P- ISSN 1991-8941 , E-ISSN 2706-6703
2015 ,(9), (3) :201-208

(*JUAPS*) **مجلة جامعة الانبار للعلوم الصرفة**

Open Access

تحضير وتشخيص مشتقات ١، ٦ – ثنائي – O – أستر – D – كالكتيتول ودراسة إمكانية استخدامها منظفات ومستحلبات

نبيل ياسين جمعة **خالد خليل عادي**

جامعة الأنبار – كلية التربية للعلوم الصرفة

معلومات البحث:

تاريخ التسليم: ٢٠١٣/٠٠/٠٠
تاريخ القبول: ٢٠١٤/٥/٦
تاريخ النشر: / / ٢٠٢٢

DOI: 10.37652/juaps.2015.127649

الكلمات المفتاحية:

مشتقات١، ٦– ثنائي– O – أستر – D – كالكتيتول ، منظفات ، مستحلبات ، تحضير ، تشخيص.

الخلاصة:

تضمن البحث تحضير وتشخيص مشتقات أسترية جديدة لـ D– كالكتيتول على الموقعين (C_1 و C_6) بمفاعلة الكالكتيتول مع استرات الحوامض الدهنية النقية (بيوتارات المثيل، هكسانوات المثيل، اوكتانوات المثيل، نونانوات المثيل، ديكانوات المثيل، لورات المثيل، بالمتات المثيل، ستيارات المثيل) للحصول على مركبات ١، ٦- ثنائي- O- استر- D - كالكتيتول (A-H) وكذلك مع الكليسريدات الثلاثية الخام (زيت الزيتون، زيت بذرة الكتان، زيت زهرة الشمس، زيت جوز الهند، زين الذرة، زيت القطن، زيت الخروع، زيت فول الصويا، زيت النخيل، زيت السمسم، زيت الفستق، زيت الصنوبر) للحصول على مزيج من مركبات الاسترات١، ٦- ثنائي- O - استر- D - كالكتيتول (I –T). تم تحضير هذه المركبات بطريقة الاسترة المتبادلة، وتمت متابعة سير التفاعلات بتقنية كروموتوكرافيا الطبقة الرقيقة (T.L.C). شخصت المركبات المحضرة طيفيا بتقنية (FT–IR) و (^{1}H - NMR) وتم تحليل عناصرها بتقنية (C.H.N.S). كما تضمن البحث دراسة بعض الخواص الفيزيائية للمركبات الاسترية المحضرة مثل قياس الرغوة والشد السطحي لمعرفة امكانية استخدام هذه المركبات كمنظفات او عوامل استحلاب، حيث اظهرت الدراسة امتلاك هذه الاسترات خواص تنظيفية واستحلابية جيدة.

المقدمة :

الاسترات مركبات عضوية معروفة وهي من مشتقات الاحماض الكاربوكسيلية صيغتها ($R-\overset{O}{\overset{\|}{C}}-OR$) والقانون العام لها ($C_nH_{2n}O_2$) قد تكون R اما اليفاتية او اروماتية او قد تكون دهنية اى تكون (C_n) بين (٨– ٢٢) ذرة ، ان تفاعل الاسترة المتبادلة مصطلح عام يستخدم لوصف صنف مهم من التفاعلات العضوية حيث ان الاستر المتفاعل يحول الى استر اخر نتيجة تبادل جذر الالكوكسي السالب[١]. يؤدي تفاعل الاسترة المتبادلة (Transesterification) للسكريات الكحولية مع استرات الحوامض الدهنية النقية اوالكليسريدات الثلاثية الى تكوين الاسترات السكرية ويحصل هذا التفاعل اما باستخدام المحفزات الانزيمية او المحفزات الكيميائية (في الوسط الحامضي او الوسط القاعدي)[٢].

* Corresponding author at: University of Anbar - College of Education for Pure Sciences .E-mail address:

ان الاختلاف في فعالية مجاميع الهيدركسيل للسكريات الاحادية يعزى الى الاختلاف بتوزيعها الفراغي مما يسمح بأجراء تفاعلات انتقائية لها في ظروف تفاعل مسيطر عليها ، حيث تمت دراسة الانتقائية الفراغية لمجموعتي الهيدروكسيل الاوليتين C_1 وC_6 في جزيئة الكلوسيتول والحصول على مشتقات استر مختلفة[3]. وبتحديد كمية القاعدة المراد استعمالها مع تحديد كمية الاستر المتفاعل يمكن السيطرة على تفاعل الاسترة المتبادلة بحيث يكون الناتج استرة مجموعتي الهيدروكسيل الاوليتين فقط[4] . ففي عام ٢٠٠٠ استطاع دزولكيفلاي (Dzulkefly) وجماعته[٥] تحضير (١– احادي O – اسيل – ٢ , ٣ , ٤ , ٦ – رباعي اسيتابل– D – كلوكوبايرانوز) و(١ , ٦ – ثنائي – O – أسيل – ٢ , ٣ , ٤ – ثلاثي اسيتايل – D – كلوكوبايرانوز) من تفاعل استرات المثيل للحوامض الدهنية مع (كلوكوز خماسي الاسيتيت) بطريقة الاسترة المتبادلة وباستخدام معدن الصوديوم كمحفز ، وتميزت هذه المشتقات بأنها فعالة سطحياً ، وتستخدم مستحضر تجميل ومستحضر دوائي . وتمكن ليون (Leon) وجماعته[6] في عام ٢٠٠٨ من تحضير استرات دهنية للنشأ بمفاعلة استرات الاحماض الدهنية (للستياريك والبالمتيك) بوجود

كاربونات الصوديوم (Na_2CO_3) محفزاً كيميائياً وبطريقة الاسترة المتبادلة ، حيث تمكن من الحصول على (٢- احادي – O – بالميتويل- D- النشأ) و(٢- احادي – O- ستيارول – D- النشأ) وأستخدمت الأسترات المحضرة كمركبات فعالة سطحياً. وعام ٢٠١٢ تمكن العالم اكزن (Xin) وجماعته[7] من تحضير (١- احادي – O – كابريل – D – زايليتول) و (١ , 5 – ثنائي- O- كابريل – D- زايليتول) و (١ , ٣ , ٥ – ثلاثي- O- كابريل – D- زايليتول) من مفاعلة الزايليتول مع حامض الكابريك في نظام خالي من المذيبات وبوجود انزيم اللايبيز كمحفز وقد اظهرت اغلب المركبات المحضرة امتلاكها خواص تنظيفية واستحلابية جيدة.

وفي هذا البحث تم تحضير مركبات ثنائي الأستر لـ D – كالكتيتول بطريقة الأسترة المتبادلة في الوسط القاعدي ، ويفضل الوسط القاعدي محفزاً كيميائياً لأن الاسترة في الوسط الحامضي تكون بطيئة وتحتاج الى طاقة عالية ونسبة الناتج تكون قليلة مقارنة مع الاسترة في الوسط القاعدي التي تكون اسرع ونسبة الناتج تكون كبيرة[8].هذا بالإضافة الى ان استخدام المحفزات الحامضية يؤدي الى تحلل السكريات الاحادية (الخماسية والسداسية) اي فقدان جزيئات الماء عند تسخينها مع الحوامض المعدنية المركزة مثل (H_2SO_4 , HCl) لتؤدي الى تكوين نواتج عرضية غير مرغوب فيها لتنتج الفورفورال وهيدروكسي مثيل فورفورال[9،10]. والمنظفات بصورة عامة من المواد ذات الفاعلية السطحية وهذه المواد هي التي تكون الجزيئات الأساسية للمنظفات او الصابون التي تقلل او تزيد الشد السطحي عند اذابتها في الماء وكذلك تؤثر في الشد بين سائلين غير ممتزجين مثل (الماء والزيت)[11] . فلسلسلة الجزيء الواحد من المركب ذي الفاعلية السطحية نهايتين مختلفتين احداهما جاذبة للماء وهي النهاية الهيدروفيلية (hydrophilic end) او التي تتجه نحو الماء خلال عملية التنظيف والمتمثلة بمجاميع الهيدروكسيل الاربعة لجزيئة الكالكتيتول والنهاية الثانية نافرة من الماء وهي النهاية الهيدروفوبية hydrophobic end)) التي تميل وتنجذب نحو دقائق الدهون والاوساخ العالقة بالنسيج او السطح والمتمثلة بالسلسلة الكاربونية للحامض الدهني المكون للاستر . لذلك فان 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 [12].

الجزء العملي:

سجلت اطياف الاشعةتحت الحمراء Infrared spectra(FT-IR) بجهاز ALPHA BRUKER OPTICS في كلية العلوم – الجامعة الاردنية وجهاز ALPHA SHIMADZU FT- IR في شركة ابن سينا العامة – العراق . سجلت اطياف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H- NMR) Nuclear Magnetic Resonance Spectra بجهاز Avance III- 500MHz , FT-NMR-BRUKER وباستخدام الـ ($CDCL_3$) في مختبرات قسم الكيمياء – كلية العلوم الجامعة الاردنية كما اجريت تحاليل العناصر(C.H.N) للنماذج المحضرة باستخدام جهاز C.H.N.S من نوع – Alemental Analysis EUTO VECTOR EUROA 300 ITALY MODEL 2003 في المختبرات المركزية في جامعة آل البيت في المملكة الاردنية الهاشمية . تمت متابعة سير التفاعلات وسرعة الجريان للمركبات المحضرة باستخدام كروموتوكرافيا الطبقة الرقيقة (T.L.C) وتمت عملية التظهير باستخدام اليود وتم قياس ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة باستخدام اسطوانة مدرجة ومحكمة سعة٥٠ مل كما تم قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة باستخدام طريقة الانبوبة الشعرية ولأربعة تراكيز لكل مركب من المركبات المحضرة .

الطريقة العامة لتحضير ٦,١- ثنائي- O- استر- D- كالكتيتول بطريقة الاسترة المتبادلة بين استرات الحوامض الدهنية النقية والكالكتيتول (H- A):

اذيبت كمية معينة من (الكالكتيتول : كاربونات الصوديوم) بنسبة مولية (١ : ٢) في حجم معين من مذيبN , N –ثنائي مثيل فورمايد (DMF) واضيفت اليه كمية معينة من استر الحامض الدهني الأحادي بنسبة (٢:١) مول (كالكتيتول : استر دهني احادي) مع التحريك عند درجة حرارة الغرفة ، ثم سخن المزيج مع التصعيد والتحريك المستمر عند درجة حرارة (١٤٠م°) لمدة (٢٤ ساعة) بعدها برد المزيج ثم رشح للتخلص من بيكاربونات الصوديوم المتبقية ، وأستخلص الناتج بالكلوروفورم والماء ولمرة واحدة بنسبة (١:١) تم تبخير طبقة الكلوروفورم وجمع الناتج الجدول (١) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (A – H).

الطريقة العامة لتحضير٦,١- ثنائي-O-استر-D- كالكتيتول بطريقة الاسترة المتبادلة بين الكليسريدات الثلاثية (الزيوت الخام) والكالكتيتول(T-I):

اذيبت كمية معينة من (الكالكتيتول : كاربونات الصوديوم) بنسبة مولية (١ : ٢) في حجم معين من مذيب N , N – ثنائي مثيل فورمايد (DMF) واضيفت اليه وبشكل قطرات كمية معينة من الكليسريد الثلاثي بنسبة (٣ : ٢) وزن (كالكتيتول : كلسريد ثلاثي) سخن المزيج عند درجة حرارة (١٤٠م°) لمدة (٢٤ ساعة) مع التصعيد والتحريك المستمر بعدها برد المزيج ثم رشح للتخلص من بيكاربونات الصوديوم المتبقية واستخلص بالكلوروفورم والماء ولمرة واحدة بنسبة (١:١) تم تبخير طبقة الكلوروفورم وجمع الناتج . والجدول (٢) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج للمركبات (T – I).

قياس ارتفاع الرغوة : -

يوضع (٠.١) غم من الاستر الاحادي مع (١٠) مل ماء مقطر في اسطوانة مدرجة ومحكمة السد سعة (٥٠) مل وبقطر (٣ – ٢.٥) سم بعدها ترج الاسطوانة بشدة لمدة دقيقة واحدة وتترك لمدة دقيقة واحدة لتستقر

الرغوة ثم يقاس ارتفاعها [١٣]، كما في الشكل (١) تم اجراء هذه العملية للأسترات المحضرة باستخدام ماء بدرجة حرارة (٢٥ , ٥٠) م° والجدول (٥) يوضح قياس الرغوة للمركبات المحضرة .

قياس الشد السطحي :-

تغسل انبوبة شعرية ثم تجفف تماما ، وتوضع كمية من السائل المطلوب حساب الشد السطحي له في اناء زجاجي محكم وترتب معدات التجربة كما في الشكل (٢). تثبت درجة حرارة التجربة عند (٢٥) م°، ويسلط ضغط هادئ على السائل وذلك بالنفخ في الانبوبة الثانية وفي النقطة(X)، حتى يرتفع السائل داخل الانبوبة الشعرية (y) الى حد معين ثم يرفع الضغط عن السائل للسماح له بالانخفاض الى مستوى التوازن، يحسب ارتفاع السائل(h) في الانبوبة الشعرية تعاد هذه العملية (النفخ في الانبوبة) اربع مرات ثم يؤخذ معدل القراءات للارتفاع(h) والجدول(٧) يوضح نتائج قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة .تم حساب الشد السطحي للسائل تبعا لما ذكره [١٤ ، ١٥]

النتائج والمناقشة :

اتجهت البحوث الحديثة الى ايجاد طرائق ، أو وضع افكار جديدة لتحضير منظفات غير ايونية قابلة للتفكك الحيوي بفعل البكتريا الى موادها الاولية (Biodegradable) ، والتخلص من المشاكل البيئية الناجمة عن استعمال المنظفات التقليدية ، ومن هنا بدأ الاهتمام الصناعي بعلم الكاربوهيدرات، وتميزت المواد الفعالة سطحياً غير الايونية الجديدة والمعتمدة على الكاربوهيدرات بتطبيقاتها المختلفة وجودتها العالية وقابليتها الكاملة على التفكك الحيوي مقارنة مع المواد الفعالة سطحياً التقليدية التي تعد مبيدات للميكروبات والبكتريا النافعة اللازمة لعمليات التنقية والتحلل الحيوي نتيجة للرغوة الناتجة عن هذه المنظفات والتركيب الكيميائي لها الذي يحول دون تحللها بفعل البكتريا ، وتسببها بمشاكل بيئية[١٦] ، لذلك منحت المواد الفعالة سطحياً الجديدة الفرصة لفتح باب المنافسة للمواد الفعالة سطحياً التقليدية ، مثل كلايكوسيدات الالكيل واميدات الاحماض الدهنية مع السكريات التي تتحلل حيوياً بفعل البكتريا الى حوامض دهنية وسكر كحولي وبالتالي تكون بدائل للمنظفات التقليدية [١٧].

وفي هذا البحث تم تحضير مركبات ثنائية الاستر للكالكتيتول على الموقعين (C_1 و C_6) الطرفية لجزيئة

الكالكتيتول ثمانية منها بشكل نقي من تفاعل الكالكتيتول مع استرات نقية للحوامض الدهنية طويلة السلسلة (بيوتارات المثيل، هكسانوات المثيل، اوكتانوات المثيل، نونانوات المثيل، ديكانوات المثيل، لورات المثيل، بالمتات المثيل، ستيارات المثيل) لنحصل على مركبات ثنائية الاستر للكالكتيتول A–H) واثنتا عشرة منها تم تحضيرها من تفاعل الكالكتيتول مع الكليسريدات الثلاثية الخام (زيت الزيتون، زيت بذرة الكتان، زيت زهرة الشمس، زيت جوز الهند، زيت الذرة، زيت القطن، زيت الخروع، زيت فول الصويا، زيت النخيل، زيت السمسم، زيت الفستق، زيت الصنوبر) للحصول على مزيج من مركبات ثنائية الاستر للكالكتيتول (I –T) .

تم متابعة سير التفاعلات للمركبات المحضرة بتقنية كروموتوكرافيا الطبقة الرقيقة حيث اظهرت اختفاء المواد المتفاعلة وتكوين نواتج جديدة والجدول (8) يوضح معدل سرعة الجريان للمركبات المحضرة . اظهر طيف الاشعة تحت الحمراء (FT– IR) لجميع المركبات المحضرة جدول (٤) حزمة امتصاص عريضة عند المدى ($3433 - 3371 cm^{-1}$) تعود الى مط مجاميع الهيدروكسيل الاربعة الثانوية للسكر ، اضافة الى حزمة امتصاص مط C–H لمجاميع المثيل والمثيلين عند المدى ($2875 - 2850 cm^{-1}$)، ($2954 - 2920 cm^{-1}$) على التوالي مع ظهور حزمة امتصاص مجموعة كاربونيل الاستر عند المدى ($1747 - 1658 cm^{-1}$) مع ظهور الحزمتين المهمتين في تميز الاسترات الاولى عند المدى ($1107 - 1049 cm^{-1}$) والعائدة الى الاصرة C–O والثانية عند المدى ($1276 - 1207 cm^{-1}$) والعائدة الى O–C(O)–C والجدول (٣) يوضح ذلك .

كما تم التأكد من الصيغة التركيبية لمشتقات الكالكتيتول الاسترية المحضرة بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H–NMR) حيث اظهر اشارة ثلاثية تراوحت [(3H)t ٠.٩٢ – ٠.٨٨ = δ] والتي تعود الى مجموعة المثيل الطرفية للسلسلة الهيدروكاربونية كما اظهر اشارة متعددة عند المدى [m , 1.70 – 1.27 =δ] تعود الى $(CH_2)_n$ حيث (n = ٢ ، ٤ ، ٦ ،٧، ٨ ، ١٠ ، ١٤ ، ١٦) على التوالي واظهر الطيف اشارة δ =2.17] 2.54 (2H)t] – تعود الى مجموعة ($O–C(O)–CH_2$)، واشارة ثنائية عند] 3.03(٤H)d – .61 ٢ = δ] تعود الى مجموعتي المثلين السكرية (CH_2) ومجاميع الميثين السكرية (CH) اما اشارة بروتون مجموعة الهيدروكسيل فتراوحت بين[4.40 (4H)s –3.68 = δ] والجدول (٤) يوضح قيم الازاحة الكيميائية (^{1}H–NMR) . تم اثبات الصيغ الجزيئية للمركبات المحضرة النقية (A–H) من خلال تقنية تحليل العناصر الدقيق (C.H.N.S) والتي اظهرت صحة الصيغة الجزيئية للمركبات المحضرة والجدول (٦) يوضح ذلك.

دراسة خاصية ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة :

تم قياس ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة حسب الطريقة الموضحة في الجزء العملي وبدرجة حرارة (٢٥°C ، ٥٠° C) حيث اظهرت القياسات نتائج متفاوتة في ارتفاع الرغوة ماعدا المركب رقم (١) لم يمتلك اى رغوة والسبب في ذلك يعود الى قصر السلسلة الهيدروكاربونية الاسترية المعوضة على الموقعين (١ و٦) لجزيئة الكالكتيتول في حين المركبات (٨،٧،٦،٥،٤،٣،٢) أظهرت نتائج متفاوتة للرغوة تراوحت بين (cm^{-1} ١٦ .٥) – ٠.٤) اعتماداً على طول السلسلة الهيدروكاربونية الدهنية الاسترية R المتصلة بجزيئة الكالكتيتول والتي تؤثر في سلوك الجزيئة كمنظف ، اما

المركبات (٩ ,١٠, ١١, ١٢ , ١٣ , ١٤, ١٥ , ١٦ , ١٧, ١٨ , ١٩, ٢٠) والتي تم تحضيرها من مفاعلة الكالكتيتول مع الزيت الخام فقد اظهرت نتائج جيدة في قياس ارتفاع الرغوة تراوحت بين (٠ .٦ cm – ٨.١٤cm) وذلك حسب طول السلسلة الهيدروكاربونية المكونة للأستر والناتجة من اختلاف نسب مكونات كل زيت من الحوامض الدهنية كما موضح في الجدول (٩) والذي ينتج عنة تكوين مزيج من الاسترات في كل مركب محضر والتي تساعد على تكوين هذه الكمية من الرغوة ان نتائج قياسات ارتفاع الرغوة التي تم الحصول عليها من المركبات المحضرة في هذا البحث كانت اكثر من نتائج المركبات الاسترية السكرية المحضرة في هذا المجال[١٧،١٨] والسبب في ذلك يعود الى ان تعويض مجموعتي استر دهني على السكر الكحولي يعطي رغوه اكثر مقارنة بتعويض مجموعة استر دهني واحده ، الجدول (٥) يوضح قياسات الرغوة للمركبات المحضرة.

دراسة خاصية الشد السطحي للمركبات المحضرة :

تم قياس الشد السطحي للمركبات المحضرة حسب الطريقة الموضحة في الجزء العملي الشكل (٢) حيث اظهرت جميع المركبات قابليتها الكبيرة على خفض الشد السطحي للماء عدا المركب (٢) والسبب في ذلك يعود الى قصر السلسلة الهيدروكاربونية الاسترية المعوضة على الموقعين (C_1 و C_6) لأستر الكالكتيتول . وقد تم استخدام الماء كمرجع للقياس حيث كانت قيمة الشد السطحي للماء المقطر ٧٢ . ٧ dyn/ cm وكانت جميع قياسات الشد السطحي للمركبات المحضرة اقل من قيمة الشد السطحي للماء . ان نتائج قياسات الشد السطحي التي تم الحصول عليها من المركبات المحضرة في هذا البحث كانت قابليتها على خفض الشد السطحي للماء اكثر من نتائج المركبات الاسترية السكرية المحضرة في هذا المجال[١٧،١٨] والسبب في ذلك يعود ايضاً الى ان تعويض مجموعتي استر دهني على السكر الكحولي يعطي خفضاً اكثر للشد السطحي مقارنة بتعويض مجموعة استر دهني واحده والجدول (٧) يوضح نتائج قياسات الشد السطحي لأربعة تراكيز لكل مركب من المركبات المحضرة .

ميكانيكية الفعالية التنظيفية للمركبات المحضرة :

على ضوء نتائج قياسات الشد السطحي وارتفاع الرغوة ومن خلال مقارنة النتائج مع بحوث سابقة في هذا المجال والتي تمتلك فاعلية تنظيفية جيده اثبتت مركبات استرات الكالكتيتول المحضرة قدرتها على التنظيف ، يعزى ذلك الى تركيبها الكيميائي الذي يساعد في تكوين مستحلب مع الزيوت او الشحوم حيث تكون جزيئة الاستر ذات طرفين احدهما مستقطب قابل للذوبان في الماء (hydrophilic) والمتمثل بمجاميع الهيدروكسيل الثانوية الأربعة لجزيئة الكالكتيتول غير المتفاعلة والاخر هيدروكاربوني طويل السلسلة غير قابل للذوبان في الماء (hydrophobic) (المتمثل بسلسلة كاربون الحامض الدهني المكون للأستر) والذي له القدرة على الامتزاج مع الاوساخ المتمثلة بالدهون وبقية المركبات العضوية الأخرى لذلك فأن ميكانيكية عمل استر الكالكتيتول المحضر كمنظف يتم من خلال التبليل الكامل للأوساخ عن طريق استر الكالكتيتول ثم تطويق الاوساخ التي اساسها دهني وسحبها الى الوسط المائي ويتم ذلك من قبل النهاية غير المستقطبة الكارهة للماء (hydrophobic) والمتمثلة بالسلسلة الهيدروكاربونية المكونة للأستر والمعوضة على الموقعين (C_1 و C_6) لجزيئة الاستر المحضر ١، ٦- ثنائي – O – استر – D – كالكتيتول ، بعد عملية التبليل وتطويق الاوساخ والدهون من قبل الجزء الكارة للماء يتم سحب جزيئة الاستر الى الوسط المائي من خلال التآصر الهيدروجيني بين جزيئات الماء ومجاميع الهيدروكسيل الثانوية الاربعة للكالكتيتول وبهذه الطريقة يتم ابقاء الاوساخ في الوسط المائي ومنع عودتها الى السطح المتسخ [١٧، ١٨] :

المصادر

1- J . Otera, (1993). Transesterification. Chem. Rev., 93: 1449 .

2– M. H. Al- Kanbar, Msc. Thesis. University Of Baghdad, (1976).

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

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

5 - K. Dzulkefly, O. J. Olobo, and A. Abdul Manaf, " *Synthesis and Characterizatio of Acetylated Glucose' Fatty Esters From Palm and Palm Kernel Oil Fatty Methyl Esters* " Journal of Oil Palm Research ,vl. 12 , No. 2 ; P: 14-19 , (2000).

6- P. Leon , K . Asaf , J . Hero and M . Robert , Synthesis of Higher Fatty Acid Starch Ester using Vinyl Laurate and Stearate as Reactants, Chemical engineering , vol . 60 , 667- 675 , (2008) .

7- Z. Xin, N. Kaili , W. Meng , L. Luo , L. Kefei, W. Fang , T. Tianwei and Li D. "Site-Specific Xylitol Dicaprate Ester Synthesized By Lipase From Candida sp. 99 - 125 With Solvent -Free System" Journal of Molecular Catalysis B : Enzymatic , vol.89 ; P:61-66,(2012) .

8 - Y. Zhang. M. A. Bube, D. D. Mclean and M. Kates, Bloves Technol, 89(1), 1-16, (2008).

٩ - فهد علي حسين ، هادي كاظم عوض وصبحي صالح العزاوي ، مبادئ كيمياء الحلقات غير المتجانسة الحديثة ١٣١-١٣٢ .

١٠- خولة احمد آل فليح ، مدخل الى الكيمياء الحياتية ، الطبعة الثانية ، جامعة الموصل ، ٤٤-٤٥ ، (٢٠٠٠) .

11 - M. Rosen, Surfactan and Interfacial Phenomena. 3rd Ed. 2004, Hoboken: John Wily and Sons.

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

13- A. Hughes and Baak, W. Lew, J. Am. oil chem. Soc., vol. 47 ; P: 162 – 168 , (1970) .

14 – M. Robert, Silverstein , spectrometric identification of organic compound , pp, 106 . Canada . 4th Ed. John wiley & Sons , Inc (1981) .

15 - Catherine Fayet , *Carbohydrate Res* ., 303 , 159 – 164 , (1997) .

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

١٧ - K. Hill, *Carbohydrate in Europe*, vol. 18 , 20 , October (1997).

18 - R. Thornton Morrison and R. Neilson Boyd, Organic chemistry, Third edition , pp.682 – 683.

19 - Y. A. Al – Fatahi, N. Y. Al – hiti and A. H. Al – janabi, journal of AL – Anbar University for pure science, 4 (1) 108 -115, (2010).

20 - N. Y. Al – hetee and M . A. Al –jumaly, Journal of AL –Anbar of Vetrinary University Sci., 4, 201–212, (2011).

جدول (١) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج وبعض الخواص الفيزياوية للمركبات المحضرة (A–H)

رقم المركب		A	B	C	D	E	F	G	H
بعض الخواص الفيزيائية	لون المركب	عديم اللون	عديم اللون	عديم اللون	عديم اللون	عديم اللون	عديم اللون	عديم اللون	عديم اللون
	طبيعة المركب	سائل	سائل	سائل	سائل	سائل	سائل	سائل	سائل
ناتج المركبات المحضرة	%	91	83.89	89.3	80.7	75.28	93.71	93.71	93.71
	وزن (g)	1.91	3.48	4.26	4.10	4.05	59	59	59
حجم المذيب (ml)		50	50	60	60	60	60	60	60
استر الحامض الدهني	عدد المولات	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196
	وزن (g)	2.243	2.86	3.475	3.783	4.091	4.707	6.027	6.555
	الأستر المستخدم	Methyl Butyrate	Methyl Hexanoate	Methyl Octanoate	Methyl Nonanoate	Methyl Deconoate	Methyl Laurate	Methyl Palmitate	Methyl Stearate
كاربونات الصوديوم	عدد المولات	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196	0.02196
	الوزن / غم	2.328	2.328	2.328	2.328	2.328	2.328	2.328	2.328
D – كالكتيول	عدد المولات	0.01098	0.01098	0.01098	0.01098	0.01098	0.01098	0.01098	0.01098
	الوزن/ غم	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0

جدول (٢) يوضح الكميات والحجوم المستخدمة ونسبة الناتج وبعض الخواص الفيزياوية للمركبات المحضرة (I-T)

رقم المركب		I	J	K	L	M	N	O	P	Q
بعض الخواص الفيزيائية للناتج	لون المركب	ابيض مصفر	بني مسمر	ابيض مصفر	اصفر مشرق	ابيض مصفر	اصفر داكن	اصفر مشرق	اصفر داكن	بني
	طبيعة المركب	عجينة جافة	عجينة لزجة	عجينة جافة	عجينة لزجة	عجينة جافة	عجينة لزجة	عجينة جافة	عجينة لزجة	عجينة لزجة
نتائج المركبات المحضرة	%	63.38	83.56	49.71	49.16	53.50	63.90	38.87	69.75	85.27
	الوزن (g)	7.411	9.661	5.78	4.46	6.22	7.43	4.75	8.11	9.24
حجم المذيب (ml)		٦٠	٦٠	٦٠	٦٠	٦٠	٦٠	٦٠	٦٠	٦٠
وزن الكليسريد الثلاثي (g)		2	2	2	2	2	2	2	2	2
اسم الكليسريد الثلاثي		Olive Oil	Flax Seed Oil	Sun Flower Oil	Coconut Oil	Corn Oil	Cotton Oil	Castor Oil	Soybean Oil	Palm Oil
كاربونات الصوديوم	عدد المولات	0.0329	0.0329	0.0329	0.0329	0.0329	0.0329	0.0329	0.0329	0.0329
	الوزن/ غم	3.4895	3.4895	3.4895	3.4895	3.4895	3.4895	3.4895	3.4895	3.4895
D– كالكتيول	عدد المولات	0.01646	0.01646	0.01646	0.01646	0.01646	0.01646	0.01646	0.01646	0.01646
	الوزن / غم	3	3	3	3	3	3	3	3	3

P- ISSN 1991-8941 , E-ISSN 2706-6703
2015 ,(9), (3) :201-208

(*JUAPS*) مجلة جامعة الانبار للعلوم الصرفة

Open Access

Com.	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P
υ O-H cm^{-1}	3412	3398	3375	3394	3280	3398	3398	3533	3404	3367	3390	3390	3371	3349	3394	3371
υ CH_2 cm^{-1}	2958	2954	2920	2923	2932	2954	2954	2920	2922	2924	2920	2924	2920	2920	2920	2920
υ CH_3 cm^{-1}	2875	2862	2820	2852	2852	2850	2850	2850	2851	2854	2850	2854	2850	2850	2850	2850
υ =CH cm^{-1}	-	-	-	-	-	-	-	-	3008	3012	3012	-	3012	3008	3008	3008
υ C=O cm^{-1}	-	1650	1743	1743	1728	1747	1747	1724	1741	1735	1650	1739	1658	1654	1716	1735
υ C=C cm^{-1}	-	-	-	-	-	-	-	-	1561	1562	1562	1616	-	1639	1562	1562
$(CH_2)_4$ Rock cm^{-1}	٧٠٠	٧٢٧	٧٢١	٦٤٧	٧٢٢	٧١٧	٧١٧	٧٥٩	723	721	698	725	721	721	721	698
Seci cm^{-1} $(CH_2)_4$	1417	١٤٦٠	1462	١٤٦٥	١٤٦٠	١٤٦٠	١٤٦٠	١٤٦٠	1451	1446	1446	1455	1446	1446	1446	1446

جدول (3) حزم امتصاص الاشعة تحت الحمراء (FT- IR) للمركبات المحضرة (A-T)

T	S	R	Q
3404	3392	3375	3379
2922	2920	2924	2924
2850	2850	2854	2854
3006	3000	3008	3008
1741	1644	1735	1735
1561	1644	1627	1562
1255 – 1080	-	1253 – 1049	1276 – 1049
723	668	721	721
1451	1445	1446	1446

T	S	R	
3	3	3	
0.01646	0.01646	0.01646	
3.4895	3.4895	3.4895	
0.0329	0.0329	0.0329	
Pin Oil	Peanut Oil	Sesame Oil	
2	2	2	
٦٠	٦٠	٦٠	
5.43	3.7	3.6	
46.44	31.65	30.79	
عجينة جافة	عجينة جافة	عجينة نزجة	
بني غامق	ابيض مصفر	اصفر داكن	

جدول ٤ قيم الإزاحة الكيميائية H – NMR١ لبعض المركبات المحضرة

Comp.	CH_3	$(CH_2)_n$						
B	0.91-0.92 (t)	1.27-1.66 (m)	2.31-2.54 (t)	2.72-3.03 (d)	3.69 (m)	3.82-4.33 (s)	X	X
E	0.88-0.91 (t)	1.28-1.64 (m)	2.19-2.40 (t)	2.82-3.03 (d)	3.69 (m)	4.34-4.40 (s)	X	X
F	0.88-0.90 (t)	1.27-1.64 (m)	2.30-2.35 (t)	2.95-3.01 (d)	3.53 (m)	3.68 (s)	X	X
G	0.88-0.91 (t)	1.27-1.65 (m)	2.17-2.33 (t)	2.82-3.02 (d)	3.53 (m)	3.68 (s)	X	X
I	0.90 (t)	1.29-1.70 (m)	2.03-2.38 (t)	2.61-٣.02 (d)	3.46-3.71 (t)	3.98 – 4.10 (s)	5.36(m)	4.19(m)
O	0.90 (t)	1. 28-1.62 (m)	2.06-2.3 ٢(t)	2.79-3.02 (d)	3.64-3.72 (t)	3.98– 4.22 (s)	5.37(m)	4.90(m)

جدول(5) يوضح قياسات ارتفاع الرغوة للمركبات المحضرة (A-T)

المركب	ارتفاع الرغوة بدرجة حرارة 25˚C	ارتفاع الرغوة بدرجة حرارة 50˚C	المركب	ارتفاع الرغوة بدرجة حرارة 25˚C	ارتفاع الرغوة بدرجة حرارة 50˚C
A	No foam	No foam	K	14.0 cm	14.8 cm
B	0.4 cm	0.5 cm	L	0.7 cm	0.9 cm
C	1.0 cm	1.5 cm	M	12.0 cm	14.5 cm
D	12.5 cm	16.5 cm	N	13.0 cm	14.5 cm
E	6.5 cm	10.5 cm	O	0.6 cm	1.5 cm
F	10.5 cm	14.0 cm	P	2.7 cm	5.0 cm
G	1.7 cm	4.8 cm	Q	7.5 cm	8.3 cm
H	0.8 cm	1.0 cm	R	5.5 cm	5.8 cm
I	11.5 cm	13.5 cm	S	9.5 cm	11.5cm
J	8.5 cm	10.0 cm	T	11.5 cm	12.7 cm

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%
C	$C_{22}H_{42}O_8$	60.83	9.70	62.36	9.63
D	$C_{24}H_{46}O_8$	62.34	9.96	63.76	8.41
E	$C_{26}H_{50}O_8$	63.67	10.20	60.24	10.32
F	$C_{30}H_{58}O_8$	65.93	10.62	66.68	10.60

G	$C_{38}H_{74}O_8$	69.30	11.24	70.30	12.26

جدول (7) يوضح نتائج قياسات الشد السطحي للمركبات المحضرة (A-T)

رقم المركب		التركيز الأول		التركيز الثاني		التركيز الثالث		التركيز الرابع	
		التركيز %	كثافة المحلول g/cm^3	التركيز %	كثافة المحلول g/cm^3	التركيز %	كثافة المحلول g/cm^3	التركيز %	كثافة المحلول g/cm^3
		الشد السطحي dyn / cm		الشد السطحي dyn / cm		الشد السطحي dyn / cm		الشد السطحي dyn / cm	
A	2	١.٣٦	٤٢.٣٠	1	١.٢٢	٤٤.٨٨	0.75	١.٢٨	٤٧.٠٨	0.5	١.١٥	٤٧.٣٦
B	2	1.15	48.80	1	1.14	55.92	0.75	1.71	57.38	0.5	1.18	60.80
C	2	1.23	39.22	1	1.1	38.60	0.75	1.27	56.10	0.5	1.21	63.10
D	2	1.15	28.2	1	1.28	29.28	0.75	1.18	29.70	0.5	1.20	42.10
E	2	1.36	21.12	1	1.3	27.74	0.75	1.23	33.18	0.5	1.25	43.33
F	2	1.28	28.25	1	1.12	28.84	0.75	1.22	31.41	0.5	1.13	36.27
G	2	1.28	21.97	1	1.29	23.72	0.75	1.20	25.10	0.5	1.10	24.10
H	2	1.21	17.8	1	1.22	26.93	0.75	1.21	35.61	0.5	1.22	37.40
I	2	1.20	25.9	1	1.15	25.4	0.75	1.22	25.80	0.5	10.20	26.70
J	2	1.32	29.46	1	1.39	31.37	0.75	1.30	21.88	0.5	1.29	31.36
K	2	١.٢٣	٣١.١٠	1	١.٢٤	٣١.٩٣	0.75	١.٢٥	٣١.٤٢	0.5	١.٢٣	٣٠.١٧
L	2	1.29	25.30	1	1.29	26.90	0.75	1.24	28.28	0.5	1.22	28.13
M	2	1.10	18.95	1	1.50	33.10	0.75	1.30	28.70	0.5	1.22	28.42
N	2	1.14	20.97	1	1.16	22.76	0.75	1.17	27.26	0.5	1.33	28.70
O	2	1.27	32.23	1	1.22	33.51	0.75	1.07	28.86	0.5	1.14	30.75
P	2	1.28	26.70	1	1.21	28.20	0.75	1.14	30.47	0.5	1.23	30.17
Q	2	1.19	30.06	1	1.15	30.32	0.75	1.15	31.00	0.5	1.11	30.90
R	2	1.13	30.48	1	1.22	29.92	0.75	1.08	29.14	0.5	1.16	24.18
S	2	1.29	29.36	1	1.19	29.18	0.75	1.14	26.56	0.5	1.21	26.11
T	2	1.16	18.94	1	1.18	32.73	0.75	1.11	25.10	0.5	1.17	28.12

جدول (8) يوضح سرعة الجريان Rf للمركبات المحضرة (A-T) باستخدام مذيب (بنزين : ميثانول) بنسبة (٨ : ٢) وتم تظهيرها باليود

Comp.	R_f	Comp.	R_f
A	٠.٤٧	K	٠.٣٦
B	٠.٤٠	L	٠.٣٧
C	٠.٤٤	M	٠.٤٩
D	٠.٣٧	N	٠.٣٩
E	٠.٥٣	O	٠.٦٣
F	٠.٤٥	P	٠.٤٤
G	٠.٧٤	Q	٠.٦١
H	٠.٥٦	R	٠.٥٢
I	٠.٥٦	S	٠.٤٨
J	٠.٣٨	T	٠.٦٥

جدول (٩) يوضح نسب الحوامض الدهنية المكونة للزيوت النباتية الخام

الزيت الخام	Coconut oil	Flax seed oil	Cotton oil	Corn Oil	Sun flower oil
Caprylic acid % $C_8H_{16}O_2$	8	0.0	0.0	0.0	0.0
Capric acid % $C_{10}H_{20}O_2$	6	0.0	0.0	0.0	0.0
Lauric acid % $C_{12}H_{24}O$	47	0.0	0.0	0.0	0.0
Myristic acid % $C_{14}H_{28}O_2$	15	0.0	0.7	0.0	0.0
Palmitic acid % $C_{16}H_{32}O_2$	8.5	5.5	22	11	5.5
Stearic acid % $C_{18}H_{36}O_2$	2.5	3.5	3	2	4
Oleic acid % $C_{18}H_{34}O_2$	7	17	17	29	25
Linolic acid % $C_{18}H_{32}O_2$	1.5	15	55	56	64
Linolenic acid % $C_{18}H_{30}O_2$	0.0	60	0.3	1	0.3
Ricinolicacid % $C_{18}H_{34}O_3$	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Arachidic acid % $C_{20}H_{40}O_2$	0.0	0.0	0.3	0.4	0.3

P- ISSN 1991-8941 , E-ISSN 2706-6703 (*JUAPS*) مجلة جامعة الانبار للعلوم الصرفة Open Access
2015 ,(9), (3) :201-208

Olive Oil	Palm Oil	Palm kernel oil	Sesame seed oil	Rice bran oil	Soybean oil
0.0	0.0	4.4	0.0	0.0	0.0
0.0	0.0	3.7	0.0	0.0	0.0
0.0	0.2	48.4	0.0	0.0	0.0
0.0	1.1	15.6	0.1	0.4	0.1
13	44.0	7.7	9.2	19.8	11.0
2.5	4.5	1.9	5.8	1.9	4.0
71	39.2	15.0	40.6	42.3	23.4
11	10.1	2.7	42.6	31.9	53.2
0.5	0.4	0.0	0.3	1.2	7.8
0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
0.4	0.4	0.0	0.7	0.9	0.3

Canola oil	Peanut oil	Castor oil	Cacao Oil	Butter Oil
0.0	0.0	0.0	٠.٠	١.٥
0.0	0.0	٠.٠	٠.٠	٢.٧
0.0	0.0	٠.٠	٠.٠	٠.٧
0.0	0.1	0.0	0.0	12.1
3.9	11.6	1	24-28	25.3
1.9	3.1	3	30-38	9.2
64.1	46.5	0.0	0.0	29.6
18.7	31.4	4.2	0.0	3.6
9.2	0.0	0.0	2-3	0.0
0.0	0.0	89.0	0.0	0.0
0.6	1.5	0.0	0.0	1.3

Synthesis And Characterization For Derivatives Of 1 , 6 – Di – O – Ester – D – Galactitol And Study That Is Used Capability As Detergents And Emulsions.

Nabeel Yaseen Al-Hetee **Khalid khaleel Al-kubassy**

E.mail:

Abstract

This work includes the synthesis of new esters derivatives for D- galactitol at the primary hydroxyl group (C_1 , C_6) of the galactitol molecule by the reaction of galactitol with the following pure fatty acid esters (methyl butyrate , methyl hexanoate , methyl octanoate methyl nonanoate methyl decanoate , methyl laurate , methyl palmitate methyl stearate) to obtain 1 , 6 – di – O – ester – D – galactitol (A – H) or with crude oil (tri glyceride) (olive oil , flax seeds oil , sun flowers oil , coconut oil , corn oil , cotton seeds oil , castor oil , soya ban oil , palme oil , sesame oil , peanut oil and pin oil) to obtain mixture esters compounds 1 , 6 – di – O- ester- D-galactitol (I - T) These esters compounds have been prepared by Transesterification method and the progress of the reaction was detected by (T.L.C) technique . These compounds was characterized spectrophotometric by (FT-IR) , (^{1}H- NMR) , and elemental analysis (C.H.N.S) . This work, also includes studying of some physical properties of the preparing ester compounds such as foam properties and surface tension to estimate their capability as detergents and emulsifier agents . The study showed that the prepared ester compounds have good detergents and emulsion properties.