب إن تكون للاصباغ مجموعة حاملة للون)( ومجموعة ساندة للون Auxochromمن الاستخدامات المهمة الأصباغ الازو ومعقداتها كونها أصباغ ذات جودة عالية اذ استخدمت في صباغة الانسجة الصوفية والقطنية والالياف الصناعية والجلود , وكان للجلود النصيب الأكبر ) 90 % من هذه الاستخدامات ولقد اثبتت هذه الاصباغ فعاليتها وثباتها ووشدة لونها فضلا عن سهولة استخدامها تمتلك اصباغ الآزو الاروماتية الوان ذات شدة عالية لعدم تمركز الكترونات π اما مركباتت الآزو الغير متجانسة الحلقة لها دور مهم من حيث استعملت كليكاند الثيازول يوصف ككاشف للصبغة )reagent chromogenic يستخدم لصباغة الأنسجة وخيوط البولي استر والاكريلك والنايلون )(8,9 )ويستعمل في صباغة الالياف السيليلوزية بدون استعمال المثبتات مثل صبغة Blak deep direct بسبب استقراريتها تجاه الضوء والرطوبة ويستخدم ايضا للطباعة على الأنسجة القطنية والحريرية وتستخدم مشتقاته في التصوير الفوتوغرافي حيث يزيد من حساسية أفلام التصوير **(28)** تعد اصباغ الازو ذات اھمیة كبیرة جدا بسبب استخداماتھا في مجال التخلیق العضوي بوصفھا كواشف في قیاس لشدة الضوئیة ، ایضا تستخدم أصباغ الازو في الكیمیاء التحلیلیة في عملیة التسحیح مثل صبغة المثیل البرتقالي والمثیل الأحمر وكذلك تستخدم في في صباغة الصوف والخشب والحریر اما في مجال الادویة استخدمت ھذه المركبات كعقاقیر مھمة لما لھا من دور مثبط للجراثیم ومن ھذه ( الجراثیم جرثومة القولون النقرصي والبكتریا المسببة لمرض الأمعاء المزمن والسرطان( وھي من المركبات الازویة دواءامضادا للسرطان والقرحة.وتستخدم للكشف عن العناصر وتعد من الكواشف العضوية ذات الانتشار الواسع التي تميزت باستخداماتها المتعددة وذلك لثاباتها وسرعة تفاعلها مختلف الايونات الفلزية إذا تمتلك الكثير منها حساسية وانتقائية عاليتين مما جعلها محط أنظار العلماء الباحثين واستخدمت مركبات الآزو على نطاق واسع حيث استغلت صفة اللون السائدة فيها ولمعقداتها مع اليونات الفلزية فمثلا استخدمت في تقدير الايونات الكوبلت والنيكل والنحاس والخارصين والكادميوم والزئبق بأستخدام الليكاند 2- بارا(2- بريمدين سلفامايل ) فنيل ازو (ثنائي فنيل اميدازول (pspAI )وقد بينت الدراسات الحديثة بأن الكثير من الاحياء المجهرية (Micro organism.) تسبب انواعا مختلفة من الامراض كما إنها تأثر بشكل فاعل بالمركبات العضوية واللاعضوية في الاونه الأخيرة اتجهت الدراسات الحديثة إلى دراسة الفعالية التثبيطية لهذه المركبات على الاحياء المجهرية المرضية وكان لأكتشاف العوامل الكيميائية العلاجية دور كبير للسيطرة على هذه الامراض والقضاء عليها.

**(8)**

**الفصل الثاني**

الجزء العملي

**الجزء العملي**

**2 -1 الأجهزة المستخدمة**

استعملت الأجهزة الآتية في القياسات الطيفية والفيزيائية للمركبات المحضرة وكما يلي :

1- تم قياس درجات الانصهار للمركبات المحضرة باستخدام أنابيب شعرية وجهاز (GallenkampMFP-600 Melting point apparatus)

2- الميزان الكهربائي :تم حساب أوزان المواد الكيماوية

3- جهاز تسخين (هيترحراري **)**

4- طيف الأشعة تحت الحمراء (IR**)** تم قياس أطياف الأشعة تحت الحمراء باستخدام قياس FTIR)**)**

**2-2 الأدوات المستخدمة في التحضير**

1. دورق مدور القاعدة 250مل
2. مواسك عدد(2)
3. حامل حديدي
4. أنابيب لدخول وخروج الماء
5. حجر الغليان
6. محرك مغناطيسي لرج المحلول
7. مكثف
8. بيكرات عدد(4) 9- قمع 10 - حوض فيه ثلج لتبريد الأصباغ المحضرة

**2 -3 المواد الكيميائية المستخدمة في تحضير الاصباغ**

1 – السكارين

2- الهيدروكلوريك

3- هيدروكسيد الصوديوم 4- نتريت الصوديوم 5- الايثانول 6 -1نفثول

**7**- 2 نفثول 8- فنيل داي أمين

**(9)**

**2-4 الجدول الاتي يبين المواد الكيميائية المستخدمة في البحث**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| المادة | الصيغة الجزيئية | الكتلة الجزيئية غم/مول | نقطة الأنصهار |
| السكارين | C6H4CONHSO2 | 183, 19غم/مول | 22,7-228,8 *درجة سيليزية* |
| الهيدروكلوريك | HCl | 36,46 غم/مول | ............. |
| هيدروكسيد الصوديوم | NaoH | 39,997 غم/مول | 318 *درجة سيليزية* |
| نتريت الصوديوم | NaNO2 | 68,99 غم/مول |  |
| الايثانول | C2H6O | 46,07 غم/مول | 114,1- *درجة سيليزية* |
| 1- نفثول | C10H8O | 144,17 غم/مول | 95-96 *درجة سيليزية* |
| 2-نفثول | C10H8O | 144,17 غم/مول | 123 *درجة سيليزية* |
| فنيل داي امين | N2C6H8 | 108 ,14 غم/مول | 144-147 *درجة سيليزية* |

**(10)**

**2 -5 طريقة العمل**  يوضع مزيج من المتفاعلات (1غم سكارين )و (1,5غم فنيل داي أمين ) والمذيب المناسب ( 20 مل ايثانول )في دورق دائري ويثبت عليه المكثف وبشكل عمودي ويسخن الدورق مع مزيج التفاعل باستخدام المسخن الكهربائي بالإضافة إلى ذلك يضاف لمزيج التفاعل المحرك المغناطيسي لتحريك المزيج ويضاف الى المزيج كمية قليلة من حجر الغليان (Boiling stone ) والذي يمنع مزيج التفاعل من الوصول إلى حالة مافوق الغليان (super heating) وذلك عن طريق تنظيم درجة غليان السوائل المتفاعلة بعد بدء التسخين يبدأ تصاعد الأبخرة من المزيج والذي يكثف عن طريق المكثف البارد والذي يعود للدورق وبتأثير فعل الجاذبية أما الغرض من التسخين فهو لتسريع عملية التفاعل مابين المتفاعلات وكذلك المحافظة على درجة الحرارة (درجة غليان المذيب) يسخن المزيج بدرجة حرارة 100سيليزية ثم يبرد المزيج ويسكب في بيكر ويترك ليجف (يتبخر جميع الايثانول )وبعد ذلك نعين درجة الأنصهار.

**لتحضير صبغة الأزو الأحادية (صبغة 1- نفثول وصبغة 2- نفثول**

1- نوزن 1غم من مادة السكارين 2- نوزن 5و1 غم من مادة فنيل داين أمين **طريقة تحضير صبغة 1 - نفثول** أ- **عملية تكوين مركب الديازو الديازوتايزيشن Diazotisation**

**1**- إذابة 2,3غم من مشتق امينو بنزويك سلفاميد في 5مل من حامض الهيدروكلوريك المركز و5 مل من الماء في بيكر صغير **2** – نضع البيكر في حوض فيه ثلج **3**- نبرد بالماء مع التحريك إلى أن تنخفض درجة حرارة المزيج الى (0-5) درجة مئوية **4**- حضر محلول من 1غم من نتريت الصوديوم في اقل كمية ممكنة من الماء **5** – أضف محلول نتريت الصوديوم على دفعات صغيرة (2-3)قطرة إلى المحلول الأول مع الاستمرار بالتحريك والحفاظ على درجة الحرارة تحت 5 درجة مئوية .

ب- **عملية الازدواج Coupling**

**1**- نحضر محلول 5و1غم من 1- نفثول في 15مل من محلول 10% هيدروكسيد الصوديوم **2**- برد المحلول في حوض فيه ثلج الى درجة 5 مئوي **3**- نحرك محلول 1- نفثول بشدة ونضيف اليه محلول ملح الديازونيوم المحضر في الخطوة الاولى بالتدريج.

**4**- بعد الأنتهاء من الأضافة نترك المزيج حوالي 20 دقيقة مع التحريك بين اونة واخرى ونترك المحلول ليجف.

**(11)**

**طريقة تحضير صبغة 2 – نفثول**

أ- **عملية تكوين مركب الديازو الديازوتايزيشن Diazotisation**

**1**- إذابة 2,3غم من مشتق امينو بنزويك سلفاميد في 5مل من حامض الهيدروكلوريك المركز و5 مل من الماء في بيكر صغير

2– نضع البيكر في حوض فيه ثلج . 3- نبرد بالماء مع التحريك الى ان تنخفض درجة حرارة المزيج الى (0-5) درجة مئوية . **4**- حضر محلول من 1غم من نتريت الصوديوم في اقل كمية ممكنة من الماء . **5** – أضف محلول نتريت الصوديوم على دفعات صغيرة (2-3)قطرة إلى المحلول الأول مع الاستمرار بالتحريك والحفاظ على درجة الحرارة تحت 5 درجة مئوية .

**ب- عملية الأزدواج Coupling**

1- نحضر محلول 5و1غم من 2- نفثول في 15مل من محلول 10% هيدروكسيد الصوديوم . 2- برد المحلول في حوض فيه ثلج إلى درجة 5 مئوي . 3- نحرك محلول 2- نفثول بشدة ونضيف اليه محلول ملح الديازونيوم المحضر في الخطوة الأولى بالتدريج .

4- بعد الانتهاء من الإضافة نترك المزيج حوالي 20 دقيقة مع التحريك بين آونة وأخرى ونتركه يجف .

**(12)**

**المعادلات الكيميائية لتحضير صبغة 1 – نفثول** . 





**(13)**

**المعادلات الكيميائية لتحضير صبغة 2- نفثول**





**(14)**

**الخواص الفيزيائية Physical propertis**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **المشتق** | **الصيغة الجزيئية** | **MPدرجة الأنصهار** | **Colour** | **النقاوة %** |
| صبغة1- نفثول | C23H17O3SN4 | 152-150درجة سيليزية | Yellow | 60% |
| صبغة2- نفثول | C23H17O3SN4 | 177-175درجة سيليزية | Brown | 70% |

**(15)**

**ميكانيكية تحضير أصباغ الآزو**



**تفاعل حامض الهيدروكلوريك مع نتريت الصوديوم**

**(16)**

**ميكانيكية تفاعل الجزء الموجب مع الأمين ألأليفاتي**



**(17)**

**مناقشة عامة**

جرى في هذا البحث تحضير صبغتين تحتوي على مجموعة ازو أحادية وهي صبغة الفا- نفثول والصبغة الثانية بيتا - نفثول وتم تشخيص هاتان الصبغتان بواسطة الأشعة تحت الحمراء وتبينت خواصهما الفيزيائية وكل ذلك دفع الباحثين إلى بذل المزيد من التعمق في مجال البحث العلمي للتوصل الى طرق مختلفة في تحضير أصباغ الآزو وذلك عن طريق تنويع المواد الأولية المستعملة والمذيبات والأوساط والطرق المتبعة في عمليتي تكوين ملح الديازونيوم والازدواج وفي بحثنا هذا تمت العمليتان المشار إليها وحضرت الصبغة الأولى ذات لون أصفر والصبغة الثانية ذات لون بني .

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **N=N--** | **S=O** | **C=C**  **aromatic** | **C=N** | **C-H aliphatic** | **C-H Aromatic** | **N-H** | **O-H** | **Compound** |
| 1450 | 1342 | 1581-1519 | 1681 | 2931-2854 | 3014 | 3368 | 3397 | 1- نفثول |
| 1450 | 1342 | 1519 | 1698 | 2923-2854 | 3014 | 3308 | 3352 | 2- نفثول |

الجدول أعلاه يبين أطياف IR للصبغتين المحضرتين

**(18)**

**(19)**

**(20)**

**المصادر**

**1-** https:/ar.wikipedia.org/w/inex. محمد صبري عبدا لله ,الكيمياء الصناعية ,الفجر للنشر **-** **2**

ضياء عبد المحسن مجلة التربية والعلم الجديد مجلد 21العدد4 , (2008**) -*3***

**4** **-** Alyak ,Thess,Baghdad,unv,( 2007).

. M.Akhond and M.Bagher,Anal.sci,18,1051(2002)-**5**

**6**  **-**L.Mishra,A.K.Yadaw,R.S phadke,c.s.choi,and Metal Drags 86 - 8, (2001). **7-**S- Shibata ,M,Furukawa and k.Goto,cheM ,17,85, (1974). **8** **-** A. Stolz. Basic and applied aspects in the microbial degradation of azo dyes. Appl. Microbiol. Biotech(2001);56:69-80.

**9** **-** 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)-2arylhydrazono-3-oxobutanamide derivatives. Arkivoc. (2008);17:295.

**10** **-** Azo-compounds , Thesis submitted to The University Manchest er for the degree of Master of Philosophy in theFaculty of Engineering and Physical Sciences,( 2001).

**11-** L.K.Patel, k.H .and p.s .Desai,oriental .J.Chem.

15,363(1999).

**12-** A.Arcoria,M.R.Deborgi and F.Fatuzzo:Dyes and pigments,21,67,(1993).

**(21)**

**13-** S.OZO Waldowski and M.Jaroz,chem.ANAL. (warrsow)Rev,42,739,(1997).

**14-** M.Kurahashi,Bull.chemSOC.JPN 49,2927 (1976).

**15-** V.A.L Lemos,E.S.antos, and R.T.Yamaki,Micro.chem A Cta.158,189(2007).

**16-**H.Maradiya and..patel,J,Serb.Chem Soc,66,87(2001).

**17-**. S. Ikeda, Y. Murakami and K. Akatsua; *Chem. Lett*

; (1981),363.

**18-**M.N.Naber and v.D.Athawaele ,Therochim Acta ..97,85 ,(1989).

**19-** N.A.Forki and s.Derkan,J.OF,Educ.university of salahdin,2,233,(1990).

**20-**S.Palat,theChemistry of HAYDRAZ and Azoxy

Group,JHON wiley and sons,London,new York,part(1) ,(1975).

**21-.** A. M. Ali; *Sci . J . Babylon univ.* , (2004),9(3),841.

**22**-J.Ching-Ilin and J.C. Bailar, J.R.,Inorg chem.Acta ,145,81,(1988).

**23**-C.K. Bhkahk and J.S.Hadi,Research of chemical sciences,(2015),vol.5(1), 64-70.

**24-** M.Kose,G.Ceyhan,M.Tumer,I.Demirtas,I.Gonul and v.Mckee,spectrochimica Acta part A:Molecular and Biomoleculer spectroscopy,(2015),137,477-485.

**25-**M.Raghunath and c.L.Viswanathan,Int J Pharm pharm sci,(2014),vol 6, Issue 5,17-25.

**26-27** كتاب الصناعية العملي للمرحلة الثالثة جامعة القادسية قسم الكيمياء.

**28-**D. Dollimore; *Anal. Chem.* , (1990), 12,17.

**22))**

.

.