التحضير الكفوء لراتنج تايرو 4,2,1 – ترايازول ودراسة تطبيقاته في مجال القابلية الكلابية تجاه عنصر الرصاص الملوث

غزوان حسن عبد الوهاب الصميدعي[1] ، هناء كائن صالح[2]

[1]قسم الكيمياء ، كلية التربية ، جامعة تكريت ، تكريت ، العراق

[2]قسم الكيمياء ، كلية العلوم ، جامعة تكريت ، تكريت ، العراق

(تاريخ الاستلام: 25 / 9 / 2012 ---- تاريخ القبول: 24 / 12 / 2012)

الملخص

تم في هذه الدراسة تحضير مشتق للهيدرازين هو الثايوكاربوهيدرازايد(1) من تكاثف ثنائي كبريتيد الكاربون مع الهيدرازين .

تم تحضير مركب 4- (2-أمينو-2- (2- أمينو-5- مركبتو-4,2,1- ترايازول-3-آيل) أثيل) فينول من خلال تفاعل محب للبيئة (بدون مذيب) هو تفاعل الصهر الحراري بين مادتي الثايوكاربوهيدرازايد والتايروسين .

كما حضر الراتنج الكلابي (3) من تفاعل التكاثف لمركبات - (2-أمينو-2- (2- أمينو-5- مركبتو-4,2,1- ترايازول-3-آيل) أثيل) فينول والتايروسين مع الفينول ومحلول الفورمالدهايد وبوجود هيدروكسيد الصوديوم وتحت التصعيد .

تم تشخيص تراكيب المركبات المحضرة باستخدام مطيافية الاشعة تحت الحمراء(Infrared) وكذلك طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ولنظير الكاربون 13 (H^1, C^{13}-NMR) (Nuclear Magnetic Resonance) لبعض المركبات المحضرة .

درست الكفاءة التحليلية للراتنج الكلابي المحضر (3)و المحمل بالمركب 4- (2-أمينو-2- (2- أمينو-5- مركبتو-4,2,1- ترايازول-3-آيل) أثيل) فينول والتايروسين و باستخدام طريقة الوجبة على أيون الرصاص الإنتقالي (Pb^{2+}) من حيث تأثير زمن المعاملة والدالة الحامضية على سعة تحميل الراتنج مع تثبيت العوامل الأخرى كدرجة الحرارة وتركيز الأيون المدروس وكمية الراتنج. وكانت نتائج سعة التحميل الكلية للأيون على الراتنج كما موضحة في الاشكال(1) و(2) وبعد الدراسة وجد أن سعة التحميل تزداد بزيادة الدالة الحامضية (pH)و زمن المعاملة .

المقدمة

ان الحاجة الماسة حاليا لتطوير فروع جديدة من الكيمياء تكون أقل خطورة على صحة الأنسان والبيئة وظهرت الكيمياء النظيفة (Clean chemistry) لتطوير سماليب اكثر اماناً واقل ضرراً[2,1]، لذلك ظهرت تقنيات جديدة للتفاعلات الكيميائية وهي تفاعلات الصهر الحراري (بدون مذيب) والتفاعلات تحت تأثير الموجات الدقيقة[4,3] والموجات فوق الصوتية والتفاعلات الضوئية وكذلك التفاعلات تحت التاثير البايولوجي ، بالأضافة الى ظهور برامج مختلفة تعمل في مجال تحضير المركبات الكيميائية الصديقة للبيئة مثل CAMEO و LHASA و SYNGEN ومن هنا كان الأهتمام متزايد في تحضير بوليمرات كلابية لها دور في عملية تخليص المياه من العناصر الثقيلة الموجودة فيه عبر مسالك تحضير محبة للبيئة ، ومن الراتنجات المستخدمة في هذا المجال : راتنجات الفينول – فورمالدهايد[5] .

كما استخدمت بعض الراتنجات الكلابية لراتنج الفينول – فورمالديهايد لازالة بعض الأيونات السامة مثل Pb^{2+}, Ni^{2+}، Cu^{2+},Cd^{2+}, As^{3+} من مياه الشرب [6]. واخرى لازالة بعض أيونات الفلزات السامة غير القابلة للتحلل مثل Hg^{2+}، Pb^{2+}، Cd^{2+} ، Cu^{2+} من المياه الصناعية والسيطرة على التلوث البيئي[8،7].

كما تستخدم هذه البوليمرات كطلاءات واقية على سطوح المعادن [9]و في صناعة الألياف المقاومة للحرارة في صناعة أشباه الموصلات[10]، و تستخدم كمعقدات اغشية لصنع أقطاب الانتقاء الأيونية ion–selective electrode [11].

الجزء العملي

الأجهزة المستخدمة

مطياف الاشعة تحت الحمراء (IR) نوع Shimadzu Fourier Transform Infrared Spectrophotometer FT-IR 8400 S (KBr) Scale (4000-400)cm^{-1}، مطياف الأشعة فوق البنفسجية (UV) نوع shimadzu (UV-Visible)Spectrophotometer UV- 1650 PC,Scale (200-800)nm. وباستخدام الايثانول 95% كمذيب، مطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}H-NMR) نوع ^{1}H-NMRUltra shield 300 MH_Z Bruker 2003، مطياف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون (^{13}C-NMR)، جهاز قياس درجة الانصهار Electro thermal 9300 melting point Apparatus ، الامتصاص الذري Atomic Absorption استخدم جهاز من نوع Varian A A 24OFS لتقدير العناصر، جهاز قياس الدالة الحامضية pH Meter نوع Hanna .

طرائق التحضير *Preparation Methods*

تحضير الثايوكاربوهيدرازايد (1) [12]:

أضيف (5 مل) من ثنائي كبريتيد الكاربون بصورة تدريجية الى (20 مل)من الهيدرازين المائي (80%) ، صُعد مزيج التفاعل لمدة 30 دقيقة ، بُرد المزيج بأستخدام حمام ثلجي لمدة نصف ساعة حيث تكون راسب أصفر، رُشح الراسب المتكون وغُسل عدة مرات بالماء المقطر والأيثانول وثنائي أثيل أيثر ولحين تحول لون الراسب الى

الابيض ، جُمع الراسب وأعيدت بلورته من الأيثانول ، النسبة المئوية للناتج 80 % ، درجة الانصهار للناتج 171 °م .

تحضير المركب : 2- (4- فينول-2- آيل -1- أمينو) أثيل -5- ثايول-4- أمينو-4,2,1- ترايازول (طريقة الصهر المحبة للبيئة او الطريقة الخضراء) (2)

سُخن مزيج من الثايوكاربوهيدرازايد(1) مع التايروسين بنسب مولية متكافئة (1:1)في حمام زيتي الى حد الأنصهار ، تُرك المزيج لمدة 15 – 20 دقيقة عند درجة الانصهار مع التحريك بأستخدام محرك زجاجي ، بُرد الناتج الى درجة حرارة الغرفة وعومل مع محلول مائي لكاربونات الصوديوم (10%) للتخلص من بقايا التايروسين غير المتفاعل ، جُمع الناتج بالترشيح وغُسل بالماء المقطر وجُفف وأعيدت بلورته من الأيثانول المطلق [12، 13]،وكانت خواصه الفيزيائية : درجة الانصهار = <225 ، برتقالي اللون، نسبة الناتج= 85 % .

تحضير الراتنج الكلابي (3)

يتألف نظام التفاعل من دورق دائري ثلاثي العنق مرتبط بمحرك مغناطيسي ومكثف وفتحة للإضافة. مزج في الدورق(1.5غم) من كل من الترايازول المحضر والتايروسين مع (7غم) من الفينول وأضيف إلى مزيج التفاعل (25 مل) من الفورمالديهايد، مزج جيداً ثم رفعت الدالة الحامضية إلى(10-10.5 =pH) باستعمال محلول 10% وزن / حجم من هيدروكسيد الصوديوم ، صعد المزيج مع التحريك لمدة (4) ساعات لحين تكون مادة هلامية لزجة (jelly soft) ذات لون بني محمر فاتح، بُخر المذيب ثم نقل الناتج إلى فرن تجفيف بدرجة حرارة (120) °م لمدة ساعتين حتى تكتمل عملية التقسية بعدها طُحن البولمر الناتج ثم غُسل بمحلول مخفف من حامض الهيدروكلوريك تحت التبريد جيدا ثم بالماء اللاأيوني للتخلص من بقايا المواد غير المتفاعلة ثم جفف لحين ثبوت الوزن ، وأخذ له طيف الأشعة تحت الحمراء .

التطبيق للراتنج الكلابي

تحضير المحاليل القياسية لأيون الرصاص [14]

حُضرت المحاليل القياسية بإذابة نترات الرصاص $Pb(NO_3)_2$ (0.7992 غم) في أقل كمية ممكنة من الماء مع إضافة 2 مللتر من حامض النتريك المركز (حسب الملح المستخدم)، ثم يُكمل الحجم اللازم بالماء اللاأيوني إلى 500 مل ، لتحضير المحاليل القياسية 1000جزء بالمليون من أيون الفلز.

ثم خُففت حجوم معينة من محاليل هذه الايونات لتعطي تركيز 100 جزء بالمليون للأيون وفي دوال حامضية مختلفة ، وقد استعمل الماء اللاأيوني في كل عمليات التحضير التحليلية وقد ضبطت الدالة الحامضية باستعمال محلول حامض النتريك ومحلول هيدروكسيد الأمونيوم بتركيز 1 مولاري لكل منهما .

دراسة انتقائية الراتنج تجاه أيونات العنصر

دُرست انتقائية الراتنج المحضر تجاه ايونات العنصر المختار عند أعلى زمن معاملة وأعلى دالة حامضية والتي يمكن الحصول فيها على محلول ايونات الفلز بالتركيز المستعمل وبشكل رائق وغير متعكر إذ تكون سعة التحميل أقصاها كما أشارت العديد من الدراسات [15] ، وقد أُستخدمت طريقة الوجبة Batch method [16] في حساب سعة تحميل كل راتنج .

تمت بمعاملة 0.1 غم من الراتنج مع 10 مل من محلول ايونات العنصر بتركيز 100 جزء بالمليون وعند أعلى دالة حامضية (pH=6) ولمدة 24 ساعة ثم أجريت عملية ترشيح المحاليل ومقارنة أمتصاصية الراشح مع امتصاصية التركيز القياسي (100 جزء بالمليون) فإذا كانت أقل منها فإن ذلك يعني ان أيونات العنصر المدروس قد ارتبطت بالراتنج لذا يمكن الاستمرار بدراسة العنصر دراسة تحليلية مفصلة، أما اذا كانت امتصاصية الراشح مساوية أو مقاربة جداً لأمتصاصية التركيز القياسي (100 جزء بالمليون) فإن ذلك يعني أن أيونات العنصر لم ترتبط بالراتنج وعندها نكتفي بهذا القدر من الدراسة بالنسبة لذلك الأيون .

إن سعة التحميل يتم إيجادها بإستعمال القانون التالي :

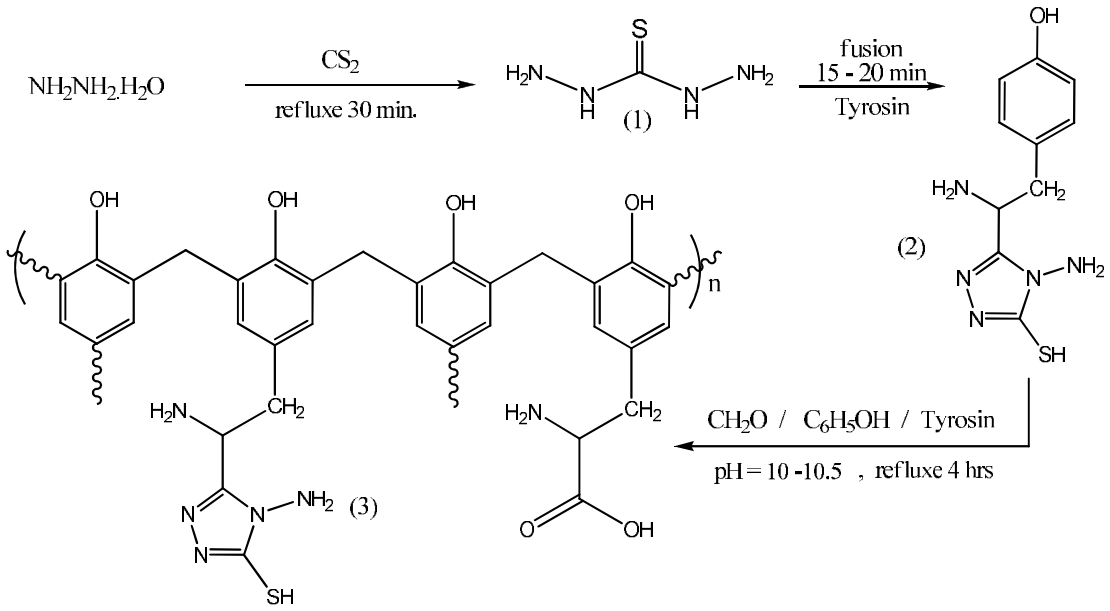
$$\text{Loading Capacity mg ion / g resin} = \frac{C \times a}{1000 / V}$$

C : تركيز الأيون (mg / 1) المرتبط بالراتنج ، a : معامل تحويل الوزن المأخوذ من الراتنج الى (1 g) .

V : حجم المحلول المائي لأيون العنصر المضاف الى الراتنج .

النتائج والمناقشة

تم تحضير المركبات تبعاً لخطوات طرق العمل المشار اليها و حسب المخطط الآتي : -



المخطط (1) يمثل خطوات تحضير الراتنج الكلابي (3).

أستعمل المركب (1) للحصول على بوليمر كلابي (3) من تفاعل صهر للمركب(1) مع الحامض الأميني (التايروسين) وصولاً الى الترايازول (2) والذي تم بلمرته مع الفينول والفورمالدهايد للحصول على الراتنج الكلابي وكما مبين في المخطط (1).

مناقشة التحضيرات العضوية

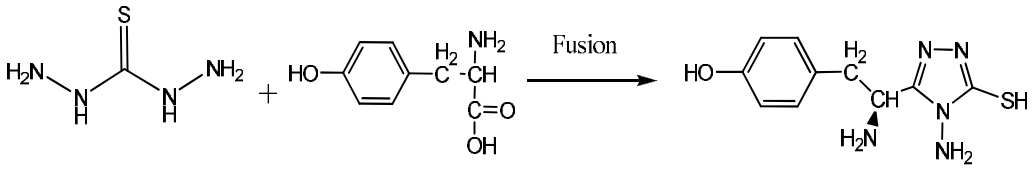
تحضير وتشخيص الثايوكاربوهيدرازايد (1)

تم تحضير الثايوكاربوهيدرازريد (1) من أجراء التصعيد الحراري لمزيج من ثنائي كبريتيد الكاربون والهيدرازين المائي (80%) لمدة 30 دقيقة، حيث تم الحصول على راسب أبيض وبنسبة ناتج 80%، درجة الانصهار للناتج (171 °م)، شخص الناتج عن طريق بعض الخصائص الفيزياوية وبأستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء، حيث أظهر طيف الأشعة تحت الحمراء حزمة عند 1080 سم$^{-1}$عائدة لمط الآصرة C=S بالأضافه الى تردد المط لمجموعة (NH_2) عند (3213 – 3265)سم$^{-1}$وكذلك ظهور تردد الأنحناء لمجموعة (NH_2) عند (1631) سم $^{-1}$.

تحضير المركب : 4– (2–أمينو–2– (2– أمينو–5– مركبتو–4–H– 4،2،1 ترايازول–3–آيل) أثيل) فينول (2): 4-(2-amino-2-(4-amino-5-mercapto-4H-1,2,4-triazol-3-yl)ethyl)phenol

حضر المركب 4– (2–أمينو–2– (2– أمينو–5– مركبتو–4,2,1– ترايازول–3–آيل) أثيل) فينول من مفاعلة الثايوكاربوهيدرازايد مع التايروسين وبنسب مولية متكافئة، حيث سخن المزيج الى الانصهار لمدة 15–20 دقيقة وبأستخدام حمام زيتي حيث جمع، شخص المركب الناتج بأستخدام بعض الخصائص الفيزيائية(اللون ودرجة الأنصهار) وطيف الأشعة تحت الحمراء وطيف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون.

وحسب المعادلة الاتية :



حيث اظهر طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب المحضر حزمتي مط لمجموعة (NH_2) عند (3164 ، 3282) سم$^{-1}$كما ظهر ت حزمة مط اصرة (C=C) الأروماتية عند (1558) سم$^{-1}$ وأظهر الطيف أيضا حزمة مط لمجموعة (C-N) في المنطقة (1018) سم$^{-1}$ ، كذلك أظهر الطيف حزمة مط لمجموعة (S-H) في المنطقة (2630) سم$^{-1}$ بالإضافة إلى ذلك اظهر الطيف حزمة مط لمجموعة (C=N) ضمن المدى (1639) سم$^{-1}$ وحزمة مط لمجموعة (C-H) الأروماتية عند (3089) سم$^{-1}$، وكانت الاطياف مطابقة للادبيات[17] .

تحضير البوليمر الكلابي (3) (بوليمر فينول – فورمالديهايد)

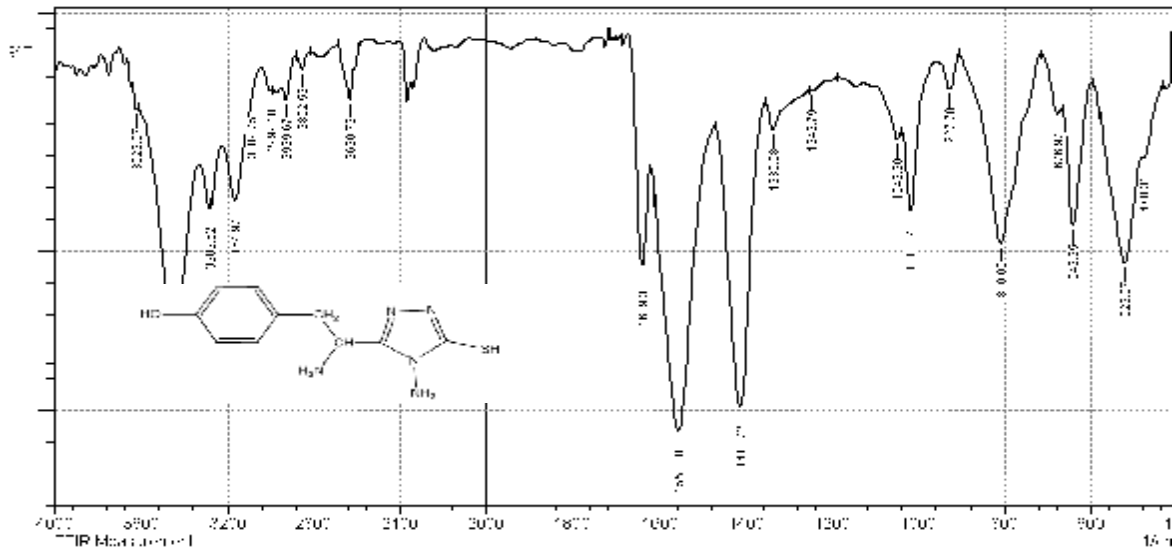
مزج الترايازول المحضر والتايروسين مع الفينول وأضيف إلى المزيج كمية مناسبه من الفورمالديهايد و رفعت الدالة الحامضية إلى(10–pH= 10.5) باستعمال محلول هيدروكسيد الصوديوم ثم صعد المزيج لحين الحصول على مادة هلامية لزجة بنيةمحمر ه ثم قسي البوليمر بدرجة حرارة مناسبة ، طحن البوليمر الناتج ثم غُسل بمحلول مخفف من حامض الهيدروكلوريك ثم بالماء اللاأيوني ثم جفف، للحصول على البوليمر (3).

تم تشخيص البوليمر المحضر (3) بواسطة طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) ، إن أطياف الأشعة تحت الحمراء للبوليمرات بشكل عام تمتاز

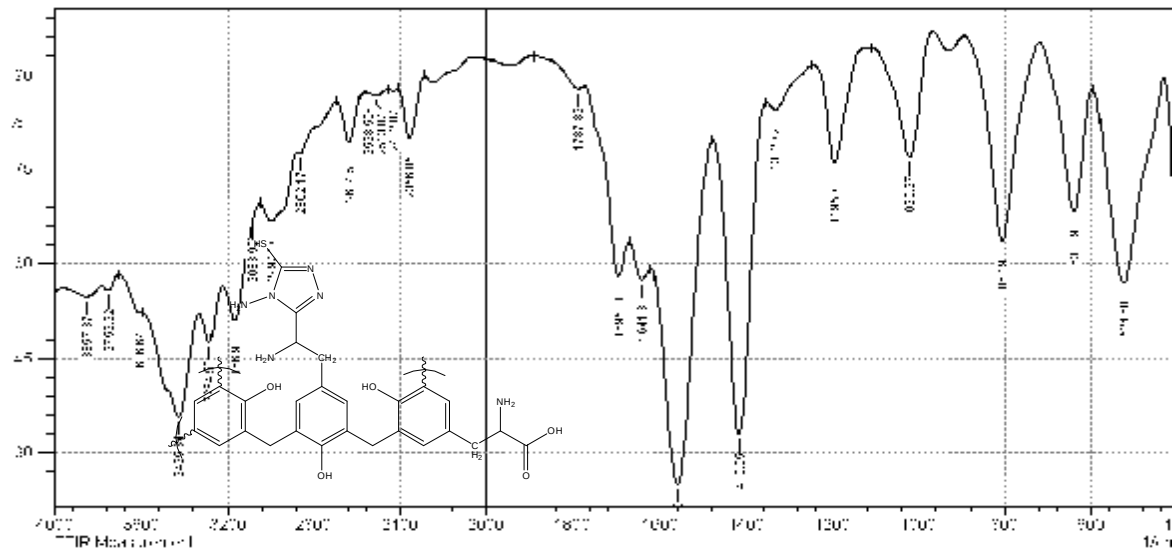
بكونهـا أقـل وضـوحاً مـن أطيـاف المركبـات العضـوية العاديـة أو المـونمرات وذلـك لتـداخل الحـزم وتكـرار السلاسـل البوليميريـة مختلفـة الطول ، وبشكل عام يمكن توضيح الحزم التي تم الحصول عليها من أطياف الأشعة تحت الحمراء للبوليمرات الكلابية المحضرة في الجدول (1) :

الجدول رقم(1) : حزم الإمتصاص لطيف الأشعة تحت الحمراء للترايازول والبوليمر الكلابي المحضر

Comp.No.	IR , (KBr), cm^{-1}								
	υOH	υNH_2	υCH_2 aliphatic	υC=C aromatic	υC=N	υC=O	υ(=C-H) aromatic	υS-H	υ C-O
2	3429	3282 3164	2929 2852	1558	1639	----	3089	2630	1043
3	3426	3166 3284	2997	1468 1572	1641	1696	3083	2634	1195



الشكل (3) طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (2)



الشكل (4) طيف الأشعة تحت الحمراء للبوليمر الكلابي (3)

مناقشة أطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}HNMR) وللكاربون (^{13}C NMR)

Discussion of nuclear Magnetic resonance of Proton and Carbon 13 Spectrum .

تم دراسة أطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}HNMR) باستخدام DMSO كمذيب ، وكان القياس بوحدات δ القياسية وعبر عنها بالجزء من المليون (p.p.m) .

أجريت التحاليل للمركبات المحضرة لدعم مسار التحضير للبحث. وقد توافقت نتائج تحليل الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}HNMR) والكاربون (^{13}CNMR) مع تلك في أطياف IR و كالأتي:

طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}HNMR) للمركب (2)

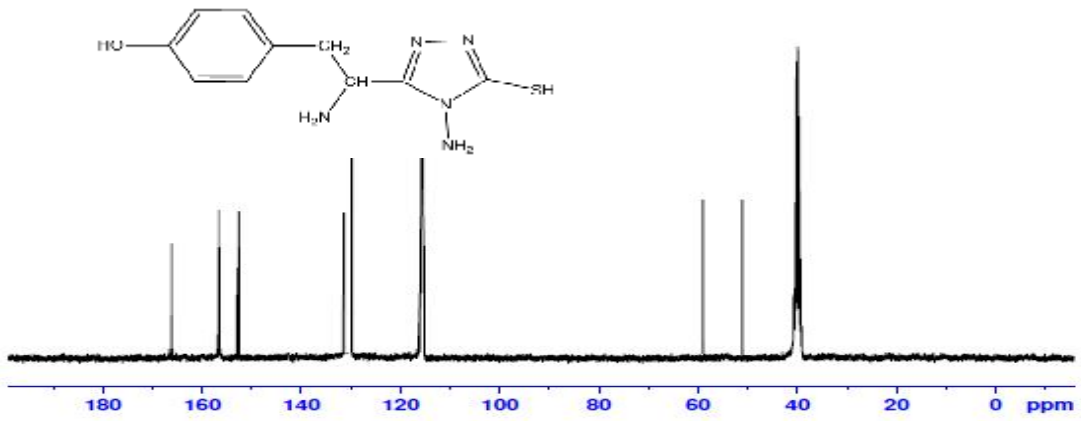
أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}HNMR) للمركب حزمة منفردة عند (13.67) جزء من المليون تعود إلى بروتونات مجموعة الثايول وكذلك عند 5.34 جزء من المليون تعود إلى بروتون مجموعة الهيدروكسيل وظهور ثلاث حزم متعددة ضمن المدى (5.52-5.73) و(6.73-7.44) و(4.12-3.52) جزء من المليون تعود إلى بروتونات مجموعتي الامين والحلقة الاروماتية والمجاميع الاليفاتية على الترتيب .

طيف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون13 (^{13}C NMR) للمركب (2)

أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون (^{13}C-NMR) حزمة عند (40) جزء من المليون تعود إلى المذيب DMSO ،و حزمة عند الموقع (52) جزء من المليون تعود لكاربون مجموعة CH_2 ، وظهور حزمة عند الموقع (58) جزء من المليون تعود لكاربون مجموعة (CH)، وظهور حزمة عند الموقع (116) جزء من المليون تعود إلى ذرات الكاربون في الموقع أورثو بالنسبة لمجموعة الـ (OH) المرتبطة بالحلقة الأروماتية ، وظهور حزمة عند الموقع (130) جزء من المليون تعود إلى ذرات الكاربون في الموقع ميتا بالنسبة لمجموعة الـ (OH) المرتبطة بالحلقة الأروماتية ، وظهور حزمة عند الموقع (133) جزء من المليون تعود إلى ذرة الكاربون في الموقع بارا بالنسبة لمجموعة الـ (OH) المرتبطة بالحلقة الأروماتية ، وظهور حزمة عند الموقع (153) جزء من المليون تعود إلى ذرة كاربون الترايازول المرتبطة بمجموعة(CH)، وظهور حزمة عند الموقع (157) جزء من المليون تعود إلى ذرة الكاربون للحلقة الأروماتية المرتبطة بجموعة الـ (OH) ، وظهور حزمة عند الموقع (166) جزء من المليون تعود إلى ذرة كاربون حلقة الترايازول المرتبطة بمجموعة الثايول SH-. يلاحظ جدول(2)و الشكل (5).

جدول (2) نتائج أطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}H-NMR) والكاربون(^{13}C-NMR) لبعض المركبات المحضرة

Comp. No	Spectrum , d , p.p.m , 300MHz
1	**^{1}H-NMR**) 13.67 (S, 1H,SH), 5.34 (S, 1H, OH), 5.52-5.73 (m ,4H,NH_2) ,6.73-7.44 (m,1H,Ar-H) ,4.12-3.52 (m,CHaliph)
2	**^{13}C-NMR)** 52 (d, 2H, CH_2), 58 (t, 1H, CH) , 116-157 (C-Ar), 153 (C-N) , 166 (C-S)



الشكل (5) طيف االرنين النووي المغناطيسي للكاربون للمركب (2)

الدراسة التطبيقية

دراسة كفاءة البوليمر الكلابي(3)

تعتبر دراسة كفاءة البوليمرات الكلابية من الدراسات المهمة في الكيمياء التحليلية ، وهي تتضمن كفاءة وقابلية تحميل هذه البوليمرات بأيونات العنصر مع دراسة العوامل المؤثرة على كفاءة الارتباط الأيوني من حيث زمن المعاملة والدالة الحامضية ودرجة الحرارة وحجم المحلول المستخدم وعوامل أخرى تتعلق بالأيونات المدروسة نفسها مثل حجم الأيون وشحنته وغيرها ، وهي عوامل تشترك فيها البوليمرات الكلابية مع راتنجات التبادل الأيوني [18] ، وهناك تقنيات عديدة لدراسة كفاءة البوليمرات الكلابية مثل الطرائق اللونية ، وطرائق التوصيل الكهربائي للمحاليل ، وطرائق التسحيح التقليدية غير ان أفضل

التقنيات المستخدمة لهذا الغرض هي مطيافية الإمتصاص الذري اللهبي ، وهي ما تمسلُتخدامه في هذه الدر اسة .

لقد أوضحت بعض المصادر[19] ان سلوك الكواشف العضوية في محاليلها من حيث قابليتها على تكوين معقدات مع الأيونات الفلزية يختلف عن سلوك الكواشف نفسها عندما تكون جزء من تركيب شبكة بوليمرية (أي عندما تكون مسندة الى راتنجات بوليمرية) .

دراسة انتقائية الراتنج تجاه العنصر

تم تقدير السعة القصوى لتحميل الراتنجات تجاه العنصر المدروسة عند زمن المعاملة القصوى، وهو عادة 24 ساعة وعند أعلى دالة حامضية لمحلول أيون الفلز، والتي يكون فيها المحلول رائقاً وغير متعكر وفي درجة حرارة المختبر. وتُعد هذه الظروف المثلى المستخدمة لدراسة انتقائية الراتنجات الكلابية حسب بعض المصادر[18]. وتتم العملية بمعاملة 0.1 غم من الراتنجات مع عدد من محاليل أيونات العنصر ذات تركيز 100 جزء بالمليون كل على انفراد لمدة 24 ساعة وفي أعلى دالة حامضية لمحلول أيونات العنصر بعدها تتم عملية ترشيح المحاليل وتجرى عملية قياس التركيز لكل أيون في الراشح بوساطة مطيافية الامتصاص الذري لمعرفة كمية الأيونات المرتبطة المختلفة مع الراتنجات المدروسة .

الكفاءة التحليلية والعوامل المؤثرة عليها

بعد تحديد انتقائية الراتنج للأيونات المدروسة وتحديد السعة القصوى للتحميل مع مختلف الأيونات المشمولة لهذه الدراسة يجب تحديد العوامل المؤثرة على السعة القصوى للتحميل، والتي تعرف (بأنها أكبر كمية مسحوبة من أيونات العنصر المدروس عند الظروف المثلى ويُعبر عنها بوحدات ملغم أيون / غم راتنج)[20].

دراسة العوامل المؤثرة على سعة التحميل للراتنج المحضر

هناك العديد من العوامل التي تؤثر على سعة التحميل الكلية للراتنج، وأهم هذه العوامل هي زمن المعاملة مع الراتنج، والدالة الحامضية لمحلول الأيونات المدروسة، وحجم محلول الأيونات، ووزن الراتنج وشحنة الأيونات المدروسة بالإضافة إلى درجة الحرارة وأخيراً تركيز محلول الأيونات ، غير إنّ أغلب الدراسات[21]تشير إلى أنّ أكثر العوامل تأثيراً هما زمن المعاملة والدالة الحامضية لمحاليل الأيونات المدروسة، وعلى هذا الأساس تم دراسة زمن المعاملة والدالة الحامضية بعد تثبيت العوامل الأخرى مثل حجم المحلول ودرجة الحرارة ووزن الراتنج المستخدم.

تأثير زمن المعاملة في سعة تحميل الراتنجات

تم دراسة تأثير زمن المعاملة للراتنج مع محاليل الأيونات المدروسة كلاً على حده بعد تثبيت بقية العوامل الأخرى المؤثرة، وبشكل خاص حجم المحلول والدالة الحامضية إذ تمت معاملة 0.1 غم من الراتنج مع 10 مللتر من محلول أيونات العنصر بتركيز 100 جزء بالمليون لفترات زمنية مختلفة تراوحت بين 1 ساعة حتى 24 ساعة ومن ثم تم حساب تركيز الأيونات المرتبطة بالراتنج.

تأثير الدالة الحامضية pH في سعة تحميل للراتنجين

تمت دراسة تأثير الدالة الحامضية على سعة التحميل من خلال معاملة 10مللتر من محلول الأيون قيد الدراسة لفترات زمنية معينة عند كل دالة حامضية مدروسة مع 0.1غم من الراتنج . إنّ أعلى سعة تحميل لأغلب الأيونات تكون عند أعلى دالة حامضية لمحلول الأيون قيد الدراسة.

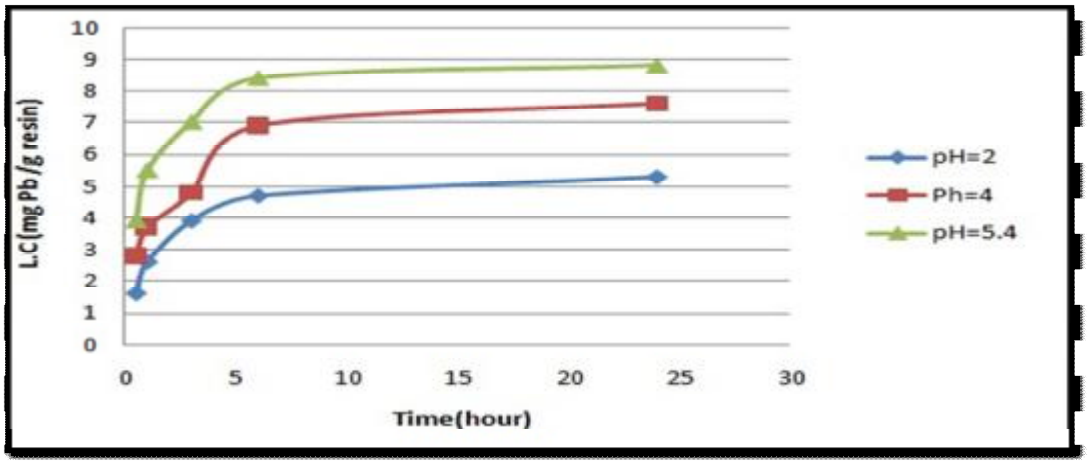
دراسة الكفاءة التحليلية للبوليمر الكلابي المحضر

استخدمت طريقة الوجبة في دراسة الكفاءة التحليلية للبوليمر تجاه عدد من الأيونات التي تمت دراستها والتي تشمل (Pb^{2+},Ni^{2+},Cu^{2}, Cr^{3+},) وتم تعيين تركيز الأيونات في هذه المحاليل بواسطة تقنية مطيافية الأمتصاص الذري حيث رج 10 مللتر من محلول الأيون المدروس ذي تركيز 100 جزء بالمليون مع 0.1 غم من الراتنج لمدة 24 ساعة ، وقد أبدت الأيونات (Pb^{2+} ,Cu^{2+},) استجابة كبيرة تجاه البوليمر في حين أظهرت ايونات (Ni^{2+}, Cr^{3+},) استجابة واطئة جداً ، لذلك درست ايونات (Pb^{2+}) بالتفصيل . الجدول (3) يبين عدد مليغرامات أيونات (Pb^{2+}) المسحوبة من قبل (0.1 غم) من البوليمر كدالة للزمن في دوال حامضية مختلفة.

جدول (3) : عدد مليغرامات أيونات النحاس (Pb^{2+}) المسحوبة من قبل (0.1 غم) من الراتنج الكلابي (2) كدالة للزمن في دوال حامضية مختلفة

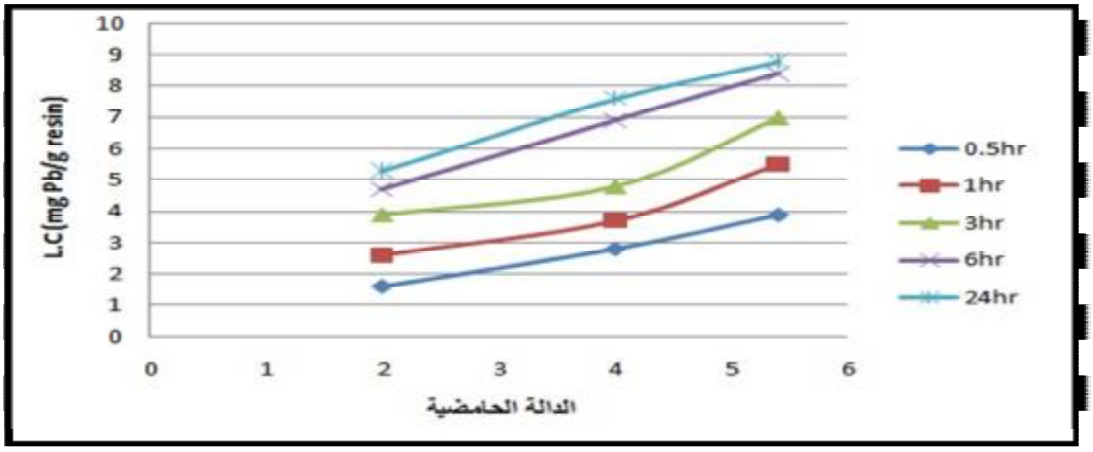
Ions	pH	Capacity mg/g resin				
		Time(hour)				
		0.5	**1**	**3**	**6**	**24**
Pb^{2+}	**2**	1.6	2.6	3.9	4.7	5.3
	4	2.8	3.7	4.8	6.9	7.6
	5.4	3.9	5.5	7.0	8.4	8.8

أولاً: تأثير زمن المعاملة في السعة القصوى لتحميل البوليمر



الشكل (1) : عدد مليغرامات أيونات (Pb^{2+}) المسحوبة من قبل (0.1غم) من البوليمر كدالة للزمن في دوال حامضية مختلفة

ثانياً: تأثير الدالة الحامضية على الكفاءة التحليلية للبوليمر



الشكل (2) : يبين تأثير الدالة الحامضية على سعة التحميل للبوليمر لأيون الرصاص في أزمان معاملة مختلفة

نستنتج من الأشكال البيانية (1) و(2) أن أيون الرصاص أفضل دالة حامضية لـه في السعة القصوى لتحميل البوليمر الكلابي (22) هي (pH = 6) ، ونستنتج من الشكل (2) إن أيون الرصاص أفضل دالة حامضية لـه في السعة القصوى لتحميل البوليمر هي (pH = 2) .

References

1) A. P. Williamson, T. Green chemistry: theory and practice (1998).
2) G. Wilkinson, R.D. Gillard and H.A. Melenaty. "Comprehensive Coordination Chemistry", Pergamon Press, Oxford, England, 1st ed., Vol. II. (1987).
3) A. Loupy, Ed. Microwaves in Organic Synthesis, 2nd ed.; Wiley – VCH Weinheim, Germany (2006).
4) B. S.Gary, R. K. Sharma, *Micro chem*. (1999).
5) I.J. Sallomi and W.A.G. Alzeadan, "Synthesis of some macrocyclic complexes. Part (I)", *J. Edu. And Sci*., 16, 18 (1995).
6) E.M. Moyer, and J.S. Fritz, *Anal. Chim. Acta*, 41, 175 (1968).
7) J.P. Riley; D. Taylor, *Anal. Chem. Acta*. 40, 479(1968).
8) M.M. Jones; G. Nyssen, *J. Inorg. Nucl. Chem.* 40, 1235 (1978).
9) F. Vernon, *J. Chem. Ind.* 634(1977).
10) J.P. Riley; D. Taylor, *Anal. Chem. Acta*.40, 479(1968).
11) R.A.A. Muzzarelli, G. Marcotrigiano, *Talanta*, 14, 305 (1967).
12) A. Alelah; M. Chapman, *J. Appl. Polym. Sci*.93 (1990).
13) H. Binglin, *Progress in Nature Scince* 6501, (1991).
14) S.J. Higgins, *Chem. Soc. Rev.* 26, 247(1997).
15) Ann A. and Karakash S., Indian J. of org. Chem. Vol. 6, No. 10, (2008).
16) A.S. Hameed, "M.Sc. Thesis", College of Science, Sadam University, (1997).
17) R.M. Silverstein, "Spectrometric Identification of Organic Compounds" 7th ed. (1998).
18) I.M. Kamal, S.A. Niema, A. T. Al-samaraie , Basrah , J. for Eng. Sci. , 1 , 1 , 377-388,(2000).
19) E. Bayer, "Angew-Chem" 76, (1964).
20) H. Maeda and H. Egawa , Anal. Chem. Acta., 162,339,(1984).
21) A. A. Abd Al-Wahid, M. Sc. Thesis, Basrah University, Iraq (2002).
22)

Professional preparation of tyro 1,2,4-triazole resin and studying its applications in the field of chelating ability towards polluted Pb element.

Gazwan Hassan Abdel Wahab Al-Somaidaie[1], Hana Caean Salih[2]

[1] *Department of Chemistry , Faculty of Education , University of Tikrit , Tikrit , Iraq*

[2] *Department of Chemistry , Faculty of Science , University of Tikrit , Tikrit , Iraq*

(Received: 25 / 9 / 2012 ---- Accepted: 24 / 12 / 2012)

Abstract

In the present study, hydrazine derivative has been synthesized. Its Thiocarbohydrazide (1) from the condensing of carbon disulfide and hydrazine hydrate.

Compound 4-(2-amino-2-(2-amino-5-mercapto-1,2,4-triazole-3-yl(ethyl) phenol was synthesized through the hydrophilic environment reaction (with out solvent) ,that is ,thermal fusion reaction between thiocarbohydrazide and tyrosine materials. Also, the chelating resin (3) was prepared from the condensation reaction of compounds 4-(2-amino-2-(2-amino-5-mercapto-4-H-1,2,4-Triazole-3-yl)ethyl) phenol and Tyrosine with phenol and formaldehyde solution in presence of sodium hydroxide under refluxing conditions.

The structures of the prepared compounds were characterized (identified) by using FT-IR (infrared) , 1H – NMR,13C-NMR proton ,carbon nuclear magnetic resonance) spectra for some of them.

The analytical professional for the prepared chelating resin (3) which carrying the compound 4-(2-amino-2-(2-amino-5-mercapto-4-H-1,2,4-Triazole -3-yl)ethyl) phenol and Tyrosine was studied by using one meal method on the transition Pb ion (Pb+2) through the evaluating the effect of dealing(treatment) time and PH on the carrying capacity of the resin with fixing the other factors like temperatures, concentration of the studied ion and the amount of resin. The results of max. loading capacity results for ion on the resin as illustrated in figures (1,2) and after the studying ,it was found that the carrying capacity increasing with increasing the time annealing.