

تحضير اصباغ الازو لحلقة ١، ٣، ٤ - ثياديازول - ٥ - ثايول

هند فاضل ثامر * سميرة جمعة خماس ** اميرة حسن *** وسن عبد الرزاق ****

تاريخ قبول النشر ٢٠٠٦/٤/٥

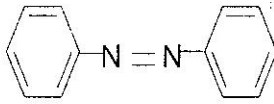
الخلاصة :-

تم تحضير اصباغ ازو جديدة من خلال تفاعل ازدواج ملح الدايازونيوم للمركب ٢-امينو -١، ٣، ٤ - ثياديازول -٥- ثايول مع بعض معوضات الفينول (٢-نترو، ٤-نترو، ٣ هيدروكسي-٢، ٦- ثنائي ميثوكسي) والبيثانفتول . تم تشخيص المركبات المحضرة باستخدام بعض الطرق الطيفية (UV, FTIR) حيث حضرت المركبات التالية :-

- 1) 2-[2-Hydroxy naphthyl -azo] -1, 3,4 thiadiazol- 5-thiol.
- 2) 2-[4'-Hydroxy-3'-nitro phenyl azo]-1,3,4 thiadiazol-5-thiol.
- 3) 2-[2'-Hydroxy-5' nitro phenyl azo]-1, 3,4 thiadiazol-5-thiol.
- 4) 2-[3',5'-Di methoxy-4'-hydroxy phenyl azo]-1, 3,4 thiadiazol-5-thiol.
- 5) [2'-4'- Di hydroxy phenyl azo] -1, 3,4 thiadiazol-5-thiol.

(Homocyclic azo compound).^(٢)

كما في (Azo benzene) .



اما النوع الثاني فهو مركبات الازو غير المتجانسة الحلقة (Heterocyclic azo compounds) حيث تعد هذه المركبات من الكواشف العضوية الحديثة نسبيا حيث تحتل اهمية كبيرة في مجال التحاليل الكيميائية ويعود ذلك نتيجة لاحتوائها على اكثر من مجموعة فعالة واحدة حيث لها القابلية على تكوين معقدات كيلبتية مع الايونات الفلزية المختلفة وتمتاز هذه المركبات بامتصاصها المولارية العالية (٤) كذلك ادخلت كادوية لان صفاتها مثبطة لنمو الجراثيم، وكذلك استخدمت اصباغ الازو في تحضير بوليمرات جديدة عن طريق الازدواج التأكسدي (٥).

الجزء العملي Experimental

١- تحضير ٢-امينو -١، ٣، ٤ - ثياديازول -٥- ثايول (Thiol -٥- Thiadiazole -٤ - ٣ - ١، ٥ - ٢-mino)

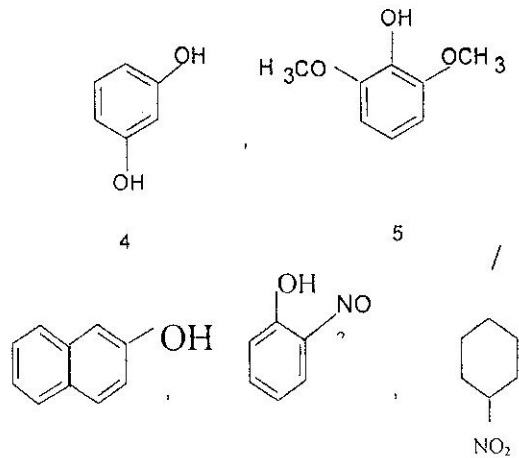
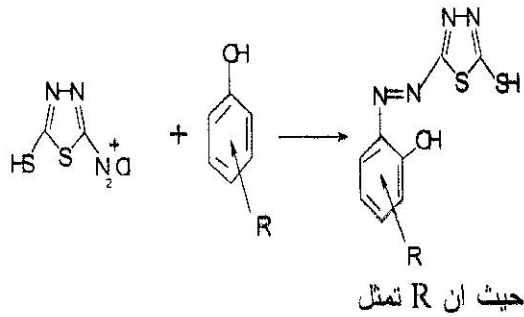
يمزج (0.4 mole) 33gm من الثايوسميكاريزايد مع الايثانول وكاربونات الصوديوم (21g (Q2Mole) وثنائي كبريتيد الكاربون (36.8 gm (0.4 mole) يدفيء مع التحريك في حمام مائي بدرجة (40 C⁰) لمدة

المقدمة

الثياديازول مركب ذو حلقة خماسية اروماتية غيرمتجانسة تحتوي على تركيب يحوي ذرتي نايتروجين وعلى ذرة كبريت وجاء الاهتمام بتحضير هذه المركبات ومشتقاتها لان لها تاثير بايولوجي بسبب حلقة الثياديازول بالاضافة الى وجود مجموعة الثايول^(١).

اما الاصباغ الحاوية على مجموعة الازو (-N=N-) الجسرية فقد اكتسبت هذه الاصباغ استقرارية عالية بسبب وجود الاصرة المزدوجة والتي ادت الى ظهور صيغتي السيز والترانس (٢). ترتبط اصباغ الازو بمجاميع عديدة مختلفة اليفاتية او اروماتية كما يمكن ان تحتوي هذه الاصباغ على مجموعة فعالة حاملة للون (٣) (Chromophoric group) او اكثر وهناك بعض اصباغ الازو تحتوي فضلا عن هذه المجاميع الفعالة على معوضات تعمل على زيادة الشدة اللونية لتلك الكواشف التي تدعى بالمجاميع المطورة للون (Auxochroemic group) مثل (Br-CL-CH₃- SH- NH₂-OH) . والجدير بالذكر ان هذه المجاميع معظمها واهبة للالكترونات وبذلك تعمل على زيادة ذوبان هذه الاصباغ . يمكن تقسيم اصباغ الازو الاروماتية الى قسمين من حيث انواع الحلقات المرتبطة بجهتي مجموعة الازو -N=N- حيث تقسم الى مجموعتين وهي مركبات الازو متجانس الحلقة

*مدرس/ كلية العلوم للبنات- **مدرس مساعد/ كلية العلوم للبنات
مدرس مساعد/ كلية العلوم للبنات- *م . ملاحظ/ كلية العلوم للبنات



حيث حضرت المركبات التالية :-

- 1- 2-[2-Hydroxy naphthyl -azo] -1, 3,4 thiadiazol- 5-thiol.
- 2- 2-[4'-Hydroxy-3'-nitro phenyl azo]-1,3,4 thiadiazol-5-thiol.
- 3- 2-[2'-Hydroxy-5'nitro phenyl azo]-1, 3,4 thiadiazol-5-thiol.
- 4- 2-[3',5'-Di methoxy-4'-hydroxy phenyl azo]-1, 3,4 thiadiazol-5-thiol.
- 5- [2'-4' Di hydroxy phenyl azo] -1, 3,4 thiadiazol-5-thiol.

لقد ثبتت صحة تحضير المركبات اعلاه من خلال درجة الانصهار كما في جدول رقم (١) . وكذلك مطيافية الأشعة تحت الحمراء IR ومطيافية UV كما في جدول رقم (٢) .

اما مطيافية الأشعة تحت الحمراء للمركبات اعلاه فقد اظهرت حزمة امتصاص في المنطقة $(3400-3100)cm^{-1}$ عائدة للمجموعة الفينولية الناتجة من ازدواج ملح الدايازونيوم مع الفينول واختفاء حزمة الامين وظهور حزمة متوسطة الشدة في $(1595-1490)cm^{-1}$ تعزى لتردد مجموعة الازو (-N=N-) وظهرت الاطياف حزمة حادة في $(1260-1100)$ عائدة لتردد مطيافية مجموعة (C- O) الفينولية وظهور حزمة حادة في المنطقة $(1340-1250)cm^{-1}$

ساعة واحدة . يصعد المزيج في حمام مائي لمدة اربع ساعات ثم يبرد الى درجة حرارة الغرفة . ويقطر المزيج تحت ضغط مخلخل ثم يذاب الراسب المتكون بالماء المقطر ثم يضاف حامض HCL المركز قطرة قطرة الى ان يتكون راسب اصفر محضر يرشح الراسب المتكون ثم يغسل بالماء المقطر للتخلص من الحامض الزائد نسبة الناتج ٥٨% ، مذيب التبلور الماء الساخن ودرجة انصهاره -230⁰ (١)

١- تحضير الصبغة

أ. تحضير املاح الدايازونيوم

وزن ٠,٣٥ غم (٠,٠٠٢ مول) من ٢-امينو ١, ٣, ٤ - ثايديازول -٥- ثايول في كاس سعة ١٠٠ مل واضيف اليه ١٠ مل من الماء و ١٠ مل من HCL مع التحريك المستمر والتبريد في حمام ثلجي وزن في كاس اخر ٠,٢ غم (٠,٠٠٢ مول) من نترت الصوديوم NaNO₂ واذيب في ١٠ مل ماء مقطر وبرد المحلول في حمام ثلجي مدة ست دقائق . واضيف بعدها محلول الامين على شكل دفعات مع التحريك المستمر والتبريد بحيث كانت الاضافة ١ مل كل دقيقتين (٦) .

ب. تحضير الصبغة

وزن ٠,٤ غم (٠,٠٠٢ مول) من بيتانافثول β-Napthol في كاس سعة ١٠٠ مل واضيف اليه ٢٢,٥ مل من ١٠% هيدروكسيد الصوديوم NaOH تم تبريد المحلول في حمام ثلجي مهينا لهذا الغرض ثم اضيف ملح الدايازونيوم المحضر سابقا الى المحلول القلوي لبيتانافثول وبشكل دفعات مع التحريك المستمر والتبريد ورشح الراسب المتكون وغسل بالماء عدة مرات ثم اعيدت بلورته في الكحول الايثيلي وكانت النسبة المئوية للمنتوج ٧٥% . اعيدت التجربة السابقة باستخدام فينولات متنوعة مثل ريزورسينول و ٢, ٦ - داي ميثو كسي فينول واورثو نايترو فينول وبارا- نايترو فينول .

النتائج والمناقشة :

تم تحضير اصباغ جديدة من ٢-امينو - ١, ٣, ٤ ثايديازول ذات الصيغة العامة (A) وذلك بتحويل المركب رقم (١) الى ملح الدايازونيوم ومن ثم مفاعلتها مع الفينولات المختلفة .

