

## تحضير مشتقات 1(6) احادي - O - اسيل - D - كلوسيتول وإمكانية استخدامها كمنظفات أو مستحلبات

نبيل ياسين جمعه الهيتي ، محمود حميد محمود الجميلي

قسم الكيمياء ، كلية التربية للعلوم الصرفة ، جامعة الانبار ، الرمادي ، العراق

( تاريخ الاستلام: 27 / 5 / 2012 ---- تاريخ القبول: 16 / 9 / 2012 )

### الملخص

يضمن البحث تحضير مشتقات أسترية جديدة لـ D- كلوسيتول على احد الموقعين (C<sub>1</sub> او C<sub>6</sub>) بمفاعلة الكلوسيتول مع استرات الحوامض الدهنية النقية (ستيارات المثل، بيوتارات المثل، بالمئات المثل، لورات المثل، هكسانوات المثل، اوكتانوات المثل) للحصول على مركبات 1(6) احادي - O - اسيل - D - كلوسيتول (A-F) وكذلك مع الكليسيريدات الثلاثية الخام (زيت الزيتون، زيت بذور الكتان، زيت زهرة الشمس، زيت جوز الهند، زيت الذرة، زيت بذور القطن، زيت الخروع) للحصول على مزيج من مركبات الاسترات 1(6) احادي - O - اسيل - D - كلوسيتول (G - M). تم تحضير هذه المركبات بطريقة الاسترة المتبادلة، ونمت متابعة سير التفاعلات بتقنية كروموتوكرافيا الطبقة الرقيقة (T. L. C). شخصت المركبات المحضرة طيفياً بتقنية (FT - IR) ، (H-NMR<sup>1</sup>)، وتحليل عناصرها بتقنية (C.H.N.S). كما تضمن البحث دراسة بعض الخواص الفيزيائية للمركبات الاسترية المحضرة مثل قياس الرغوة والشد السطحي لمعرفة إمكانية استخدام هذه المركبات كمنظفات أو عوامل استحلاب حيث أظهرت هذه الدراسة امتلاك هذه الاسترات خواص تنظيفية واستحلابية جيدة.

### المقدمة:

والزيت)<sup>(6)</sup>، فلسلسلة الجزئي 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 للكلوسيتول والنهائية الثانية نافرة من الماء وهي النهاية الهيدروفوبية (hydrophobic end) التي تميل وتتجذب نحو دقائق الدهون والأوساخ العالقة بالنسيج أو السطح والمتمثلة بالسلسلة الكاربونية للحامض الدهني المكون للأستر. وعليه فإن ارتباط الحامض الدهني بمجموعة قطبية لها القابلية على الذوبان في الماء تؤدي إلى امتلاك المركب (ملح الحامض الدهني أو استرات الحوامض الدهنية للسكريات) خواص تنظيفية واستحلابية وفعالية سطحية.<sup>(7)</sup>

في هذا البحث تم تحضير استرات احادية الاستر لـ D - كلوسيتول بطريقة الاسترة المتبادلة في الوسط القاعدي. ويفضل الوسط القاعدي محفزاً كيميائياً لأن الاستر في الوسط الحامضي تكون بطيئة وتحتاج إلى طاقة عالية ونسبة الناتج تكون قليلة مقارنة مع الاستر في الوسط القاعدي التي تكون اسرع ونسبة الناتج تكون كبيره.<sup>(8)</sup> هذا بالإضافة إلى ان استخدام المحفزات الحامضية يؤدي إلى تحلل السكريات الأحادية (الخماسية او السداسية) أي فقدان جزيئات الماء عند تسخينها مع الحوامض المعدنية المركزة مثل (HCl , H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) لتسلك تفاعلات جانبية غير مرغوب فيها لتنتج الفيوران وهيدروكسي مثيل فيوران.<sup>(9,10)</sup>

### الجزء العملي:

سجلت أطيايف الأشعة تحت الحمراء (FT-IR) Infrared spectra بجهاز Alpha Bruker Optics في قسم الكيمياء- كلية التربية للعلوم الصرفة - جامعه الانبار. كما سجل طيف الرنين النووي المغناطيسي (N.M.R) <sup>1</sup>H في جهاز FT- NMR - BRUKER,

يمكن تحضير الاسترات السكرية بطريقة الاسترة المتبادلة (Transesterification) من تفاعل السكريات الأحادية مع الاسترات او الكليسيريدات الثلاثية لتعطي استر السكر والكحول ويحصل هذا التفاعل اما باستعمال المحفزات الانزيمية او الكيميائية (في الوسط الحامضي او القاعدي) ان الاختلاف في فعالية السكريات الأحادية يعزى إلى الاختلاف في توزيعها الفراغي مما يسمح بإجراء تفاعلات انتقائية لها في ظروف تفاعل مسيطر عليها، حيث تمت دراسة الانتقائية الفراغية لمجموعي الهيدروكسيل الأوليين 1 او 6 في جزيئة الكلوسيتول والحصول على مشتقات استر مختلفة.<sup>(1)</sup> وبتحديد كمية القاعدة المراد استعمالها وتحديد كمية الاستر المتفاعل يمكن السيطرة على تفاعل الاسترة المتبادلة بحيث يكون الناتج استر احدي مجموعتي الهيدروكسيل الأولية فقط.<sup>(2)</sup>

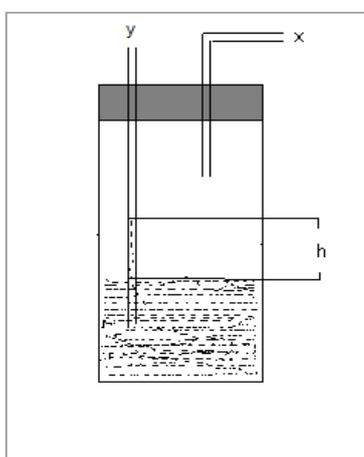
في عام 1991 تمكن خالد<sup>(3)</sup> من تحضير استر احادي لحامض دهني غير مشبع من تفاعل D - فركتوز مع حامض الاوليك بوجود انزيم اللابيز للحصول على 1(6) - احادي - O - اوليول - D - فركتوز. وفي عام 2003 تمكن ساكسني وجماعته<sup>(4)</sup> من تحضير استر احادي للكلوسيتول باستخدام أنزيم اللابيز محفزاً حيث تمكن من الحصول على 1(6) ستيارويل - D - كلوسيتول والذي امكن استخدامه بصفدة مركب فعال سطحياً. اما في عام 2010 فقد استطاع الجنابي<sup>(5)</sup> من تحضير 1(6) احادي - O - استر - D - مانيتول، بمفاعلة احدي مجموعتي الهيدروكسيل الأولية للمانيتول مع استرات الحوامض الدهنية والزيت النباتية الخام باستخدام كاربونات الصوديوم (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) محفزاً كيميائياً. وقد اظهرت اغلب المشتقات المحضرة امتلاكها خواصاً تنظيفية واستحلابية جيدة .

تعد المنظفات مواداً ذات فعالية سطحية فهي مركبات تقلل الشد السطحي بين سائلين غير ممتزجين عند اذابتها في الماء مثل (الماء

لتنسفر الرغوة ثم يقاس ارتفاعها.<sup>(11)</sup> تم إجراء هذه العملية للأسترات المحضرة باستخدام ماء عند درجة حرارة (50- 25م) والجدول (7) يوضح نتائج قياس الرغوة للمركبات المحضرة .

قياس الشد السطحي:

تغسل أنبوية شعرية ثم تجفف تماما. يوضع كمية من المحلول المطلوب حساب الشد السطحي له في إناء زجاجي محكم السد وترتب معدات التجربة كما في الشكل (2). تثبت درجة حرارة التجربة عند (25م) ويسلط ضغط هادئ على السائل وذلك بالنفخ في الأنبوية الثانية عند النقطة (x) حتى يرتفع السائل داخل الأنبوية الشعرية (y) الى حد معين ثم يرفع الضغط عن السائل للسماح له بالانخفاض الى مستوى التوازن، يحسب ارتفاع السائل (h) في الأنبوية الشعرية تعاد هذه العملية (عملية النفخ في الأنبوية) أربع مرات ثم يؤخذ معدل القراءات لارتفاع (h) والجدول (8) يوضح نتائج قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة.



شكل ( 2 )

يتم حساب الشد السطحي للسائل من المعادلة التالية<sup>(13,12)</sup>

$$\gamma = \frac{gphr}{2\cos\theta}$$

حيث:

$\gamma$  = الشد السطحي،  $\rho$  = كثافة السائل،  $g$  = التعجيل الأرضي }  
 $\theta$  = زاوية ارتقاع السائل في الأنبوية الشعرية،  $r$  = نصف قطر الأنبوية الشعرية،  $h$  = ارتفاع السائل في الأنبوية الشعرية،  $\cos = 1$  لان السائل يبذل الأنبوية الشعرية (1)  $\theta$

#### النتائج والمناقشة:

تتجه الحاجة المتزايدة على انتاج بدائل للمواد التقليدية الفعالة سطحياً لما تسببه الأخيرة من تلوث بيئي نتيجة للتراكيب الكيميائية لهذه المنظفات وعدم قدرة البكتريا على تحليلها الى موادها الأولية، كما ان العديد من هذه المنظفات تعد مبيدات للميكروبات والبكتريا النافعة اللازمة لعمليات التنقية والتحلل الحيوي نتيجة للرغوة الناتجة عن هذه المنظفات، هذا بالإضافة الى موت الاف الاسماك والاحياء المائية

300 MHZ ULTRA وباستخدام الـ (D<sub>2</sub>O) مذبياً في المختبرات المركزية في جامعة آل البيت في المملكة الأردنية الهاشمية كما أجريت تحاليل العناصر (C.H.N) للنماذج المحضرة النقية باستخدام جهاز C.H.N.S elemental analysis EUTO VECTOR MODEL 2003 EUROA 300 – ITALY في نفس المختبرات السابقة. تمت متابعة سير التفاعلات وسرعة جريان المركبات المحضرة باستخدام كروموتوكرافيا الطبقة الرقيقة (T.L.C) وتمت عملية التظهير باستخدام اليود. كما تم قياس ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة باستخدام اسطوانة مدرجة ومحكمة سعة (50 مل) كما تم قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة باستخدام طريقة الأنبوية الشعرية وباستخدام اربعة تراكيز لكل مركب من المركبات المحضرة.

الطريقة العامة لتحضير (6) - احادي - O - اسيل - D - كلوسيتول بطريقة الأسترة المتبادلة بين استرات الحوامض الدهنية النقية والكلوسيتول (A - F) :-

أُنبيت كمية معينة من (الكلوسيتول : كاربونات الصوديوم ) بنسبة مولية ( 1 : 2 ) في حجم معين من مذيب N,N - ثنائي مثيل فورماميد (DMF) ثم أُضيف إليه وبشكل قطرات كمية معينة من أسترات الحامض الدهني الأحادي بنسبة ( 1 : 1 ) مول (كلوسيتول : أسترات دهني أحادي) مع التحريك عند درجة حرارة الغرفة، ثم سخن المزيج عند درجة حرارة (60م) لمدة (48 ساعة) مع التحريك المستمر. بعدها برد المزيج ثم رشح للتخلص من كاربونات الصوديوم المتبقية. نقل الراشح الى جهاز المبخر الدوار ( Rotary evaporator) للتخلص من المذيب والحصول على الناتج. غسل الناتج بالكلورفورم ثم جفف وجمع الناتج. والجدول (1) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (A - F) .

الطريقة العامة لتحضير (6) - احادي - O - اسيل - D - كلوسيتول بطريقة الأسترة المتبادلة بين الكليسريدات الثلاثية (الزيوت الخام) والكلوسيتول (G - M) :-

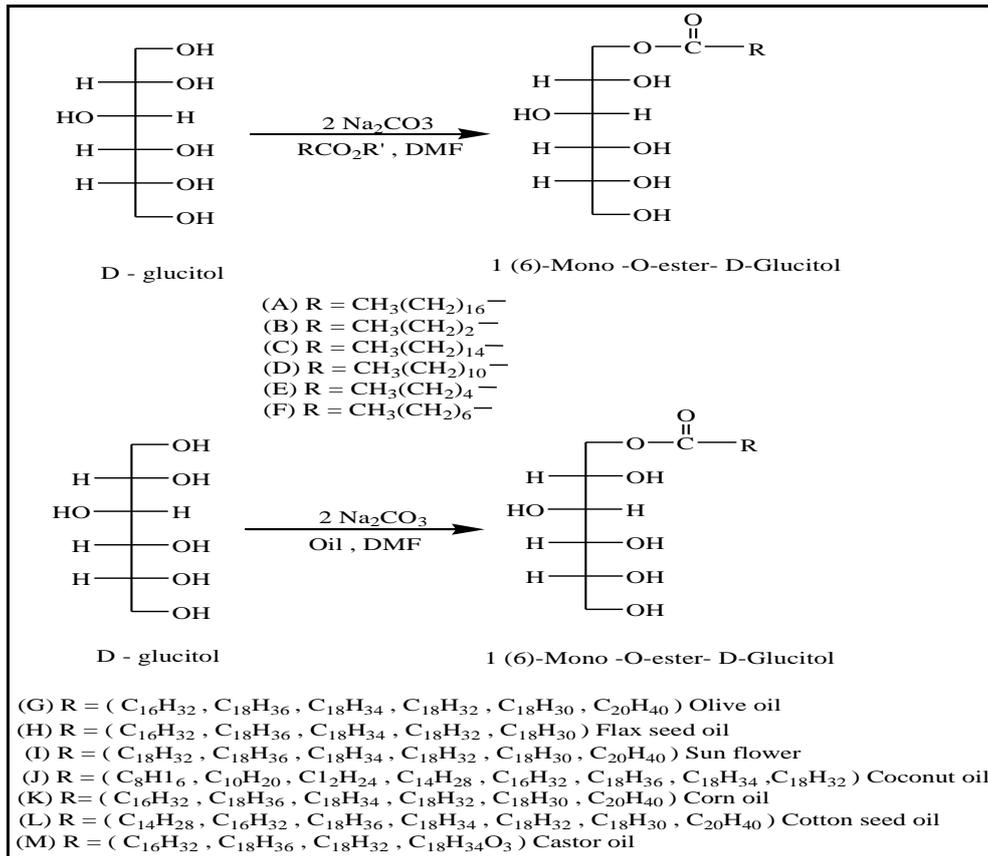
أُنبيت كمية معينة من (الكلوسيتول : كاربونات الصوديوم) بنسبة مولية ( 1 : 2 ) في حجم معين من مذيب N,N - ثنائي مثيل فورماميد (DMF) ثم أُضيف إليه وبشكل قطرات كمية معينة من الكليسريد الثلاثي بنسبة ( 3 : 1 ) وزن (كلوسيتول : كليسريد ثلاثي) مع التحريك عند درجة حرارة الغرفة، ثم سخن المزيج عند درجة حرارة (60م) ولمدة (48 ساعة) مع التحريك المستمر. تبعها تبريد المزيج ثم ترشيحه للتخلص من كاربونات الصوديوم. نقل الراشح الى جهاز المبخر الدوار للتخلص من المذيب والحصول على الناتج الذي غسل بالكلورفورم ثم جفف وجمع الناتج. والجدول (2) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (G - M) .

#### قياس ارتفاع الرغوة:

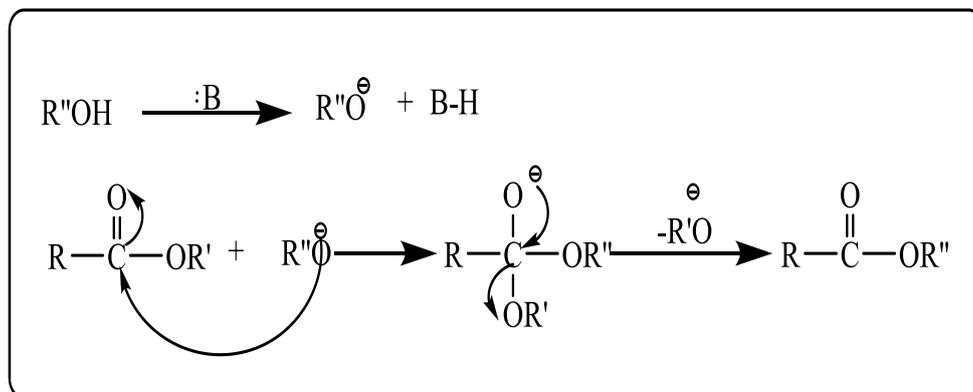
يوضع (0.1غم) من الأستر الأحادي مع ( 10مل) من الماء في اسطوانة مدرجة ومحكمة السد سعة (50 مل) ويقطر (3- 2.5 سم) بعدها ترح الاسطوانة بشدة لمدة دقيقة واحدة ثم تترك لمدة دقيقة واحدة

تفاعل الكلوسيتول مع استرات نقيه للحوامض الدهنية طويلة السلسلة (ستيارات المثل، بيونارات المثل، بالمئات المثل، لورات المثل، هكسانوات المثل، اوكتانوات المثل) وسبعة منها (G - M) حضرت من تفاعل الكلوسيتول مع الزيت الخام (زيت الزيتون، زيت بذور الكتان، زيت زهرة الشمس، زيت جوز الهند، زيت الذرة، زيت بذور القطن، زيت الخروع) والمخطط التالي يوضح المشتقات المحضرة :-

والتي يتسبب عنها الروائح الكريهة مما يؤدي الى جعل هذه المياه غير صالحة للاستعمال.<sup>(14)</sup> وعليه، بدأ التوجه الى انتاج مواد فعالة سطحياً أساسها الكربوهيدرات مثل كلايكوسيدات الالكيل واميدات الحوامض الدهنية مع السكريات التي تحلل بايولوجياً بفعل البكتريا الى حوامض دهنية وسكر كحولي وبالتالي تكون بديل للمنظفات التقليدية.<sup>(15)</sup> تم في هذا البحث تحضير مركبات احادية الاستر على أحد الموقعين (C<sub>1</sub> او C<sub>6</sub>) الطرفية للكلوسيتول، سنه منها (A - F) بشكل نقي من



ويمكن توضيح ميكانيكية تحضير الاسترات السابقة بالخطوات التالية:<sup>(16)</sup>



يعطي رغوهُ أقل مقارنة بتعويض مجموعتي حامض دهني ولكنه بنفس الوقت تزداد ذوبانية المركب احادي الاستر المحضر بالماء. والجدول (7) يوضح قياسات الرغوة للمركبات المحضرة.

#### دراسة خاصة ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة:

تم قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة حسب الطريقة الموضحة في الجزء العملي (الشكل 2) حيث تعد طريقة ارتفاع السائل في الانابيب الشعرية من افضل الطرق لقياس الشد السطحي. أظهرت جميع المركبات قابليتها على خفض الشد السطحي للماء عدا المركب (B) والسبب في ذلك يعود إلى قصر سلسلة الحامض الدهني المعوض على احدى مجموعتي الهيدروكسيل (1 أو 6) لأستر الكلوسيتول المحضر وقد تم استخدام الماء كمرجع للقياس حيث كانت قيمة الشد السطحي للماء (62.8) dyn /cm وكانت جميع قياسات الشد السطحي للمركبات المحضرة أقل من قيمة الشد السطحي للماء. إن نتائج قياسات الشد السطحي التي تم الحصول عليها من المركبات المحضرة في هذا البحث اشارت الى قابلية هذه المركبات على خفض الشد السطحي للماء اقل من قابلية المركبات الاستيرية السكرية المحضرة في هذا المجال<sup>(18,17)</sup> والسبب في ذلك يعود ايضاً الى ان تعويض مجموعة حامض دهني واحدة على السكر الكحولي يعطي خفض للشد السطحي اقل مقارنة بتعويض مجموعتي حامض دهني. والجدول (8) يوضح نتائج قياسات الشد السطحي لأربعة تراكيز لكل مركب.

#### ميكانيكية الفعالية التنظيفية للمركبات المحضرة :

بالاعتماد على قياسات الشد السطحي والرغوة ومن خلال مقارنة النتائج مع بحوث سابقة في هذا المجال والتي تمتلك فعالية تنظيفية جيدة أثبتت مركبات استرات الكلوسيتول المحضرة قدرتها على التنظيف، يعزى ذلك إلى تركيبها الكيميائي الذي يساعد في تكوين مستحلبات مع الزيوت أو الشحوم حيث تتكون جزيئة الأستر من جزئين إحداها مستقطب قابل للذوبان في الماء ( hydrophilic ) والمتمثل بمجاميع الهيدروكسيل الثانوية الخمسة لجزيئة الكلوسيتول غير المتفاعلة والآخر هيدروكربوني طويل السلسلة غير قابل للذوبان في الماء ( hydrophobic ) ( ) والمتمثل بسلسلة كاربون الحامض الدهني المكون للأستر) والذي له القدرة على الامتزاج مع الاوساخ المتمثلة بالدهون وبقيّة المركبات العضوية الأخرى لذلك فأن ميكانيكية عمل استر الكلوسيتول المحضر كمنظف يتم من خلال التبليل الكامل للأوساخ عن طريق أستر الكلوسيتول ثم تطويق الأوساخ التي أساسها دهني وسحبها إلى الوسط المائي ويتم ذلك من قبل النهاية غير المستقطبة الكارهة للماء (hydrophobic) والمتمثلة بالسلسلة الهيدروكربونية المكونة للأستر والمعوضة على احدى مجموعتي الهيدروكسيل (1 أو 6) لجزيئة الأستر المحضر I (6) احادي- استر - D - كلوسيتول بعد عملية التبليل وتطويق الأوساخ والدهون من قبل الجزء الكاره للماء يتم سحب جزيئة الأستر إلى الوسط المائي من خلال التأصر الهيدروجيني بين جزيئات الماء ومجاميع الهيدروكسيل

تم متابعة سير التفاعلات للمركبات المحضرة بتقنية كروموتوكرافيا الطبقة الرقيقة حيث أظهرت اختفاء المواد المتفاعلة وتكوين نواتج جديدة والجدول (3) يوضح معدل سرعة الجريان للمركبات المحضرة.

أظهر طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) لجميع المركبات المحضرة (جدول4) حزمة امتصاص عريضة عند المدى  $3364\text{ cm}^{-1}$  تعود الى امتصاص مط مجاميع الهيدروكسيل الثانوية للسكر اضافة الى حزمة امتصاص مط مجاميع C-H لمجاميع المثل والمثيلين عند المدى  $2934\text{--}2922\text{ cm}^{-1}$ ،  $2883\text{--}2849\text{ cm}^{-1}$  على التوالي مع ظهور حزمة امتصاص مجموعة كاربونيل الاستر عند المدى  $1743\text{--}1655\text{ cm}^{-1}$  مع حزمتين مهمتين لتمييز الاسترات الاولى عند المدى  $1102\text{--}1027\text{ cm}^{-1}$  والثانية عند المدى  $1258\text{--}1234\text{ cm}^{-1}$  والعائدة الى تردد مط (C-O-C) المتناظر وغير المتناظر لمجموعة الاستر على التوالي.

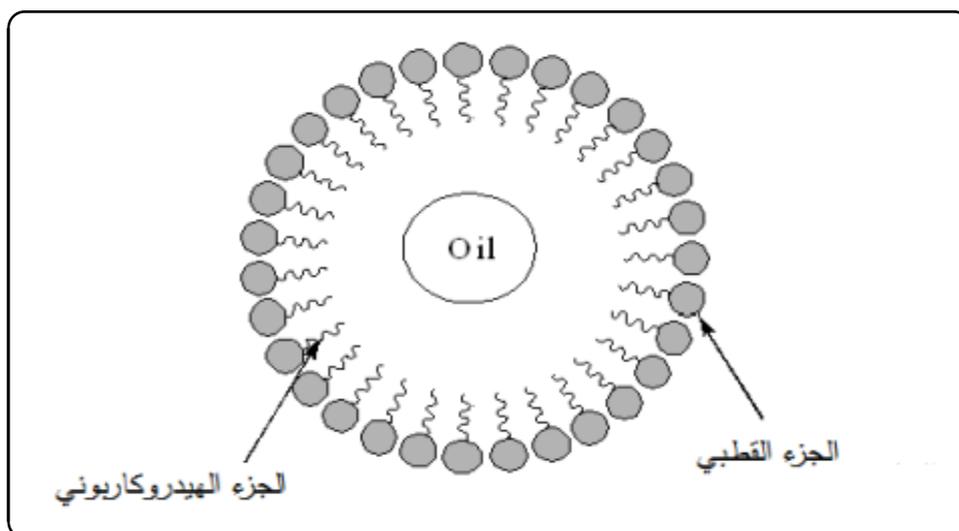
كذلك تم التأكد من الصيغ التركيبية لمشتقات الكلوسيتول المحضرة بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H-NMR}$ ) حيث أظهر اشاره ثلاثية تراوحت عن  $[\delta = 0.8, (3\text{H}), t]$  والتي تعود الى مجموعة المثل الطرفية للسلسلة الهيدروكربونية كما اظهر اشارة متعددة عند المدى  $[\delta = 1.2, (2\text{H}), m]$  والتي تعود الى بروتونات  $(\text{CH}_2)$  حيث  $(n = 2, 4, 6, 10, 14, 16)$  واظهر الطيف إشارة  $[\delta = 1.5 - 1.6, (2\text{H}), t]$  تعود الى مجموعة  $(-\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{CH}_2)$  وإشارة  $[\delta = 2.2 - 2.9, (2\text{H}), d]$  تعود الى مجموعتي المثلين السكرية  $(\text{CH}_2)$  أما إشارة بروتون مجموعة الهيدروكسيل فتراوحت ازاحتها الكيماوية عند  $[\delta = 3.6, (1\text{H}), s]$  والجدول (5) يوضح قيم الإزاحة الكيماوية  $^1\text{H-NMR}$  لبعض المركبات المحضرة .

تم اثبات الصيغ الجزيئية للمركبات المحضرة النقية (A - F) من خلال تحليل عناصرها (C. H. N) والتي اظهرت تطابق النسب المحسوبة نظريا مع نتائج التحليل للعناصر. والجدول (6) يوضح نتائج التحليل الدقيق لعناصر المركبات المحضرة.

#### دراسة خاصة ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة:

تم قياس ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة حسب الطريقة الموضحة في الجزء العملي وعند درجة حرارة  $25^\circ\text{C}$  ،  $50^\circ\text{C}$  وقد أظهرت القياسات نتائج متفاوتة في ارتفاع الرغوة فالمركب (B) لا يمتلك أية رغوة والسبب في ذلك يعود إلى قصر سلسلة الحامض الدهني المعوض على احدى مجموعتي الهيدروكسيل (1 أو 6) لأستر الكلوسيتول المحضر. بينما اظهرت المركبات (A, C - F) نتائج متفاوتة لارتفاع الرغوة حيث تراوح الارتفاع (0.2 - 1.0 Cm) أما المركبات الأستيرية (G - M) فقد أظهرت نتائج مقاربه ايضاً في قياس الرغوة تراوحت (0.2-2.0 Cm). ان ارتفاع الرغوة الذي تم الحصول عليه للمركبات المحضرة في هذا البحث كان أقل منه للمركبات الاستيرية السكرية المحضرة في هذا المجال<sup>(18,17)</sup> والسبب في ذلك يعود الى ان تعويض مجموعة حامض دهني واحدة على السكر الكحولي

الخمسة للكلوسيتول وبهذه الطريقة يتم إبقاء الأوساخ في الوسط المائي ومنع عودتها إلى السطح المتسخ والمخطط التالي يوضح ذلك. (18,17)



جدول (1) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (A- F)

رقم المركب	D - كلوسيتول		كاربونات الصوديوم		استر الحامض الدهني			عدد القطرات	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	2.269	93.6
B	1.5	0.008	1.738	0.016	methyl butyrate	0.084	0.008	35	1.809	87.5
C	2.00	0.010	2.310	0.021	methyl palmitate	2.947	0.010	40	3.331	72.67
D	2.00	0.010	2.310	0.021	methyl laurate	2.336	0.010	40	3.388	85.29
E	3.00	0.016	3.476	0.032	methyl hexanoate	2.134	0.016	50	2.353	62.06
F	3.00	0.016	3.476	0.032	methyl octanoate	2.60	0.016	50	3.627	67.77

جدول (2) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (G - M)

رقم المركب	D - كلوسيتول		كاربونات الصوديوم		اسم الكليسيريد الثلاثي	وزن الكليسيريد الثلاثي	عدد القطرات	ناتج المركبات المحضرة	
	الوزن / غم	عدد المولات	الوزن / غم	عدد المولات				الوزن (g)	%
G	3.00	0.0164	3.4764	0.0328	olive oil	1.00	60	5.8334	79.64
H	3.00	0.0164	3.4764	0.0328	flax seed oil	1.00	60	5.3126	73.19
I	3.00	0.0164	3.4764	0.0328	sun flower oil	1.00	60	5.0583	69.37
J	3.00	0.0164	3.4764	0.0328	coconut oil	1.00	60	4.0122	91.16
K	3.00	0.0164	3.4764	0.0328	corn oil	1.00	60	3.1382	43.04
L	3.00	0.0164	3.4764	0.0328	cotton oil	1.00	60	5.1153	70.15
M	3.00	0.0164	3.4764	0.0328	oil castor	1.00	60	4.1440	54.62

جدول (3) يوضح سرعة الجريان ( $R_f$ ) للمركبات (A – M) في (T L C) باستخدام مذيب (بنزين: ميثانول) بنسبه (1:9) وتم تظهيرها باليود

Comp.	$R_f$
A	0.17
B	0.15
C	0.18
D	0.17
E	0.16
F	0.2
G	0.13
H	0.15
I	0.17
J	0.14
K	0.17
L	0.12
M	0.17

جدول (4) يوضح حزم امتصاص الأشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة

Com.	$\nu$ O-H $\text{cm}^{-1}$	$\nu$ CH <sub>2</sub> $\text{cm}^{-1}$	$\nu$ CH <sub>3</sub> $\text{cm}^{-1}$	$\nu$ =CH $\text{cm}^{-1}$	$\nu$ C=O $\text{cm}^{-1}$	$\nu$ C=C $\text{cm}^{-1}$	$\nu$ O-C-O $\text{cm}^{-1}$	$\nu$ O-C $\text{cm}^{-1}$	(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> Rock $\text{cm}^{-1}$	(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> Seci $\text{cm}^{-1}$
A	3383	2850	2918	-	1741	-	1243	1097	722	1486
B	3386	2883	2934	-	1655	-	1255	1102	-	-
C	3394	2849	2917	-	1741	-	1243	1098	729	1463
D	3346	2850	2918	-	1743	-	1243	1027	718	1470
E	3404	2858	2930	-	1706	-	1255	1090	714	1463
F	3358	2853	2928	-	1705	-	1234	1090	720	1465
G	3385	2852	2925	-	1701	1656	1255	1083	720	1416
H	3384	2851	2926	3010	1703	1656	1257	1091	718	1416
I	3385	2854	2928	3007	1656	-	1254	1100	664	1438
J	3384	2853	2928	-	1703	1657	1255	1086	766	1437
K	3346	2851	2922	3006	1703	1655	1258	1090	719	1466
L	3385	2852	2925	3006	1703	1657	1255	1102	772	1438
M	3386	2852	2928	3009	1702	1654	1257	1080	720	1466

جدول (5) يوضح قيم الإزاحة الكيميائية <sup>1</sup>H – NMR لبعض المركبات المحضرة

Comp.	CH <sub>3</sub>	(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub>	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}-\text{C}-\text{CH}_2 \end{array}$	$\begin{array}{c}   \\ \text{CH}_2-\text{O}- \end{array}$	$\begin{array}{c}   \\ \text{O}-\text{C}-\text{H} \\   \end{array}$	O-H	H-C=C-H	CH <sub>2</sub> -C=C
A	0.8t	1.2 m	1.5 t	2.8-2.9 d	2.3t	3.6 s	X	X
E	0.8 t	1.2m	1.6 t	2.3d	2.8-2.9t	3.6 s	X	X
H	0.8 t	1.2m	1.5 t	2.2d	=	=	4.9 m	4.2 m
J	0.8 t	1.2m	1.5 t	2.3d	=	=	5.2 m	4.1 m

جدول (6) يوضح نتائج التحليل الدقيق للعناصر C.H.N للمركبات المحضرة النقية

Comp.	Formula	C.H.N Calculated		C.H.N Found	
		C%	H%	C%	H%
A	C <sub>24</sub> H <sub>48</sub> O <sub>7</sub>	64.25	10.78	63.78	10.36
B	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O <sub>7</sub>	47.61	7.991	48.19	8.29
C	C <sub>22</sub> H <sub>44</sub> O <sub>7</sub>	62.82	10.54	63.35	10.75
D	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>7</sub>	59.31	9.95	59.36	10.40
E	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>7</sub>	51.41	8.63	51.29	8.85
F	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>7</sub>	54.53	9.15	54.80	9.53

جدول (7) يوضح قياسات الرغوة للمركبات المحضرة

Comp.	ارتفاع الرغوة بـ cm بدرجة حرارة 25°C	ارتفاع الرغوة بـ cm بدرجة حرارة 50°C
	A	0.5
B	No foam	No foam
C	0.8	1.0
D	No foam	0.2
E	0.2	0.4
F	0.3	0.4
G	0.2	0.3
H	0.4	0.5
I	0.3	0.5
J	1.5	2.0
K	0.4	0.5
L	0.4	0.8
M	0.4	0.6

جدول (8) يوضح قياسات الشد السطحي للمركبات المحضرة

رقم المركب	التركيز الأول			التركيز الثاني			التركيز الثالث			التركيز الرابع		
	التركيز %	كثافته المحلول غم/سم	الشد السطحي dyn/cm	التركيز %	كثافته المحلول غم/سم	الشد السطحي dyn/cm	التركيز %	كثافته المحلول غم/سم	الشد السطحي dyn/cm	التركيز %	كثافته المحلول غم/سم	الشد السطحي dyn/cm
A	2	1.06	57.19	1	1.06	59.79	0.75	1.06	61.39	0.5	1.02	62.03
B	2	1.07	62.98	1	1.00	62.74	0.75	1.00	62.74	0.5	1.00	62.74
C	2	0.95	30.28	1	1.06	36.39	0.75	0.97	54.71	0.5	1.04	61.21
D	2	1.13	22.17	1	1.12	27.46	0.75	1.00	30.52	0.5	0.94	36.51
E	2	1.03	30.31	1	1.04	38.25	0.75	1.04	47.23	0.5	1.07	49.85
F	2	1.09	18.71	1	1.04	30.60	0.75	1.01	39.63	0.5	1.00	48.92
G	2	1.03	17.68	1	1.04	30.60	0.75	1.12	49.44	0.5	0.99	58.27
H	2	1.11	32.66	1	0.96	32.69	0.75	1.04	38.25	0.5	1.13	41.56
I	2	1.09	40.09	1	1.03	45.46	0.75	1.03	47.99	0.5	1.04	51.01
J	2	1.03	32.38	1	1.02	32.78	0.75	1.03	35.18	0.5	1.03	37.20
K	2	0.96	29.46	1	1.03	30.46	0.75	0.90	35.67	0.5	0.90	35.68
L	2	0.91	28.41	1	0.94	29.09	0.75	0.90	34.01	0.5	0.94	38.95
M	2	1.03	25.31	1	1.02	31.36	0.75	1.00	40.22	0.5	1.00	44.67

## References

- 3 - N. khaled, *Biotechnology letters*, 13 (3), 167 – 172 , ( 1991 ) , france.  
4 - Rajendra K. Saxena, Novel Biocatalytic reactions on fatty acids, Newdelhi , 159 – 170, (2003).

- 1- Y. Ali. J. Kader and N. Y. Al – hiti, Ibn – Haitham Pure and App. Sci . 8 (1), 96 – 108 , (1997).  
2 - K. C. Blieszner, D. Horton, R. A. Markovs. *Carbohydrate Res* 80 (2), (1980) 62-85 .

- 12 - R. M. Silverstein, Spectrometric identification of organic compound, pp, 106 . Canada . 4<sup>th</sup> Ed. John Wiley & Sons, Inc ( 1981 ).
- 13 - Catherine Fayet, Carbohydrate Res., 303, 159 – 164, ( 1997 ).
- 14 - H. Waldhoff and R. Spilker , Handbook of Detergents , New York , (2005) , 25 - 28 .
- 15 - Karlheinz Hill, Carbohydrate in Europe, vol . 18 , 20 , October ( 1997 ).
- 16 - R. Thornton Morrison and R. Neilson Boyd, Organic chemistry, Third edition , pp.682 – 683.
- 17 - Y. A. Al – Fotahi, N. Y. Al – hiti and A. H. Al – janabi, journal of AL – Anbar University for pure science, 4 (1) 108 -115, ( 2010 ).
- 18 - N. Y. Al – hetee and M . A. Al –jumaly, Journal of AL –Anbar of Veterinary University Sci., 4, 201 – 212, ( 2011 ).
- 5 - A. H. AL-Ganabi , Journal of Maa`ref University college 13, 165-177, (2010) .
- 6 - Rosen, M., Surfactan and Interfacial Phenomena. 3<sup>rd</sup> Ed. 2004, Hoboken: John Wily and Sons.
- 7 - S. Matsumura, j. Am. Oil Chem. Soc. 67, (12), (1990).
- 8 - Y. Zhang. M. A. Bube, D. D. Mclean and M. Kates, Bloves Technol, 89(1), 1-16, (2008).
- 9 - فهد علي حسين، هادي كاظم عوض وصبحي صالح العزاوي، مبادئ كيمياء الحلقات غير المتجانسة الحديثة، 131-132.
- 10 - خولة أحمد آل فليح، مدخل إلى الكيمياء الحياتية، الطبعة الثانية، جامعة الموصل، 44 – 45، (2000).
- 11 - A . Hughes and B. W. Lew, J. Am. Oil Chem. Soc. 47, 162 – 168, ( 1970 ).

## Synthesis The Derivatives Of 1(6) -Mono -O- Acyl -D - Glucitol And Study Their Capability As Detergents Or Emulsions

Nabeel Yaseen Al-Hetee , Mahmood Hmeed Aljumaily

Education College For Pure Science , Al-Anbar Univrsity

(Received: 27 / 5 / 2012 ---- Accepted: 16 / 9 / 2012)

### Abstract

This work includes the synthesis of new ester derivatives from D – glucitol at the primary hydroxyl group ( C<sub>1</sub> or C<sub>6</sub> ) of the glucitol molecule by the reaction of glucitol with the following pure fatty acid esters (methyl stearate, methyl butyrate, methyl palmitate , methyl laurate , methyl hexanoate, methyl octanoate) to obtain 1 (6) - Mono - O- acyl - D - Glucitol (A - F) or with crude oil (tri glyceride) (olive oil, flax seed oil, sun flower oil, coconut oil, corn oil, cotton oil, castor oil) to obtain mixture ester compounds 1 (6) - Mono - O - acyl - D - Glucitol (G - M). These compounds have been prepared by transesterification method and the progress of the reaction was detected by (T.L.C) technique. The structure of the synthesized was characterized spectrophotometric ally by ( FT - IR ), (<sup>1</sup>H-NMR ), and elemental analysis (C.H.N.S). This work, also includes studying of some physical properties of the prepared ester compounds such as foam properties and surface tension to estimate their capability as detergents and emulsifier agents. The study showed that the prepared compounds have good detergents and emulsion properties.