ISSN: 1991-8941

تحضير مشتقات 1(6) - احادي استر – D – دلسيتول ودراسة امكانيه استخدامها منظفات أو مستحلبات

نبيل ياسين جمعه
جامعه الانبار – كليه التربيه للعلوم الصرفه

تاريخ الاستلام: 2012/7/1 تاريخ القبول: 2013/4/23

الخلاصة

تضمن البحث تحضير مشتقات أستريه جديده لـ- D- دلسيتول على احدى مجموعتي الهيدروكسيل الطرفية (C1 او C6) بمفاعلة الدلسيتول مع استرات الحوامض الدهنيه النقية (ستيارات المثيل , لورات المثيل , هكسانوات المثيل , بالمتات المثيل) لنحصل على مركبات 1(6) احادي أستر - D - دلسيتول (A-D)على التوالي, ومع الكلسريدات الثلاثيه الخام (زيت الخروع, زيت زهره الشمس , زيت القطن , زيت الزيتون , زيت بذرة الكتان , زيت الذره) لنحصل على مزيج من مركبات الاسترات 1(6) احادي استر - D - دلسيتول (J - E) على التوالي . وقد تم تحضير هذه المركبات بطريقة الاسترة المتبادلة في الوسط القاعدي , تم متابعة سير التفاعلات بتقنية كروموتوكرافيا الطبقه الرقيقه (TLC) وشخصت المركبات المحضره طيفيا" بتقنية (FT – IR) و (1H- NMR) وتحليل عناصرها بتقنيه (C.H.N.S) . كما تضمن البحث دراسة بعض الخواص الفيزيائيه للمركبات الاستريه المحضره مثل قياس الرغوه والشد السطحي لمعرفة أمكانية استخدام هذه المركبات كمنظفات أومستحلبات حيث أظهرت الدراسه امتلاك هذه الاسترات خواص تنظيفيه واستحلابيه جيده .

كلمات مفتاحية : مشتقات 1(6) - احادي استر – D – دلسيتول ،منظفات ، مستحلبات

المقدمة :

يمكن تحضير الاسترات السكرية اما بطريقة استرة الاحماض الكاربوكسيلية ومشتقاتها بتفاعلها مع مجاميع الهيدروكسيل للسكريات او بطريقة الاسترة المتبادلة (Transesterification) من تفاعل السكريات مع الاسترات او الكلسيريدات الثلاثيه (الزيوت) لتعطي استر السكر والكحول ويحصل هذا التفاعل اما باستعمال المحفزات الانزيمية او الكيميائية (في الوسط الحامضي او القاعدي)[1] .ان الاختلاف في فعالية مجاميع الهيدروكسيل السكرية يعزى الى الاختلاف في توزيعها الفراغي مما يسمح الى اجراء تفاعلات انتقائية لها في ظروف تفاعل مسيطر عليها حيث تم دراسة الانتقائية الفراغية بين مجموعتي الهيدروكسيل الاوليتين (1 و 6) في جزيئه الكلوسيتول وذلك عن طريق مفاعلة مجموعتي الهيدروكسيل الاوليتين للكليستول مع هاليدات الحوامض والحصول على مشتقات استرية مختلفه على الموقعين 1 و 6 من خلال استخدام درجات حرارة واطئة في التفاعل مع مكافئ واحد من الكاشف المستخدم[2] . كما امكن اجراء تفاعلات انتقائية بطريقة الاسترة المتبادلة من خلال تحديد كمية الاستر المتفاعل مع السكريات بحيث يكون الناتج استرة احدى مجموعتي الهيدروكسيل الاوليتين فقط [3] .

في عام 2003 تمكن ساكسني وجماعته [4] من تحضير احادي استر – D - كلوسيتول بأستخدام أنزيم اللاييز كمحفز والذي امكن استخدامه كمركب فعال سطحيا". وفي عام 2008 استطاع كسايفويا[5] وجماعته من تحضير استرات دهنية انتقائية على جزيئة الكلوكوز وباستخدام الطريقة الانزيمية . تمكن الفتاحي[6] وجماعته عام 2010 تحضير مشتقات 6,1- ثنائي الاستر -D- كلوسيتول باستخدام الطريقة الكيميائية في الوسط القاعدي واظهرت المركبات المحضرة امتلاكها خواص تنظيفية واستحلابية جيدة . وفي عام 2011 استطاع الهيتي[7] وجماعته من تحضير مشتقات 6,1- ثنائي الاستر -D- مانيتول ، بمفاعله مجموعتي الهيدروكسيل

الأوليتين للمانيتول مع استرات الحوامض الدهنيه والزيوت النباتية الخام وبأستخدام (Na_2CO_3) كمحفز كيميائي وقد اظهرت اغلب المشتقات المحضرة امتلاكها خواص تنظيفية وأستحلابية جيدة ايضا".

وفي هذا البحث تم تحضير مركبات (احادي الاستر للدلسيتول) بطريقة الاسترة المتبادلة وباستخدام الطريقة الكيميائية في الوسط القاعدي . ويفضل الوسط القاعدي كمحفز كيميائي لانها لا تؤدي الى تكوين أي نواتج عرضية غير مرغوب فيها كما يحصل في الوسط الحامضي [8] . وبصوره عامه فان المنظفات من المواد ذات الفعالية السطحية فهي مركبات تقلل الشد السطحي بين سائلين غير ممتزجين عند اذابتها في الماء مثل (الماء والزيت) [9] . كما ان لسلسلة الجزيء الواحد من المركب ذي الفاعلية السطحية نهايتين مختلفتين إحداهما جاذبة للماء وهي النهاية الهيدروفيلية (hydrophilic end) أو التي تتجه نحو الماء خلال عملية التنظيف والمتمثلة بمجاميع الهيدروكسيل الخمسة للدلسيتول والنهاية الثانية نافرة للماء وهي النهاية الهيدروفوبية (hydrophobic end) التي تميل وتنجذب الى دقائق الدهون والأوساخ العالقة بالنسيج أو السطح والمتمثله بسلسله كاربون الحامض الدهني المكون للاستر . لذلك فأن ارتباط الحامض الدهني بمجموعة قطبية لها القابلية على الذوبان في الماء تؤدي الى امتلاك المركب الجديد (ملح الحامض الدهني او استرات الحوامض الدهنية للسكريات) خواص تنظيفية واستحلابية وفعالية سطحية [10]. وتعتبر استرات الحوامض الدهنية السكرية صنف جديد للمركبات الغير ايونية والتي لها القابلية على خفض الشد السطحي للماء[11] . كما اظهرت هذه المركبات تطبيقات مختلفة مثل استخدامها كمنظفات ومستحلبات وفي صناعة مواد التجميل وفي صناعة المواد الصيدلانية [13,12] .

الجزء العملي :

سجلت أطياف الأشعه تحت الحمراء (Infrared (FT-IR spectra بجهاز Alpha Bruker Optics في قسم الكيمياء – كلية التربيه للعلوم الصرفه –جامعه الانبار .كما سجل طيف الرنين النووي المغناطيسي(NMR) 1H في جهاز FT.NMR SHIELD ; MODEL BRUKER , 300 MHz , ULTRA 2003 وباستخدام الـ (D2O) كمذيب في المختبرات المركزية في جامعة آل البيت في المملكة الأردنية الهاشمية . كما أجريت تحاليل العناصر (C.H.N) لبعض النماذج المحضرة بجهاز MODEL elemental analysis EUTO VECTOR EUROA 300 – ITALY 2003 في المختبرات المركزية في جامعة آل البيت في المملكة الأردنية الهاشمية . تمت متابعة سير التفاعلات وسرعة جريان المركبات المحضرة باستخدام كروموتوكرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) وتمت عملية التظهير باستخدام اليود . تم قياس ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة باستخدام اسطوانة مدرجة ومحكمة سعة (50 مل) كما تم قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة باستخدام طريقة الأنبوبة الشعرية و لأربعة تراكيز لكل مركب من المركبات المحضرة .

تحضير1(6) - أحادي استر-D- دلسيتول بطريقة الأسترة المتبادلة بين استرات الحوامض الدهنية النقية والدلسيتول (A , B , C , D) [طريقة عامة (1)][6] :- أذيبت كمية معينة من(الدلسيتول : كاربونات الصوديوم) بنسبة (1 : 2) مول في حجم معين من مذيب N , N - ثنائي مثيل فورماميد (DMF) وأضيفت إليه وبقطرات كمية معينة من أستر الحامض الدهني الأحادي بنسبة (1 : 1) مول (دلسيتول : أستر دهني أحادي) مع التحريك بدرجه حراره الغرفه , ثم سخن المزيج مع التصعيد والتحريك لمده (5) ساعة . بعدها برد المزيج ثم رشح للتخلص من كاربونات الصوديوم . نقل الراشح الى جهاز المبخر الدوار (Rotary evaporator) للتخلص من المذيب والحصول على الناتج , غسل بالكلورفورم ثم بخر وجمع الناتج . والجدول (1) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (A – D) .

تحضير1(6) - احادي استر-D- دلسيتول بطريقة الأسترة المتبادلة بين الكليسيريدات الثلاثية (الزيت الخام) والدلسيتول (E , F , G , H , I , J) [طريقة عامة (2)][6] :-

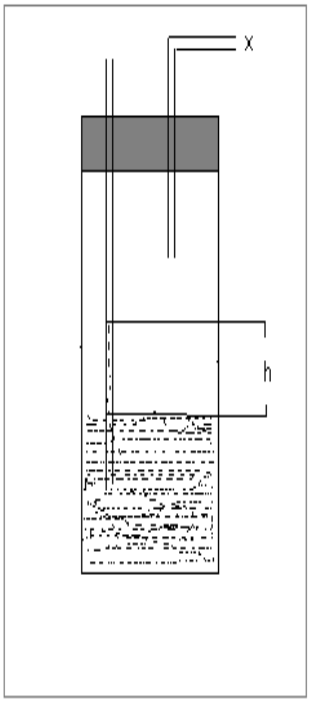
أذيبت كمية معينة من (الدلسيتول : كاربونات الصوديوم) بنسبة (1 : 2) مول في حجم معين من مذيب N,N ثنائي مثيل فورماميد (DMF) وأضيفت إليه وبقطرات كمية معينة من الكلسريد الثلاثي بنسبة (3 : 1) وزن (دلسيتول : كلسريد ثلاثي) مع التحريك بدرجه حراره الغرفه, ثم سخن المزيج مع التصعيد والتحريك لمده (5) ساعة . بعدها برد المزيج ثم رشح للتخلص من كاربونات الصوديوم . نقل الراشح الى جهاز المبخر الدوار (Rotary evaporator) للتخلص من المذيب والحصول على الناتج , غسل بالكلورفورم ثم بخر وجمع الناتج . والجدول (2) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (E – J) .

قياس ارتفاع الرغوة :توضع (0.1) غم من الأستر الأحادي للدلسيتول مع (10) مل ماء في اسطوانة مدرجة ومحكمة سعة (50) مل وبقطر(3-2.5) سم بعدها ترج الاسطوانة بشدة لمدة دقيقة واحدة بعدها تترك لمدة دقيقة واحدة لتستقر الرغوة ثم يقاس ارتفاعها [14] . تم إجراء هذه العملية للأسترات المحضرة باستخدام ماء بدرجة حرارة (50 , 25 م^0) م والجدول (7) يوضح قياس الرغوة للمركبات المحضرة .

قياس الشد السطحي :

تغسل أنبوبة شعرية ثم تجفف تماما وتوضع كمية من السائل (تراكيز المواد المحضرة) المطلوب حساب الشد السطحي له في

إناء زجاجي وترتب معدات التجربة كما في الشكل (2) . تثبت درجة حرارة التجربة عند (25) م ويسلط ضغط هادئ على السائل وذلك بالنفخ في الأنبوبة الثانية وفي النقطة (X) حتى يرتفع السائل داخل الأنبوبة الشعرية الى حد معين ثم يرفع الضغط عن السائل للسماح له بالانخفاض الى مستوى التوازن ويحسب ارتفاع السائل (h) في الأنبوبة الشعرية تعاد هذه العملية (عملية النفخ في الأنبوبة) أربع مرات ثم يؤخذ معدل القراءات للارتفاع (h) والجدول (8) يوضح نتائج قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة .



شكل (2)

يحسب الشد السطحي للسائل من المعادلة التالية [16,15]

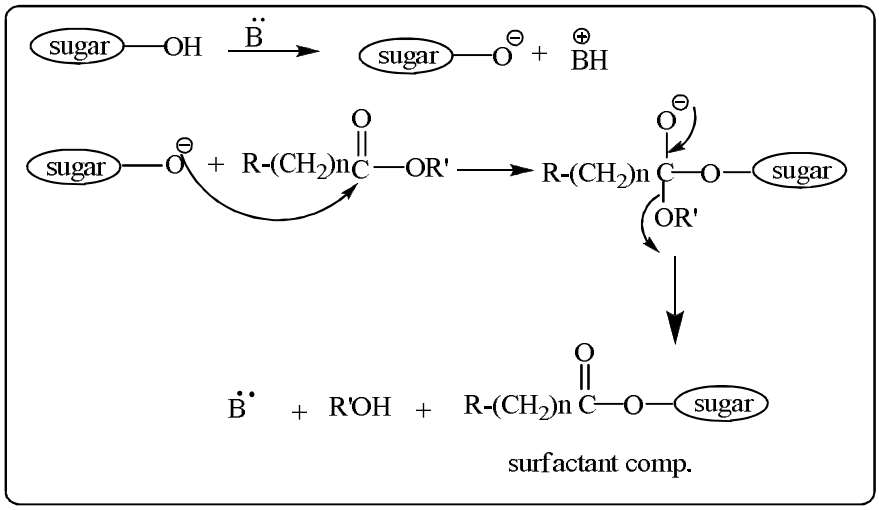
$$\gamma = \frac{g\rho hr}{2\cos\theta}$$

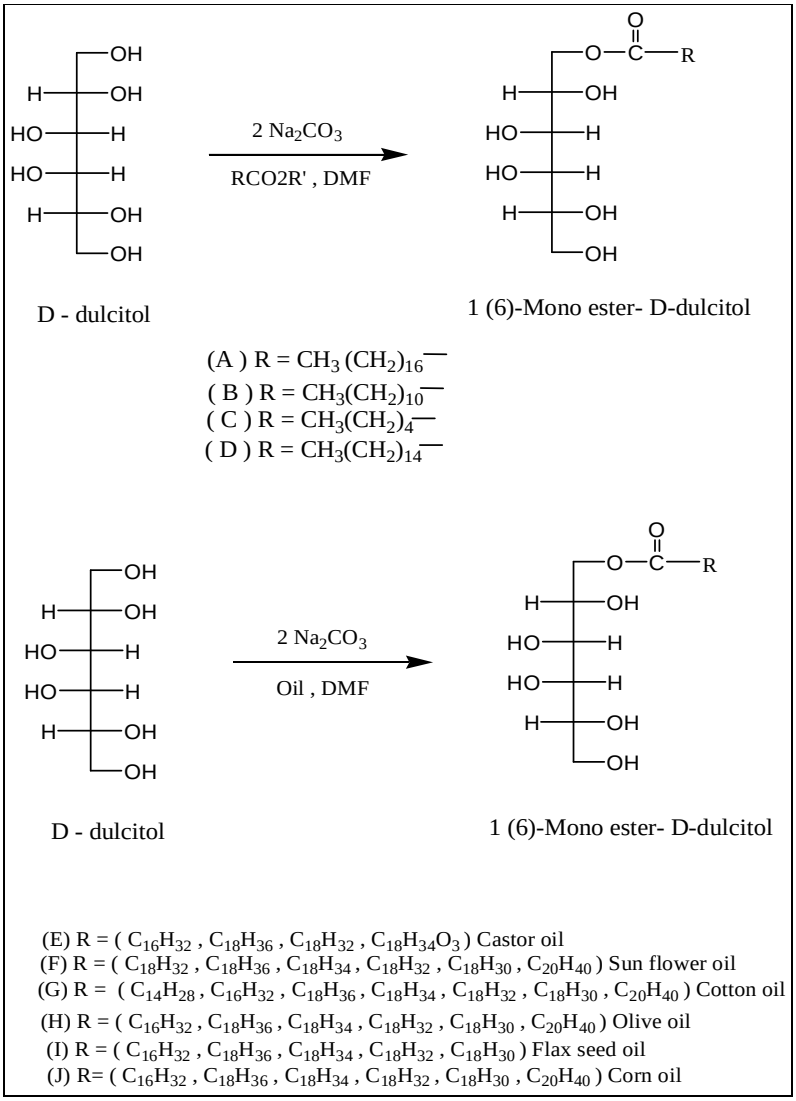
حيث:

γ = الشد السطحي , ρ = كثافة السائل , g = التعجيل الأرضي { $(981)\ cm/s^2$ } , r = نصف قطر الأنبوبة الشعرية , h = ارتفاع السائل في الأنبوبة الشعرية , θ = زاوية ارتفاع السائل في الأنبوبة الشعرية وتساوي صفر لان السائل يبلل الأنبوبة الشعرية و $\cos\theta = 1$

النتائج والمناقشة

تسبب المنظفات التقليدية تلوث بيئي وذلك لعدم قدرة البكتريا على تحليل هذه المنظفات الى موادها الاولية بسبب تركيبها الكيميائي . لذلك بدأ التوجه الى انتاج مواد فعاله سطحيا" اساسها جزيئات كاربوهيدراتية لها القابليه على التحلل البايلوجي بفعل البكتريا الى حوامض دهنيه وسكر كحولي اضافة لقدرتها على تقليل الشد السطحي للماء وبالتالي تكون بدائل للمنظفات التقليديه مثل كلايكوسيدات الالكيل واميدات الحوامض الدهنيه مع السكريات[17] . وفي هذا البحث تم تحضير مركبات احادية الاستر على أحد الموقعين (C_1 او C_6) الطرفية للدلسيتول من تفاعل الدلسيتول مع استرات الحوامض الدهنية النقية طويلة السلسلة (ستيارات المثيل , لورات المثيل , هكسانوات المثيل , بالمتات المثيل) لنحصل على مركبات احادية الاستر للدلسيتول (A - D) على التوالي , ومن تفاعل الدلسيتول مع الكلسيريدات الثلاثية (الزيت الخام) (زيت الخروع, زيت زهره الشمس , زيت القطن , زيت الزيتون , زيت بذرة الكتان , زيت الذره) لنحصل على مزيج من مركبات احادية الاستر للدلسيتول (E - J) على التوالي , لقد تمت الاسترة بكلا الطريقتين بشكل انتقائي على احدى مجموعتي الهيدروكسيل الاوليتين C_1 او C_6 لجزيئة السكر الكحولي الاحادي الدلسيتول باستخدام طريقة الاسترة المتبادلة في الوسط القاعدي (Na_2CO_3), وفي حالة الاسترة المتبادلة باستخدام الكلسيريدات الثلاثية (الزيت) فانه يتم تفاعل ثلاث جزيئات من السكر مع جزيئة واحدة من الزيت الحاوي على ثلاث جزيئات استرية مرتبطة بالكسيرول لنحصل على مزيج متنوع من مركبات احادية الاستر للدلسيتول وحسب مكونات ذلك الزيت والمخطط التالي يوضح المشتقات المحضره وميكانيكية الاسترة المتبادلة :-


sugar—OH
B
sugar—O⊖ + ⊕BH
sugar—O⊖ + R-(CH2)n C—OR'
R-(CH2)n C—O—sugar
OR'
B + R'OH + R-(CH2)n C—O—sugar
surfactant comp.


2 Na2CO3
RCO2R' , DMF
D - dulcitol
1 (6)-Mono ester- D-dulcitol
(A) R = CH3 (CH2)16—
(B) R = CH3(CH2)10—
(C) R = CH3(CH2)4—
(D) R = CH3(CH2)14—
2 Na2CO3
Oil , DMF
D - dulcitol
1 (6)-Mono ester- D-dulcitol
(E) R = (C16H32 , C18H36 , C18H32 , C18H34O3) Castor oil
(F) R = (C18H32 , C18H36 , C18H34 , C18H32 , C18H30 , C20H40) Sun flower oil
(G) R = (C14H28 , C16H32 , C18H36 , C18H34 , C18H32 , C18H30 , C20H40) Cotton oil
(H) R = (C16H32 , C18H36 , C18H34 , C18H32 , C18H30 , C20H40) Olive oil
(I) R = (C16H32 , C18H36 , C18H34 , C18H32 , C18H30) Flax seed oil
(J) R= (C16H32 , C18H36 , C18H34 , C18H32 , C18H30 , C20H40) Corn oil

تم متابعة سير التفاعلات للمركبات المحضره بتقنية كروموتوكرافيا الطبقه الرقيقه حيث أظهرت اختفاء المواد المتفاعله وتكوين نواتج جديده والجدول (3) يوضح معدل سرع الجريان للمركبات المحضرة . وشخصت المركبات المحضرة طيفيا" حيث أظهرت اطياف الأشعه تحت الحمراء (IR) لجميع المركبات المحضره حزمة امتصاص عريضه عند المدى (Cm^{-1} 3378 - 3402) تعود الى امتصاص مط مجاميع الهيدروكسيل الخمسة للدلسيتول , كما اظهر حزمة امتصاص مط مجموعة المثيل للسلسلة الهيدروكاربونية الاسترية عند المدى (Cm^{-1} 2920–2934) ومجموعة المثيلين عند المدى (Cm^{-1} 2851 – 2872) مع ظهور حزمة امتصاص مجموعة كاربونيل الاستر عند المدى (Cm^{-1} 1745 – 1748) مع حزمتين مهمتين في تشخيص الاسترات الاولى عند (Cm^{-1} 1247 – 1294) والثانيه عند المدى (Cm^{-1} 1078- 1099) والتي تعود الى مجموعة (C-O-C) الاستريه والجدول (4) يوضح ذلك .

كما تم التأكد من الصيغ التركيبيه لمشتقات الدلسيتول الاستريه المحضره بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H – NMR) حيث أظهر اشاره ثلاثيه عند [δ = 0.8 (3H)t] والتي تعود الى مجموعة المثيل الطرفية للسلسلة الهيدروكاربونية الاسترية كما اظهر اشارة متعددة عند المدى [δ = 1.2 - 1.6 (2H)m] والتي تعود الى $(CH_2)_n$ واظهر الطيف إشارة ثلاثية عند المدى [δ = 1.8 - 2) t (2H] تعود الى مجموعة ($O-\overset{O}{\overset{\|}{C}}-CH_2$) واظهر الطيف إشارة عند المدى [δ = 2.2 - 2.5 (2H)] d تعود الى مجموعتي المثيلين (CH_2) مع اشارة ثلاثية عند [δ = 2.7 (4H)t] تعود الى بروتونات(CH) للدلسيتول , أما إشارة بروتونات مجاميع الهيدروكسيل الخمسة فاظهرت اشارة احادية تراوحت بين [δ= 3.4 - 4 (5H) s] والجدول (5) يوضح قيم الإزاحة الكيميائية ^{1}H-NMR لبعض المركبات المحضرة .

تم اثبات الصيغ الجزيئية للمركبات المحضرة (A , B ,C , D) من خلال تحليل عناصرها (C.H.N.) والتي اظهرت تقارب النسب المحسوبة نظريا مع نتائج التحليل للعناصر عمليا" الجدول (6) .

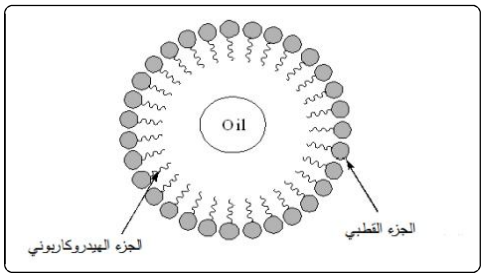
دراسة خاصية ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة :

تم قياس ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة في هذا البحث حسب الطريقة الموضحة في الجزء العملي وبدرجة حرارة (25م^0 , 50 م^0) حيث أظهرت القياسات نتائج متفاوتة في ارتفاع الرغوة تراوحت بين(6.0 Cm - 0.3) أما المركب C فلم يظهر أي رغوة وذلك لان المركب كان قليل الذوبان جدا" في الماء . ان نتائج قياسات أرتفاع الرغوه التي تم الحصول عليها من المركبات المحضره في هذا البحث كانت مقاربة الى نتائج المركبات الاستريه السكريه المحضره في هذا المجال [6,7] .

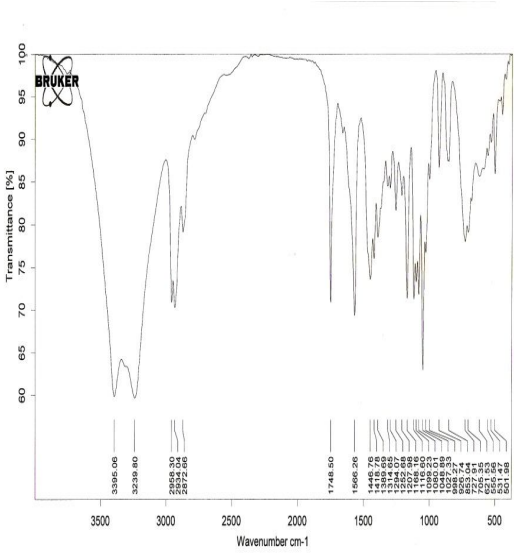
والجدول (7) يوضح قياسات الرغوة للمركبات المحضرة

دراسة خاصية الشد السطحي للمركبات المحضرة :تم قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة في هذا البحث حسب الطريقة الموضحة في الجزء العملي الشكل (2) حيث تعتبر طريقة ارتفاع السائل في الانابيب الشعريه من افضل الطرق لقياس الشد السطحي وأظهرت جميع المركبات قابليتها على خفض الشد السطحي للماء وقد تم استخدام الماء كمرجع للقياس حيث كانت قيمة الشد السطحي للماء dyn /cm (62.8) وكانت جميع قياسات الشد السطحي للمركبات المحضرة أقل من قيمة الشد السطحي للماء . ان نتائج قياسات الشد السطحي التي تم الحصول عليها من المركبات المحضره في هذا البحث كانت مقاربة من نتائج المركبات الاستريه السكريه المحضره في هذا المجال [6, 7] . والجدول (8) يوضح نتائج قياسات الشد السطحي لاربعة تراكيز لكل مركب .

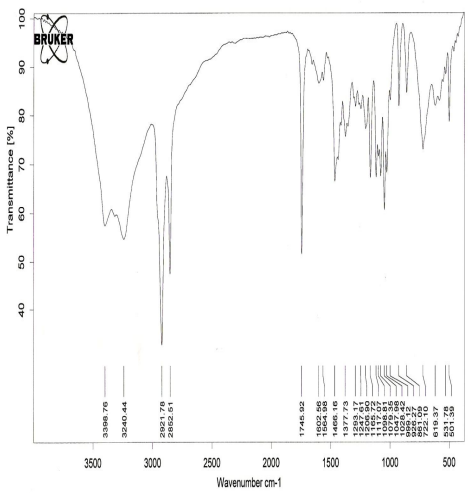
ميكانيكية الفعالية التنظيفية للمركبات المحضرة :بالاعتماد على قياسات الشد السطحي و الرغوة و من خلال مقارنة النتائج مع بحوث سابقة في هذا المجال و التي تمتلك فعالية تنظيفية أثبتت مركبات استرات الدلسيتول المحضرة قدرتها على التنظيف وهذا يعزى إلى تركيبها الكيميائي الذي يساعد في تكوين مستحلبات مع الزيوت أو الشحوم حيث تكون جزيئة الأستر المحضر ذات جزئين أحدهما مستقطب قابل للذوبان في الماء (hydrophilic) والمتمثل بمجاميع الهيدروكسيل الخمسه لجزيئة الدلسيتول غير المتفاعلة والآخر هيدروكاربوني طويل السلسلة غير قابل للذوبان في الماء (والمتمثل بسلسلة كاربون الحامض الدهني المكون للأستر) والذي له القدرة على الامتزاج مع الاوساخ المتمثلة بالدهون وبقية المركبات العضوية الأخرى لذلك فأن ميكانيكية عمل استر الدلسيتول المحضر كمنظف يتم من خلال التبليل الكامل للأوساخ عن طريق أستر الدلسيتول ثم تطويق الأوساخ أو أساسها ألدهني وسحبها إلى الوسط المائي ويتم ذلك من قبل النهاية غير المستقطبة الكارهة للماء والمتمثلة بالسلسلة الهيدروكاربونية المكونة للأستر والمعوضة على احدى مجموعتي الهيدروكسيل (1 أو 6) لجزيئة الأستر المحضر 1(6) احادي أستر - **D** - دلسيتول بعد عملية التبليل وتطويق الأوساخ والدهون من قبل الجزء الكاره للماء يتم سحب جزيئة الأستر إلى الوسط المائي من خلال التآصر الهيدروجيني بين جزيئات الماء ومجاميع الهيدروكسيل الخمسه للدلسيتول وبهذه الطريقة يتم إبقاء الأوساخ في الوسط المائي ومنع عودتها إلى السطح المتسخ والمخطط التالي يوضح ذلك [6 , 7] .



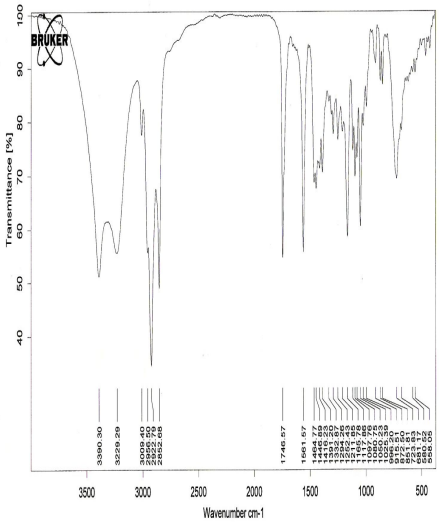
أشكال طيف الأشعة تحت الحمراء (FT-IR) لبعض المركبات المحضرة



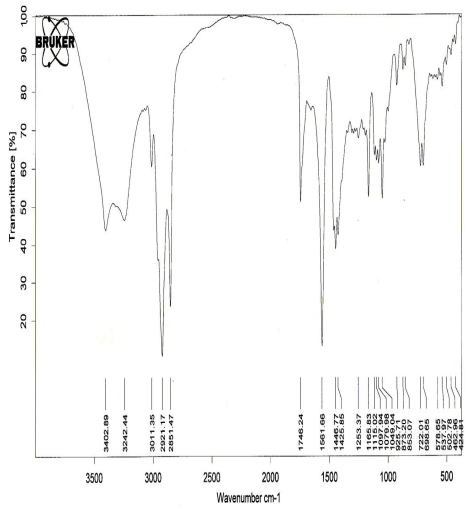
المركب (C)



المركب (D)

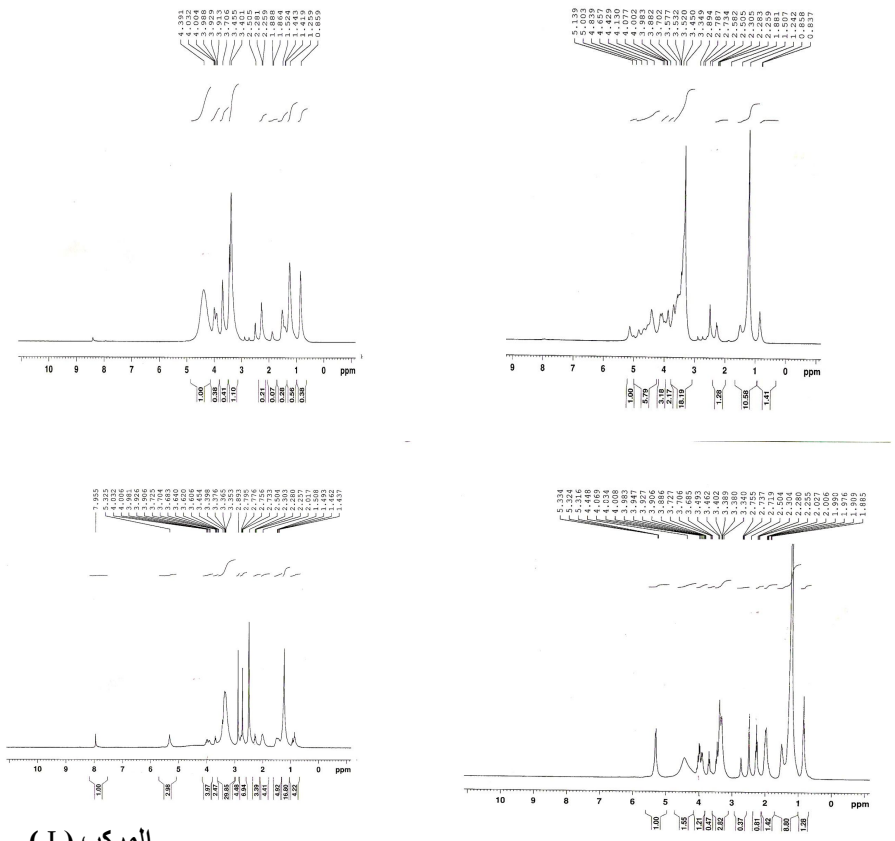


المركب (G)



المركب (I)

أشكال طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) لبعض المركبات المحضرة



المركب (I)

جدول (1) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (A – D) .

رمز المركب	D – دلسيتول		كاربونات الصوديوم		استر الحامض الدهني			حجم المذيب (DMF)	ناتج المركبات المحضرة	
	الوزن/ غم	عدد المولات	الوزن/ غم	عدد المولات	الأستر المستخدم	وزن(g)	عدد المولات		وزن (g)	%
A	1.00	0.005	1.166	0.010	Methyl stearate	1.642	0.005	30	1.177	48.61
B	1.00	0.005	1.166	0.010	Methyl laurate	0.084	0.008	30	1.022	56.10
C	1.00	0.005	1.166	0.010	Methyl Hexanoate	2.947	0.010	30	1.002	71.49
D	1.00	0.005	1.166	0.010	Methyl palmitate	2.336	0.010	30	1.145	54.45

جدول (2) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (E – J)

رمز المركب	D– دلسيتول		كاربونات الصوديوم		اسم الكليسيرد الثلاثي	وزن الكليسيرد الثلاثي	حجم المذيب (DMF)	ناتج المركبات المحضرة	
	الوزن / غم	عدد المولات	الوزن / غم	عدد المولات				الوزن	%
E	3.00	0.016	3.476	0.032	Castor Oil	1.00	30	3.295	50.64
F	3.00	0.016	3.476	0.032	Sun Flower Oil	1.00	30	4.233	58.05
G	3.00	0.016	3.476	0.032	Cotton Oil	1.00	30	4.813	66.01
H	3.00	0.016	3.476	0.032	Olive Oil	1.00	30	5.155	70.38
I	3.00	0.016	3.476	0.032	Flax Seed Oil	1.00	30	4.922	67.81
J	3.00	0.016	3.476	0.032	Corn Oil	1.00	30	3.764	51.62

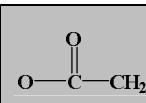
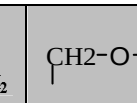
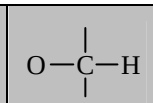
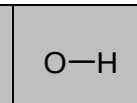
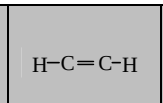
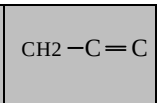
جدول (3) يوضح سرع الجريان (Rf) للمركبات (A – J) في (TLC) باستخدام مذيب (بنزين: ميثانول) بنسبة (1:9) وتم تظهيرها باليود

Comp.	R_f
A	0.18
B	0.14
C	0.17
D	0.18
E	0.10
F	0.10
G	0.11
H	0.13
I	0.13
J	0.11

جدول (4) يوضح حزم امتصاص الأشعه تحت الحمراء (IR) للمركبات المحضرة (A – J)

Com.	υ O-H cm^{-1}	υ CH3 cm^{-1}	υ CH_2 cm^{-1}	υ =CH cm^{-1}	υ C=O cm^{-1} ester	υ C=C cm^{-1}	υ O-C-O cm^{-1} الاسترية		$(CH_2)_4$ Rock cm^{-1}	$(CH_2)_4$ Seci cm^{-1}
A	3398	2920	2852	-	1745	-	1248	1098	722	1466
B	3386	2923	2851	-	1748	-	1271	1078	723	1466
C	3395	2934	2872	-	1748	-	1252	1099	727	1446
D	3398	2921	2852	-	1745	-	1247	1098	722	1466
E	3378	2932	2852	3010	1747	1656	1294	1078	705	1450
F	3393	2922	2851	-	1746	-	1166	1098	722	1446
G	3390	2922	2852	3009	1746	1656	1252	1097	723	1446
H	3395	2921	2851	3008	1746	1656	1278	1097	722	1446
I	3402	2921	2851	3011	1746	1656	1253	1097	722	1446
J	3393	2922	2852	3009	1746	1658	1254	1098	722	1446

جدول (5) يوضح قيم الإزاحة الكيميائية (1H – NMR) لبعض المركبات المحضرة

Comp.	$-CH_3$	$-(CH_2)_n$						
B	0.8 t	1.2 – 1.5 m	1.8 t	2.2 - 2.5 d	2.7 t	3.4 s	X	X
C	0.8 t	1.2 – 1.5 m	1.8 t	2.2 - 2.5 d	2.7 t	3.4 s	X	X
G	0.8 t	1.2 – 1.6 m	1.9 t	2.2 - 2.5 d	2.7 t	3.4 s	5.3 m	4.0 m
I	0.8 t	1.2 – 1.5 m	2.0 t	2.2 - 2.5 d	2.7 t	3.4 s	5.3 m	4.0 m

جدول (6) يوضح نتائج التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) لبعض المركبات المحضرة

Comp.	*Formula*	C.H.N Calculated		C.H.N Found	
		C%	H%	C%	H%
A	$C_{24}H_{44}O_7$	64.24	10.78	65.02	10.92
B	$C_{18}H_{36}O_7$	59.31	9.95	59.95	10.19
C	$C_{12}H_{24}O_7$	51.41	8.63	51.61	8.91
D	$C_{22}H_{44}O_7$	62.82	10.54	63.60	10.62

جدول (7) يوضح قياسات الرغوة للمركبات المحضرة (A – J)

Comp.	ارتفاع الرغوة بـ cm بدرجة حرارة 25 c	ارتفاع الرغوة بـ cm بدرجة حرارة 50 c
A	1.0	1.3
B	1.5	2.0
C	No foam	No foam
D	0.3	0.5
E	1.2	1.5
F	4.0	6.0
G	1.5	2.0
H	1.5	2.0
I	0.6	1.0
J	1.0	1.5

جدول (8) يوضح قياسات الشد السطحي للمركبات المحضرة (A – J)

رقم المركب	التركيزالاول			التركيز الثاني			التركيز الثالث			التركيز الرابع		
	التركيز %	كثافه المحلول غم/سم	الشد السطحي dyn/cm	التركيز %	كثافه المحلول غم/سم	الشد السطحي dyn/cm	التركيز %	كثافه المحلول غم/سم	الشد السطحي dyn/cm	التركيز %	كثافه المحلول غم/سم	الشد السطحي dyn/cm
A	2	1.13	41.75	1	1.03	50.521	0.75	1.03	50.521	0.5	1.03	50.521
B	2	1.06	15.59	1	1.08	26.487	0.75	1.04	33.157	0.5	1.03	36.260
C	2	1.08	34.433	1	1.05	38.626	0.75	1.02	42.152	0.5	1.00	49.260
D	2	1.12	31.882	1	1.11	42.379	0.75	1.09	40.098	0.5	1.03	63.151
E	2	1.15	39.485	1	1.09	39.485	0.75	1.08	40.592	0.5	1.09	45.027
F	2	1.02	17.510	1	1.01	24.770	0.75	1.00	25.525	0.5	1.00	25.524
G	2	1.01	15.488	1	1.05	20.601	0.75	1.03	27.786	0.5	1.02	27.470
H	2	1.11	21.778	1	1.00	24.525	0.75	1.00	29.201	0.5	0.99	31.244
I	2	1.02	24.770	1	1.01	31.882	0.75	1.00	32.721	0.5	1.00	32.721
J	2	1.15	28.203	1	1.11	32.667	0.75	1.05	40.212	0.5	1.03	43.310

جدول (9) يوضح النسب المئوية للحوامض الدهنية المكونة للكلسريدات الثلاثية (الزيوت الخام) المستخدمة

الزيت الخام	Caprylic acid% $C_8H_{16}O_2$	Capric acid% $C_{10}H_{20}O_2$	Lauric acid % $C_{12}H_{24}O$	Myristic acid % $C_{14}H_{28}O_2$	palmitic acid % $C_{16}H_{32}O_2$	Stearic acid % $C_{18}H_{36}O_2$	Oleic acid % $C_{18}H_{34}O_2$	Linolic acid % $C_{18}H_{32}O_2$	Linolenic acid % $C_{18}H_{30}O_2$	Arachidic acid % $C_{20}H_{40}O_2$	Ricinolic acid % $C_{18}H_{34}O_3$
Olive oil	0.0	0.0	0.0	0.0	13	2.5	71	11	0.5	0.4	0.0
Flax seed	0.0	0.0	0.0	0.0	5.5	3.5	17	15	60	0.0	0.0
Sun flower oil	0.0	0.0	0.0	0.0	5.5	4	25	64	0.3	0.3	0.0
Corn oil	0.0	0.0	0.0	0.0	11	2	29	56	1	0.4	0.0
Cotton oil	0.0	0.0	0.0	0.7	22	3	17	55	0.3	0.3	0.0
Castor oil	0.0	0.0	0.0	0.0	1	3	0.0	4.2	0.0	0.0	89

اسماء المركبات المحضرة

الرمز	اسم المركب	
A	1(6)-mono -O-stearoyl-D- dulcitol	(6)1 احادي – O – ستيارويل – D – دلسيتول
B	1(6) –mono-O-lauroyl-D- dulcitol	(6)1 احادي – O – لورويل – D – دلسيتول
C	1(6) –mono-O-hexanoyl-D- dulcitol	(6)1 احادي – O – هكساتويل – D – دلسيتول
D	1(6) -mono-O-palmitoyl-D- dulcitol	(6)1 احادي – O – بالميتويل – D – دلسيتول
E	1(6)- mono ester-D- dulcitol from castor oil	(6)1 احادي أستر – D – دلسيتول من زيت الخروع
F	1(6)-mono ester-D- dulcitol from sun flower oil	(6)1 احادي أستر – D – دلسيتول من زيت زهرة الشمس
G	1(6)- mono ester-D- dulcitol from cotton oil	(6)1 احادي أستر – D – دلسيتول من زيت القطن
H	1(6)-mono ester-D- dulcitol from olive oil	(6)1 احادي أستر – D – دلسيتول من زيت الزيتون
I	1(6)-mono ester-D- dulcitol from flax seed oil	(6)1 احادي أستر – D – دلسيتول من زيت بذرة الكتان
J	1(6)-mono ester-D- dulcitol from corn oil	(6)1 احادي أستر – D – دلسيتول من زيت الذره

المصادر

1 - M. H. Al-Kanbar Msc. Thesis university of Baghdad (1976).

2 - Y. Ali , J. Kader , N.Y. Al–hiti ., Ibn–Haitham Pure and App. Sci., Vol. 8(1) 96–108 (1997).

3 - K . C. Blieszner , D. Horton , R. A. Markovs ., Carbhydrate Res., 80 (2) 62-85 (1980) .

4 - Rajendra K. Saxena , Novel Bio Catalytic , Newdelhi , 159 – 170 , (2003) .

5 - M. Xiaofei , A. Zhao , J. Zhang , Y. Jiugao ., J. Yuetal , catalysis communications , 9 , 1369 –1374 (2008).

6 - Y. A. Al-Fatahi , N. Y. Al-hiti , A. H. AL-Janabi ., Journal of AL-Anbar universit for pure sciences ., 4 (1) 108-115 (2010).

7 – N. Y. Al-Hetee , M. A. Al-Jumaily ., Journal of AL-Anbar for veterinary sciences ., 4 (2) 201 - 212 (2011).

8 - K . Saxena , Novel Biocatalytic , New delhi , (2000).

9-M. Rosen , Surfactan and Interfacial Phenomena, Hoboken, John Wily Et Sons . 3rd ed . 2004.

10 - Shuichi Matsumura , J . Am .oil chem. Soc . vol 67, No. 12 , December (1990) .

11 – M. J. Schick , Nonioic Surfactant Physical Chemistry ., Dekker , Newyork (1987).

12 – J. H. Lee , J. Kopecek , J. D. Ardrade ., J. Biomed. Mater. Res., 23 , 351 , (1989) .

13 – H. Hedman , M. Luck , T. Blunk , S. Frokjaer , R. Hzmulter ., Clinical Nutriyion , 15 , 175 – 178 (1996).

14 - A . Hughes , Baak W. Lew ., J. Am. oil chem. Soc., vol. 47 , 162 – 168 , (1970) .

15 - Robert M.Silverstein , Spectrometric identification of organic compound , pp , 106 .Canada . 4th Ed .john wiley & Sons , Inc (1981) .

16 - H. waldhoff , R. Spilker , Handbook of Detergents , New York , 25 – 28 , (2005).

17 - Karlheinz Hill , Carbohydrate in Europe , vol . 18 , 20 , October (1997)

SYNTHESIS DERIVATIVES 1(6)-MONO ESTER -D- DULCITOL AND STUDY THEIR USED CAPABILITY AS DETERGENTS AND EMULSIONS

NABEEL Y. JUMAA

E.mail: dean_coll.science@uoanbar.edu.iq

ABSTRACT :

This work includes synthesis of new ester compounds for D – dulcitol on the primary hydroxyl group (C1 or C6) in the dulcitol molecule by the reaction of dulcitol with pure fatty acid esters as (Methyl stearate , Methyl laurate , Methyl hexanoate , Methyl palmitate) to obtain 1 (6) – Mono ester -D- dulcitol (A – D) respectively, and with crude oil (tri glyceride) as (Castor oil , Sun flower oil , Cotton oil , Olive oil , Flax seed oil , Corn oil) to obtain mixture ester compounds 1 (6) –Mono ester –D- dulcitol (E – J) respectively. These compounds prepared by transesterification method in basic medium also detected the reaction flow of or by (TLC) technique and these compounds were characterized by (FT – IR) , (1H-NMR) and elemental analysis (C.H.N.S) . Also this work includes studying some physical properties of the prepard ester compounds like foam test , surface tension to know their used capability as Detergents and emulsions. This study shows that the prepared compounds having good detergent and emulsion properties