

دراسة بعض الخواص الفيزيائية لسلاسل آزوبولي استرات محتوية على وحدة ثنائي بنزايليدين أسيتون في السلسلة الرئيسية

د. طارق محمد الصنكي*، أ. عبد الباسط محمد القلال، أ. هناء مفتاح أبوراس

قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة مصراتة، ليبيا

*E-mail: t.elsunaki@sci.misuratau.edu.ly **

الخلاصة ABSTRACT

تناول هذا البحث دراسة بعض الخواص الفيزيائية لأزوبولي إسترات تحتوي على وحدة ثنائي بنزايليدين أسيتون في سلاسلها الرئيسية ومن هذه الخواص (الموصلية الكهربائية، معدل امتصاص الماء، الثباتية الحرارية، الخواص البلورية)، حيث أظهرت نتائج الموصلية الكهربائية بأن جميع الأزوبولي إسترات صنفت على أساس أنها مواد شبه موصلة للكهرباء (Semiconductors)، كما تم أيضاً قياس معدل امتصاص الماء للأزوبولي إسترات ووجد أنها (4.5 - 11.6%). أظهرت دراسة الثباتية الحرارية أن جميع الأزوبولي إسترات ذات ثباتية حرارية وأن (Tg₁₀) (درجة التحول الزجاجي) لها (390 - 342 °C). عند دراسة مخططات حيود الأشعة السينية في المدى (80° - 5 = 2θ) لعينات من الأزوبولي إسترات لوحظ أن جميعها تعتبر غير منتظمة بلورياً، ومن صور المجهر الإلكتروني الماسح اتضح أن عينة الأزوبولي إسترات VI غير منتظمة السطح ووجود تعرجات وتغوب مختلفة الحجم مع ظهور بعض الالتحامات.

الكلمات المفتاحية: آزوبولي إسترات، الموصلية الكهربائية، معدل امتصاص الماء، الثباتية الحرارية، الخواص البلورية، الميكروسكوب الإلكتروني الماسح.

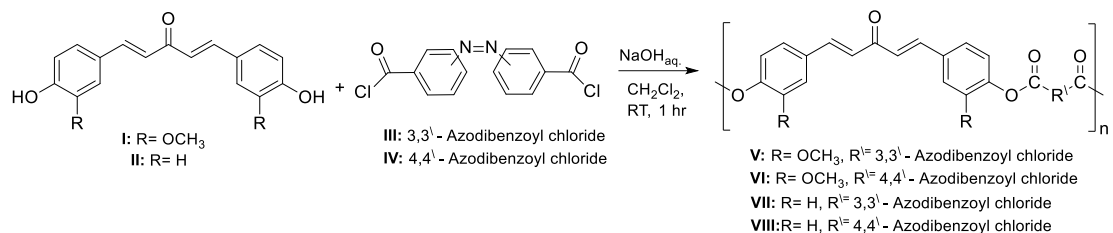
المقدمة INTRODUCTION

البوليمرات عبارة عن جزيئات كبيرة متكونة من وحدات متكررة (Repeating units) بسيطة بواسطة روابط من نفس النوع وتختلف خصائصها بناء على وظائفها. للبوليمرات دور هام في حياة الإنسان منذ بداية الخليقة، فالخشب والنشا والسليلوز: هي مواد بوليمرية طبيعية تزودنا بالطعام والملبس والسكن، فمثلاً استخدم المطاط الطبيعي لطلاء الملابس لمنعها من البلل، واستخدم الصمغ العربي والإسفلت في طلاء القوارب. ترجع أهمية البوليمرات الصناعية إلى خواصها الطبيعية والميكانيكية التي تتيح لها منافسة المواد التقليدية كالخشب والمعادن والزجاج والألياف الطبيعية، ولعل من أهمها البولي إسترات غير المشبعة التي تمتلك مكانة في ضروريات حياتنا المتنوعة. تمتلك البوليمرات العديد من الاستخدامات والتطبيقات منذ مطلع القرن العشرين، حيث لاقت اهتماماً خاصاً في المجال الصناعي والتجاري نظراً لمميزاتها الممتازة حسب مجال استخدامها. استخدمت أنواع من البوليمرات كمادة طلاء ولتقوية الألياف الزجاجية البلاستيكية كما تم استخدامها كمادة لاصقة للعديد من المواد مثل الورق والبلاستيك والجلود، واستخدمت كدهان ورنيش (Varnish)، وقد استخدمت (في المجال الكهربائي) في صناعة بعض أجزاء القذائف الموجهة وقبة هوائي الرادار (Radome). كما استخدمت في صناعات المنتجات المشككة في القوالب مثل الزوارق، وغطاء الرأس الواقية (Helmets)، والرخام الصناعيⁱⁱ. حيث تم تحضير العديد من البولي إسترات وتم دراسة خواصها الحرارية والبلورية ووجد أنها ذات تبات حراري وغير منتظمة بلورياً، كما أظهرت دراسة الخواص الكهربائية أن لهذه البولي إسترات تطبيقات جيدة في إمكانية استخدامها كأشباه موصلات جديدة^{iii,iv}.

النتائج والمناقشة RESULTS AND DISCUSSION

في البداية تم تحضير أربع سلاسل آزوبولي إسترات محل الدراسة باستخدام تقنية بلمرة التكثيف بين السطوح لمونمرات ثنائي الفينول A، B، وثنائي كلوريدات الأحماض المحتوية على مجموعة الأزو III

، IV، وتم التأكد من بنية هذه السلاسل البوليميرية باستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) والتحليل الكمي للعناصر (CHN) (معادلة 1) .^v



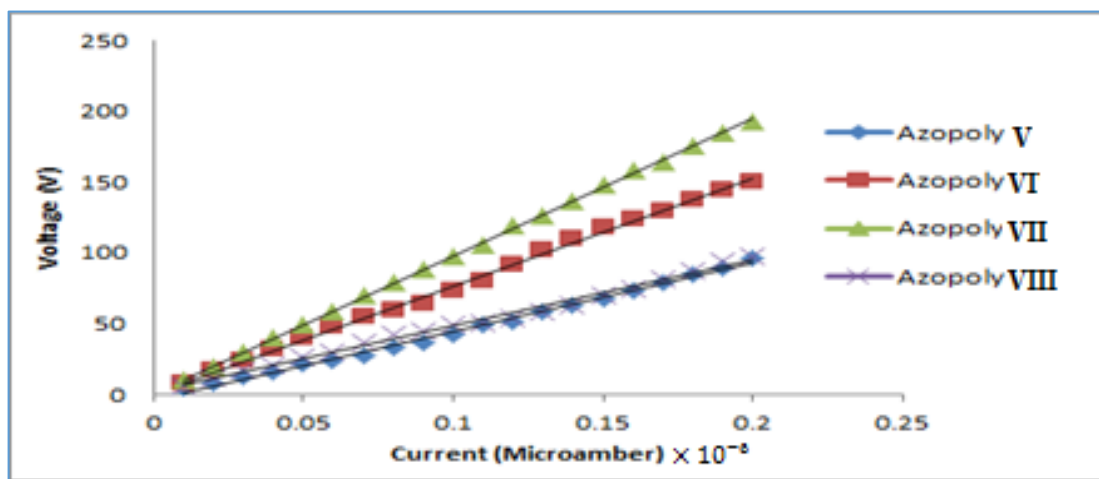
معادلة 1

الموصلية الكهربائية Electrical Conductivity^{viii-vii-vi}

تصنف المواد إلى ثلاث فئات وفقا لمقاومتها الكهربائية، فيمكن اعتبار المادة كموصل (Conductor) إذا كانت المقاومة الكهربائية في المدى ($10^{-6} - 10^{-2} \Omega.cm$) عند درجة حرارة الغرفة، في حين أشباه الموصلات (Semiconductors) لديها مقاومات كهربائية تتراوح ما بين ($10^{-2} - 10^9 \Omega.cm$)، وفيها يتم السماح للتيار الكهربائي بالمرور خلالها ولكن ليس بسهولة أو بقدر كونها مواد موصلة، النوع الثالث من المواد هي العوازل (Insulators) والتي مقاومتها تتراوح من ($10^{14} - 10^{22} \Omega.cm$)، خضعت سلاسل الأزوبولي إسترات المحضرة لدراسة الموصلية الكهربائية من أجل تحديد مقاومتها الكهربائية والذي سيسمح بتصنيفها فيما إذا كانت من الموصلات أو أشباه الموصلات أو من العوازل.

الموصلية الكهربائية للأزوبولي إسترات VIII-V

تم توصيل قرص مضغوط من عينة الأزوبولي إستر بنصف قطر وسمك معين داخل دائرة كهربائية، وبزيادة التيار الكهربائي وقياس فرق الجهد المار خلال العينة في درجة حرارة الغرفة (جدول 1)، تم الحصول على العلاقة بين الجهد والتيار الكهربائي المار خلال العينة وتبين أنها علاقة خطية، (شكل 1).



شكل 1 العلاقة بين فرق الجهد المطبق والتيار المار خلال عينات الأزوبولي إسترات VIII-V

في الجدول 1 فإن المقاومة R (Resistance) تساوي الميل (Slope)، ويمكن تحديد المقاومة الكهربائية (Resistivity) للأزوبولي إسترات بسهولة عن طريق التطبيق فالعلاقة التالية:

$$\rho = R \frac{A}{L}$$

حيث A المساحة السطحية لقرص العينة والتي تساوي πr^2 وحيث r نصف القطر، بينما L السمك.

$$\rho = \frac{A}{L} = \frac{\pi r^2}{L}$$

ومن المقاومة الكهربائية يتم حساب الموصلية الكهربائية من العلاقة:

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

جدول 1 يوضح فرق الجهد المطبق مقابل التيار المار خلال عينات الأزوبولي استرات VIII-V

أزوبولي إستر VIII		أزوبولي إستر VII		أزوبولي إستر VI		أزوبولي إستر V	
شدة التيار $10^{-6}A$ (x)	فرق الجهد (V)	شدة التيار $10^{-6}A$ (x)	فرق الجهد (V)	شدة التيار $10^{-6}A$ (x)	فرق الجهد (V)	شدة التيار $(1 \times 10^{-6}A)$	فرق الجهد (V)
0.01	8.5	0.01	10	0.01	6	0.01	4.72
0.02	17.5	0.02	19	0.02	11.40	0.02	8.45
0.03	24	0.03	30	0.03	17	0.03	12.56
0.04	32	0.04	39.40	0.04	21	0.04	16
0.05	40	0.05	49	0.05	26	0.05	22
0.06	48	0.06	58	0.06	30	0.06	24
0.07	55	0.07	70	0.07	37	0.07	28
0.08	60	0.08	79	0.08	42	0.08	33
0.09	64	0.09	88	0.09	45	0.09	37
0.10	73	0.10	97	0.10	49	0.10	41.90
0.11	80	0.11	106	0.11	50	0.11	49
0.12	92	0.12	119	0.12	54	0.12	51.40
0.13	101.9	0.13	126	0.13	59	0.13	58
0.14	110	0.14	137	0.14	63	0.14	62.90
0.15	118	0.15	148	0.15	70	0.15	68
0.16	124	0.16	158	0.16	75	0.16	73
0.17	130	0.17	164	0.17	81	0.17	79
0.18	138	0.18	176	0.18	87	0.18	85
0.19	145	0.19	185	0.19	94	0.19	89
0.20	150	0.20	193	0.20	98	0.20	96

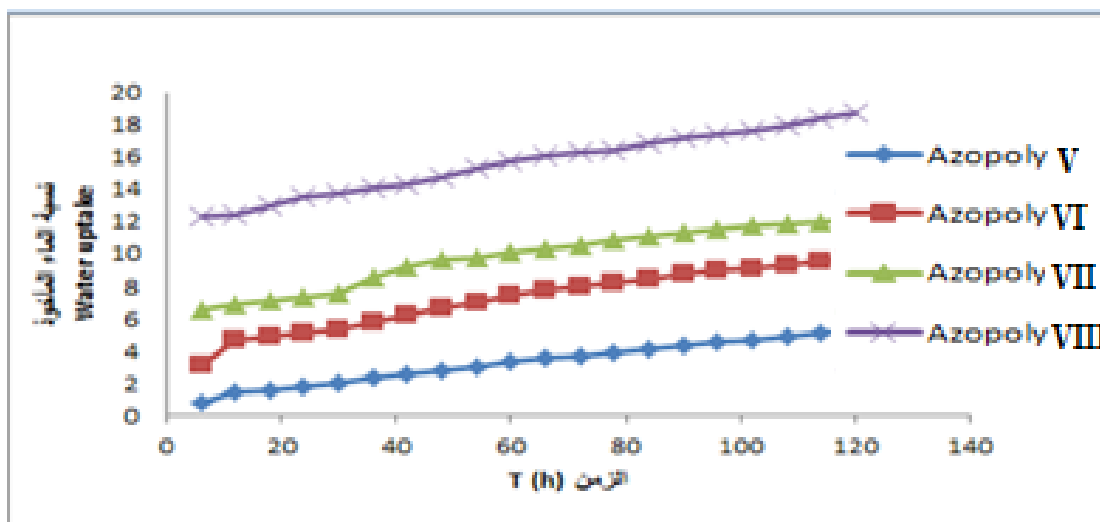
وفقا للنتائج المتحصل عليها للمقاومة الكهربائية في الجدول 2، يتم تصنيف جميع الأزوبولي إسترات المحضرة ضمن المواد شبه الموصلة للكهرباء لأن مقاومتها الكهربائية تقع ضمن نطاق أشباه الموصلات ($10^2 - 10^9 \Omega.cm$).

الموصلية الكهربائية $\times 10^{-8} (\Omega^{-1}cm^{-1})$ σ	المقاومة الكهربائية $\times 10^8 (\Omega.cm)$ ρ	المقاومة $R \times 10^7 (\Omega)$	أزوبولي إسترات
0.245	4.079	4.72	V
0.162	6.182	4.66	VI
0.704	1.420	9.8	VII
0.109	9.215	7.5	VIII

جدول 2 يوضح نتائج المقاومة الكهربائية والموصلية الكهربائية لعينات الأزوبولي إسترات VIII-V

معدل امتصاص الماء Rate of Water Absorption^{ix}

قابلية امتصاص الماء من قبل سلاسل الأزوبولي إسترات المحضرة من الخصائص المهمة، وهي لها علاقة بالشكل الهندسي للأزوبولي إسترات، حيث تم القياس عند (65%) رطوبة و في فترة زمنية قدرها (120 ساعة) قسمت على عشرين فترة، ولوحظ تراوح قيم معدل الإمتصاص بالنسبة لسلاسل الأزوبولي إسترات من (4.5 - 11.6%)، وعند مقارنة النتائج المتحصل عليها نجد أن: الأزوبولي إسترات VI ، VIII الناتجة من كلوريدات الأحماض المحتوية على مجموعة الأزو في الموقع (4،4) أقل معدل امتصاص من الأزوبولي إسترات V ، VII الناتجة من كلوريدات الأحماض المحتوية على مجموعة الأزو في الموقع (3،3)، بسبب الاختلاف في التنظيم الهندسي، أي أن سلاسل الأزوبولي إسترات V ، VII أقل اصطفاً وبالتالي تزيد فرصة امتصاصها للماء. كما أن الأزوبولي إسترات V ، VI المحتوية على مجموعة الميثوكسي (OCH_3) سجلت أعلى معدل امتصاص من الأزوبولي إسترات VII ، VIII التي لاتحتوي على مجموعة الميثوكسي، ويرجع السبب إلى ان مجموعة الميثوكسي تزيد من قطبيتها وبالتالي تزيد من معدل امتصاصها للماء (شكل 2).



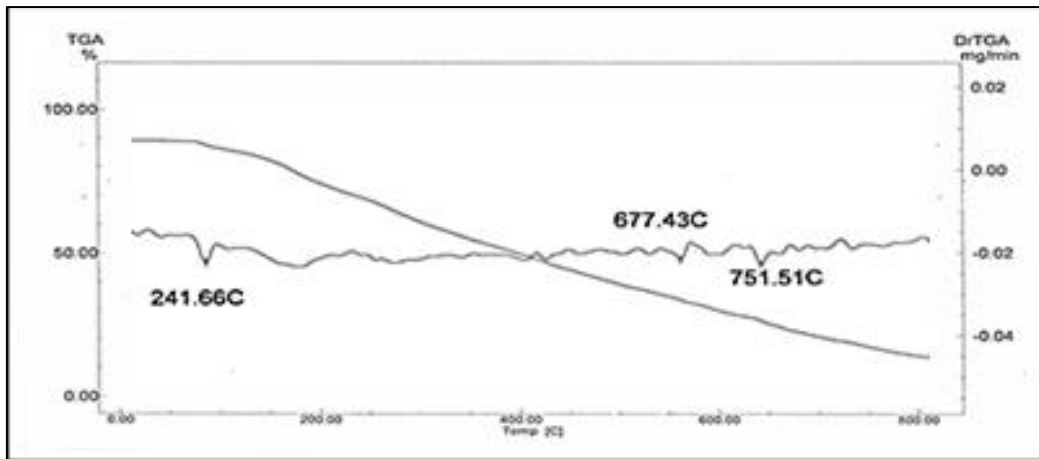
شكل 2 معدل امتصاص الماء الأزوبولي إسترات VIII-V

الثباتية الحرارية Thermal Stability ^{xii-xi-x}

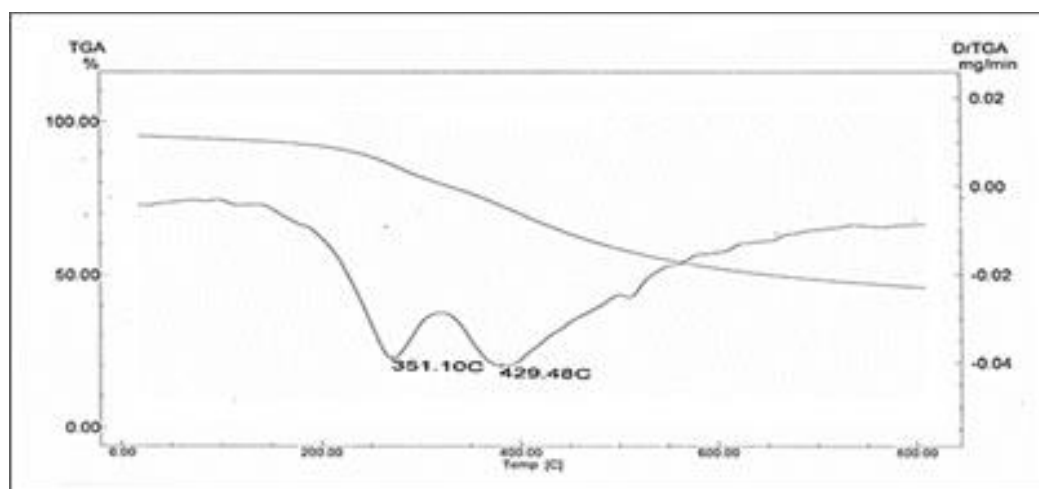
عند دراسة التحليل الحراري الوزني (TGA) لمعرفة السلوك الحراري والثباتية الحرارية لجميع الأزوبولي إسترات المحضرة والأخذ في الاعتبار أن نسبة (10%) نقص في الوزن تعتبر درجة تحلل الأزوبولي إسترات، وعند تحليل منحنيات التحلل الحراري (الأشكال 3 - 6) والمدونة نتائجها في الجدول 3، لوحظ فقدان بسيط في الوزن (0.45 - 2.63%) من الوزن الابتدائي. عند مقارنة النقص في الوزن ابتداءً من (10% - 50%) نجد أن: الأزوبولي إسترات VIII، VI الناتجة من كلوريدات الأحماض المحتوية مجموعة الأزو في الموقع (4,4) أكثر ثباتاً من الأزوبولي إسترات V، VII الناتجة من كلوريدات الأحماض المحتوية مجموعة الأزو في الموقع (3,3)، والذي قد يعزى إلى الاختلاف في التنظيم الهندسي. علاوة على ذلك فإن الأزوبولي إسترات V، VI المحتوية على مجموعة الميثوكسي (OCH₃) أقل ثباتية حرارية من الأزوبولي إسترات VII، VIII التي لا تحتوي على مجموعة الميثوكسي، ويرجع السبب إلى أن مجموعة الميثوكسي تقلل من الصلابة في السلسلة الرئيسية مما يعطي مرونة أكبر وبالتالي فإن هذه المرونة تقلل من الثباتية.

درجة الحرارة (°C)				نسب التحلل
أزوبولي إسترات VIII	أزوبولي إسترات VII	أزوبولي إسترات VI	أزوبولي إسترات V	
390	366	348	342	%10
483	456	408	448	%20
593	539	460	522	%30
678	621	534	613	%40
767	706	780	688	%50

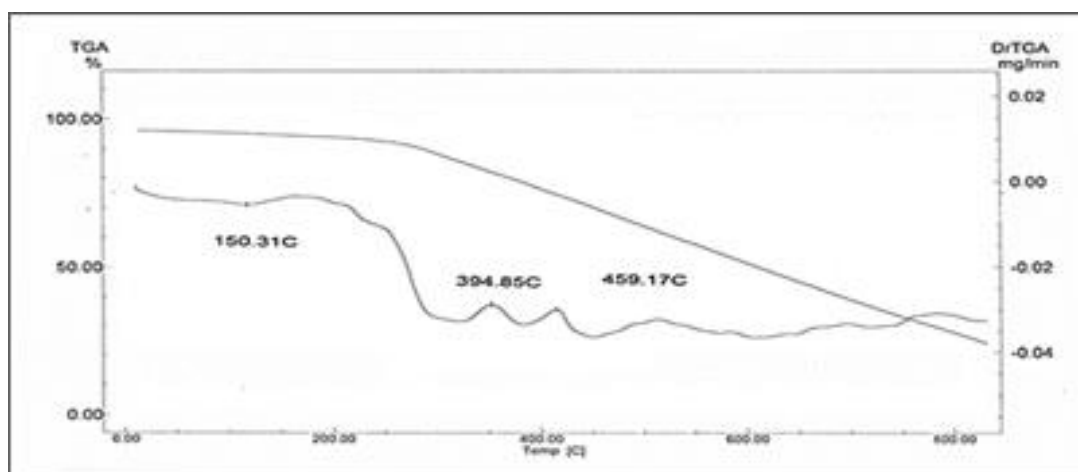
جدول 3 يوضح الخواص الحرارية للأزوبولي إسترات VIII-V



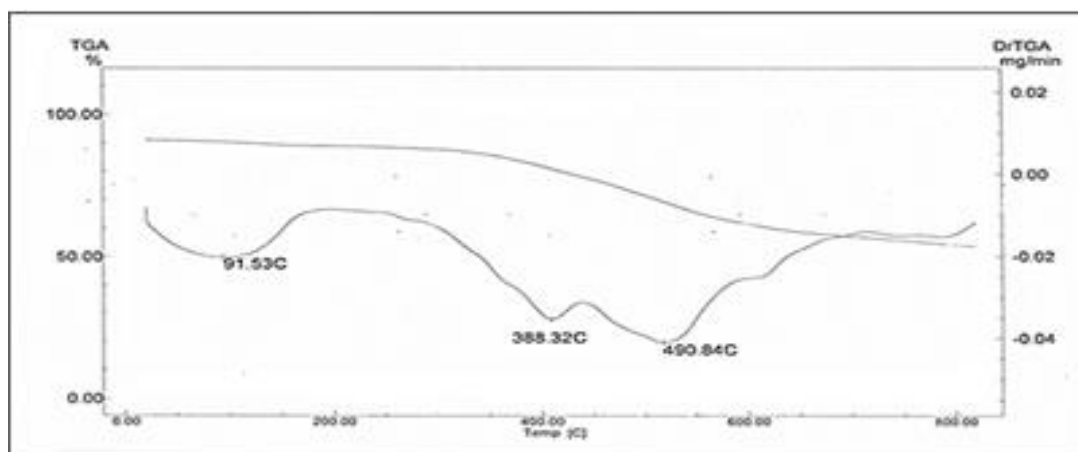
شكل 3 منحى التحلل الحراري الوزني للأزوبولي إستر V



شكل 4 منحى التحلل الحراري الوزني للأزوبولي إستر VI



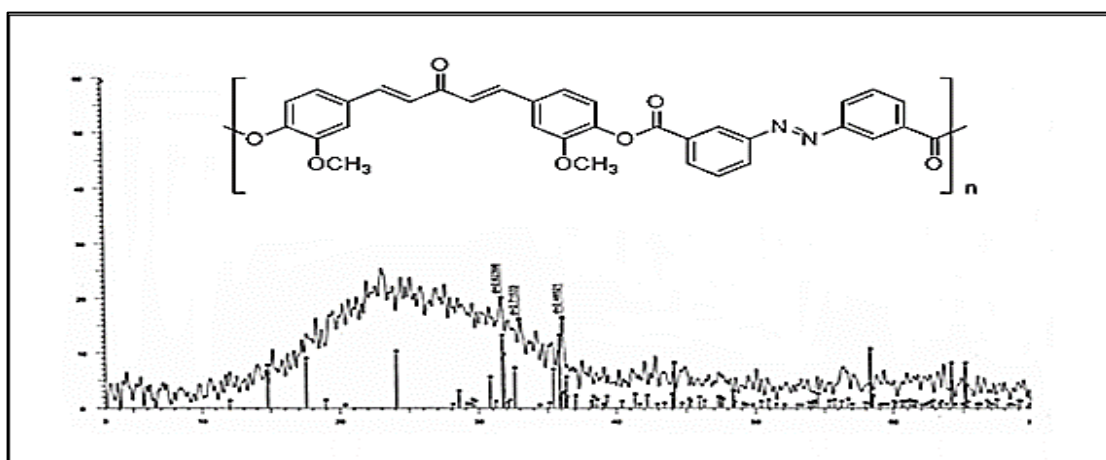
شكل 5 منحى التحلل الحراري الوزني للأزوبولي إستر VII



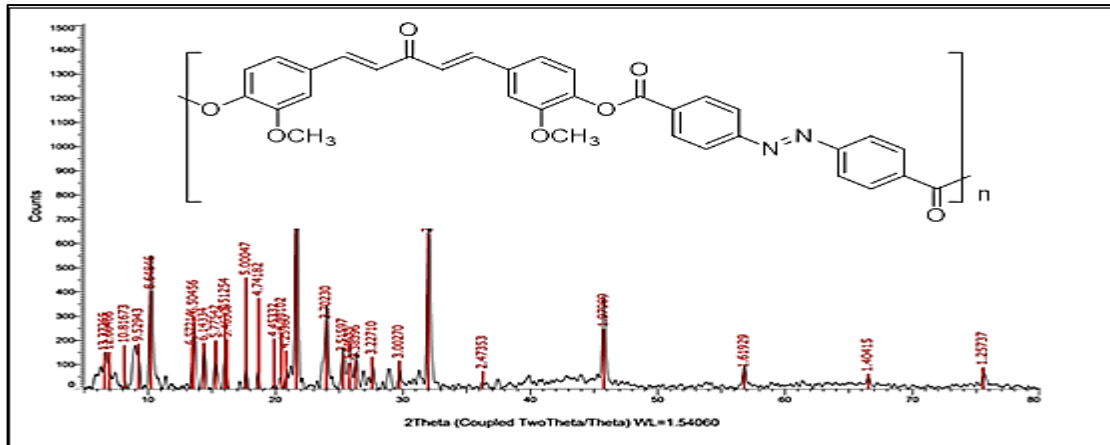
شكل 6 منحنى التحلل الحراري الوزني للأزوبولي إستر VIII

درجة التبلر ^{12:11:10} Crystallinty

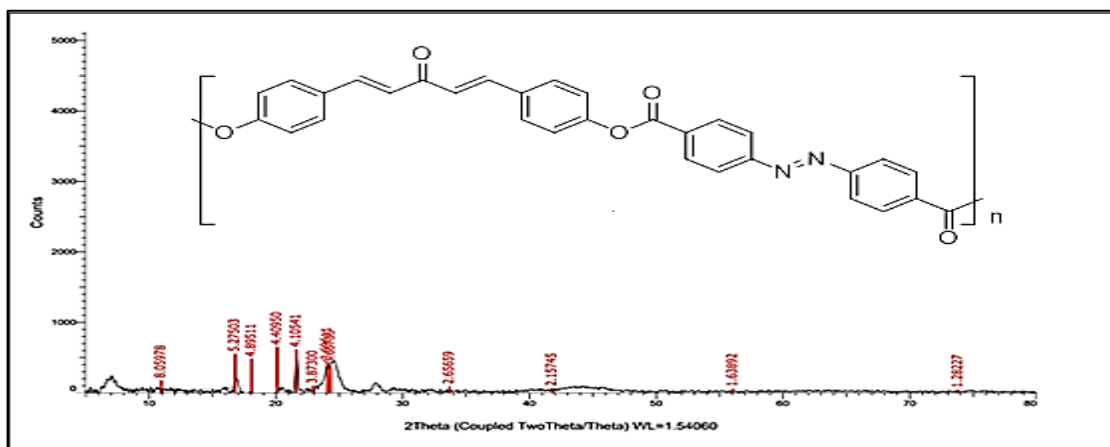
عند دراسة مخططات حيود الأشعة السينية في المدى ($2\theta = 5 - 80^\circ$) للأزوبولي إسترات (V، VI، VIII)، والموضحة في (الأشكال 7 - 9) لغرض معرفة الحالة البلورية التي تتواجد عليها البوليمرات المحضرة، لوحظ أن جميعها غير منتظمة بلوريا. وعند مقارنة النتائج المتحصل للأزوبولي إسترات نجد أن البولي إستر V أقل بلورية من البولي إستر VI وذلك لإمكانية الإصطفاف لسلاسل الأزوبولي إستر VI، والأزوبولي إستر VI أعلى بلورية من الأزوبولي إستر VIII وذلك بسبب وجود مجموعة الميثوكسي في سلسلة الأزوبولي إستر VI التي بدورها تزيد من مرونة السلسلة.



شكل 7 مخطط حيود الأشعة السينية للأزوبولي إستر V



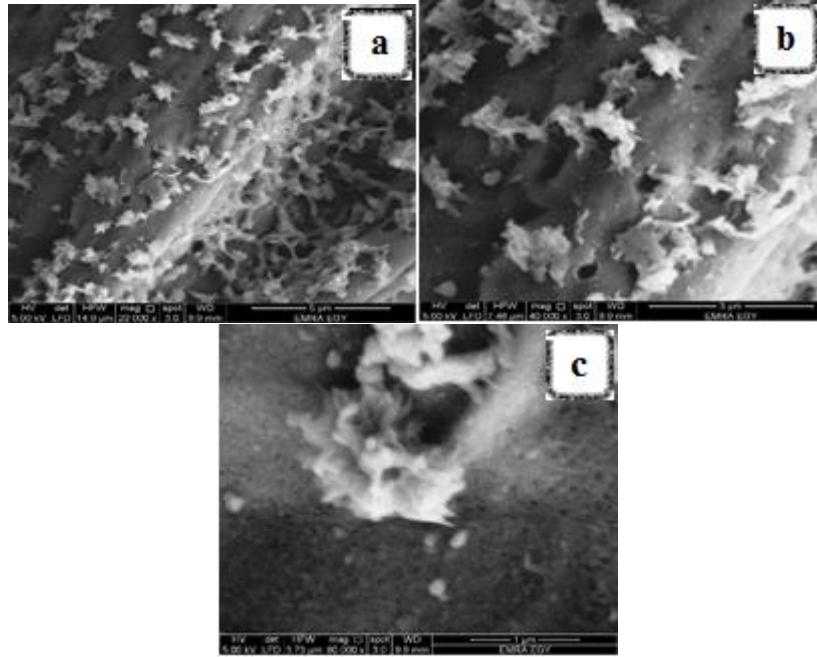
شكل 8 مخطط حيود الأشعة السينية للأزوبولي إستر VI



شكل 9 مخطط حيود الأشعة السينية للأزوبولي إستر VIII

الميكروسكوب الإلكتروني الماسح^{xiii} Scanning Electron Microscopy

تم دراسة السطح الخارجي باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) لعينة الأزوبولي إستر V وذلك بأخذ صور إلكترونية ذات تكبيرات مختلفة لغرض وصف المظهر الخارجي لعينة الأزوبولي إستر V حيث أوضحت الصورة A بقوة تكبير (20000) أن السطح الخارجي للعينة غير منتظم، وبزيادة قوة التكبير (40000) كما في الصورة B يظهر السطح بشكل غير منتظم أيضاً مع وجود ثقوب مختلفة الحجم، وبقوة تكبير (80000) كما في الصورة C يظهر السطح بوضوح غير منتظم ووجود تعرجات والعديد من الثقوب مختلفة الحجم مع ظهور إلتحامات في مناطق مختلفة من عينة الأزوبولي إستر، (شكل 10).



شكل 10 صورة الماسح الإلكتروني الضوئي للأزوبولي إستر V

الاستنتاجات CONCLUSIONS

بمفاعلة مشتقات ثنائي البنزايليدين مع ثنائي كلوريدات الأحماض الأروماتية المختلفة وباستخدام تقنية التكتيف بين السطوح تم الحصول على سلاسل الأزوبولي إستر بنسب ناتج ممتازة (87% - 91%)، صنفت جميع سلاسل الأزوبولي إستر المحضرة على أنها مواد شبه موصلة للكهرباء (**Semiconductor**) بناء على نتائج التوصيلية الكهربائية، كما لوحظ أن معدل امتصاص الماء للأزوبولي إسترات المحضرة يتراوح ما بين (4.5% - 11.6%). الأزوبولي إسترات الناتجة من كلوريدات الأحماض المحتوية على مجموعة الأزو في الموقع (4,4) أكثر ثباتية حرارية من الأزوبولي إسترات الناتجة من كلوريدات الأحماض المحتوية على مجموعة الأزو في الموقع (3,3)، ولوحظ أن (Tg_{10}) (درجة التحول الزجاجي) لسلاسل الأزوبولي إسترات المحضرة تتراوح ما بين (390 - 342)°C. أوضحت الدراسة أيضا أن جميع الأزوبولي إسترات المحضرة تعتبر غير منتظمة بلوريا، وأن صور المجهر الإلكتروني الماسح توضح أن عينة الأزوبولي إستر V غير منتظمة السطح ووجود تعرجات وثقوب مختلفة الحجم مع ظهور بعض الالتحامات.

الجزء العملي EXPERIMENTAL PART

المواد Materials

جميع المواد الكيميائية المستخدمة في هذه الدراسة على درجة عالية من النقاوة وتم استخدامها بدون أي تنقية، ماعدا كلوريد الثايونيل (**Thionyl Chloride**) $SOCl_2$ والذي تم تنقيته بواسطة التقطير البسيط بخلطه مع الكوينولين (**Quinoline**) بنسبة (1:5) على التوالي ومن ثم جمعه عند درجة غليان (77 °C) وحفظه في زجاجة معتمة ومغلقة جيدا.⁵

الطريقة العامة (A) لتحضير مشتقات ثنائي البنزايليدين I، II 5

إلى خليط مكون من (0.02 mol) 4- هيدروكسي بنزالدهيد (**4-hydroxy benzaldehyde**) أو 4-هيدروكسي-3-ميثوكسي بنزالدهيد (**4-hydroxy-3-methoxy benzaldehyde**) مذاب في الكحول الإيثيلي (30 ml)، و(0.01 mol) من الأسيتون أضيفت بضع قطرات من حامض الهيدروكلوريك المركز كعامل حفاز للتفاعل مع التقليل الجيد عند درجة حرارة (75 °C) ولمدة أربع ساعات، بعد الانتهاء من زمن التفاعل أضيف الماء المقطر للنتائج فتكون راسب بني، رشح الراسب المتكون وغسل بالماء عدة مرات للتخلص من آثار الحامض، وجفف الراسب، ثم أعيدت بلورته باستخدام خليط من الماء والميثانول بنسبة (3:1).

3،1-ثنائي (4-هيدروكسي-3-ميثوكسي بنزايليدين) أسيتون I

باتباع الطريقة العامة (A) تم الحصول على مشتق ثنائي الفينول باستخدام 4-هيدروكسي-3-ميثوكسي بنزالدهيد (**4-hydroxy-3-methoxy benzaldehyde**) حيث أعطي بلورات بنية اللون وبنسبة ناتج 70%.

mp = 102 – 104 °C, 99 – 100 °C.⁵ IR: (ATR, cm⁻¹) 3395, 1640, 1616, 1165. ¹H NMR (100 MHz; DMSO-d₆) δH 3.8 (6H, s, OCH₃), 6.7 – 7.1 (6H, m, Ar-H; CH=CH), 7.6 – 7.8 (4H, m, Ar-H), 9.8 (2H, s, OH).⁵

3،1-ثنائي (4-هيدروكسي بنزايليدين) أسيتون II

باتباع الطريقة العامة (A) تم الحصول عليه باستخدام 4-هيدروكسي-3-ميثوكسي بنزالدهيد (**4-hydroxy-3-methoxy benzaldehyde**) حيث أعطي بلورات بنية اللون وبنسبة ناتج 75%.

mp = 243 – 246 °C, 243 – 246 °C.⁵ IR: (ATR, cm⁻¹) 3504, 1646, 1614, 1165. ¹H NMR (100 MHz; DMSO-d₆) δH 6.7 – 7.1 (8H, m, Ar-H), 7.5 – 7.8 (4H, m, CH=CH), 10.1 (2H, s, OH).

الطريقة العامة (B) لتحضير ثنائي كلوريدات الأحماض⁵

أذيب (0.078 mol) حامض 3-نيتروبنزويك (**3-Nitrobenzoic acid**) أو 4-نيتروبنزويك (**4-Nitro benzoic acid**) في محلول هيدروكسيد الصوديوم (50 gm : 1.25 mol، مذابة في 225 ml ماء) ثم سخن المخلوط حتى درجة (50 °C) على حمام مائي، ثم أضيف محلول الجلوكوز (0.555 mol 100 gm، مذابة في 150 ml ماء) قطرة قطرة وبيطء مع التقليل المستمر حتى تكون راسب لحمي والذي تحول إلى لون بني غامق، برد المحلول لدرجة حرارة الغرفة، بعد ذلك تم إمرار الهواء على المحلول لمدة خمس ساعات، ثم حمض الناتج بحامض الخليك المخفف (PH = 6)، رشح هذا الراسب وغسل بالماء المقطر عدة مرات ثم جفف الراسب المتكون حيث تكون راسب لحمي (Buff ppt) من ثنائي الأحماض الكربوكسيلية المقابلة: حامض آزو بنزين-3،3-ثنائي الكربوكسيليك (**Azo benzene-3,3-dicarboxylic acid**) أو حامض آزو بنزين-4،4-ثنائي الكربوكسيليك (**Azo benzene-4,4-dicarboxylic acid**)، ثم سخن (0.01 mol) من ثنائي الحامض الكربوكسيليك مع زيادة من كلوريد الثيونيل (40 ml) في وجود بضع قطرات من البيريدين كعامل حفاز على حمام مائي في وضع غليان (reflux) لمدة 24 ساعة، وترك المخلوط ليبرد ثم أضيف الإيثر البترولي (60 – 80 °C)، ورشح الراسب، و أعيدت بلورته باستخدام الإيثر البترولي (60 – 80 °C) حيث تحصل على بلورات من ثنائي كلوريدات الأحماض المقابلة III، IV.

3,3-أزو ثنائي بنزويل كلوريد III

باتباع الطريقة العامة (B) تم الحصول على كلوريد الحامض باستخدام حامض أزو بنزين-3،3-ثنائي الكربوكسيلك (Azo benzene - 3,3'-dicarboxylic acid) كراسب برتقالي وبنسبة ناتج 90%.

mp = 98 – 100 °C, 100 – 101 °C.⁵ IR: (ATR, cm⁻¹) 3093, 1747, 1696, 1584, 1472.

4,4-أزو ثنائي بنزويل كلوريد IV

باتباع الطريقة العامة (B) تم الحصول على كلوريد الحامض باستخدام حامض أزو بنزين-4،4-ثنائي الكربوكسيلك (Azo benzene-4,4'-dicarboxylic acid) كراسب برتقالي وبنسبة ناتج 88%.

mp = 164 – 165 °C, 164 – 165 °C.⁵ IR: (ATR, cm⁻¹) 3099, 1770, 1696, 1575, 1473.

الطريقة العامة (D) لتحضير الأزوبولي إسترات V - VIII

تتم عملية تحضير البولي إسترات باستخدام جهاز بسيط يتكون من ورق ثنائي العنق مزود بمحرك ميكانيكي، والفتحة الأخرى لإضافة مخلوط (0.001 mol) من مشتقات ثنائي الفينول II، (0.002 mol) من هيدروكسيد الصوديوم مذاب في (50 ml) ماء مقطر و (25 ml) كلوريد الميثيلين وبعد التحريك الجيد تمت إضافة كلوريد الحامض المناسب (0.001 mol) مذاباً في 25 ml كلوريد الميثيلين) لمخلوط التفاعل خلال دقيقتين، عند درجة حرارة (25 °C)، حُرك المخلوط بشدة بعد الإضافة الكلية لكلوريد الحامض لمدة ساعة أخرى، حيث أعطى ناتج منتفخ (Lumpy) تم ترشيحه تحت ضغط مخلخل وغسله بالماء المقطر عدة مرات ثم بالكحول الإيثيلي وجفف عند (100 °C) لمدة يومين.

أزوبولي استر V

باتباع الطريقة العامة (D) تم الحصول عليه بواسطة البلمرة من المونمر 3،1-ثنائي (4-هيدروكسي-3-ميثوكسي بنزليدين) اسيتون I وكلوريد الحامض 3،3-أزو ثنائي بنزويل كلوريد III كراسب برتقالي منتفخ وبنسبة ناتج 90%.

IR: (ATR, cm⁻¹) 1742, 1652, 1591, 1149. Found C, 70.19%; H, 4.48%; N, 5.22%.

Calc. for (C₃₃H₂₄N₂O₇): C, 70.71%; H, 4.32% N, 5.00%.

أزوبولي استر VI

باتباع الطريقة العامة (D) تم الحصول عليه بواسطة البلمرة من المونمر 3،1-ثنائي (4-هيدروكسي-3-ميثوكسي بنزليدين) اسيتون I وكلوريد الحامض 4،4-أزو ثنائي بنزويل كلوريد IV كراسب برتقالي منتفخ وبنسبة ناتج 89%.

IR: (ATR, cm⁻¹) 1736, 1652, 1619, 1140. Found C, 70.10%; H, 4.46%; N, 5.10%.

Calc. for (C₃₃H₂₄ N₂O₇): C, 70.71%; H, 4.32% N, 5.00%.

آزوبولي إستر VII

باتباع الطريقة العامة (D) تم الحصول عليه بواسطة البلمرة من المونمر 1،3-ثنائي (4-هيدروكسي بنزايلايدين) أسيتون II وكلوريد الحامض 3،3-أزو ثنائي بنزويل كلوريد III كمسحوق برتقالي وبنسبة ناتج 91%.

5.39%. IR: (ATR, cm⁻¹) 1732, 1653, 1621, 1165. Found C, 73.83%; H, 4.30%; N

5.60%. Calc. for (C₃₁H₂₀ N₂O₅): C, 74.39%; H, 4.03% N

آزوبولي إستر VIII

باتباع الطريقة العامة (D) تم الحصول عليه بواسطة البلمرة من المونمر 1،3-ثنائي (4-هيدروكسي بنزايلايدين) أسيتون II وكلوريد الحامض 4،4-أزو ثنائي بنزويل كلوريد IV كراسب منتفخ برتقالي وبنسبة ناتج 87%.

73.69%; H, 4.28%; N, 5.43%. IR: (ATR, cm⁻¹) 1731, 1650, 1620, 1170. Found C

Calc. for (C₃₁H₂₀ N₂O₅): C, 74.39%; H, 4.03% N, 5.60%.

الموصلية الكهربائية^{8,6} Electrical Conductivity

تم قياس الموصلية الكهربائية للآزوبولي إسترات المحضرة بوضع العينة بين قرصين من النحاس يبلغ نصف قطره (3 mm)، ويتم توصيل نهاية القرص النحاسي الأول بمصدر طاقة وتوصيل القرص النحاسي الآخر بمقياس للتيار الكهربائي لقياس التيار المار بوحدة المايكروأمبير.

معدل امتصاص الماء⁹ Rate of Water Absorption

قياس الرطوبة تم بوضع عينات الأزوبولي إسترات في جو من الرطوبة مقداره (65%) ويتم ذلك بأخذ (200 mg) من العينة ووضعها في مجفف به محلول فوق مشبع من NaNO₂ في درجة حرارة (20 °C).

REFERENCES المراجع

- ⁱ Ben Saleh, A. B, Elsunaki T. M, and Abd-Alla, M. A. Preparation and Characterization of New Thermally Stable Polyesters of 3,3'-Dihydroxy Dibenzylideneacetone; *International Science and Technology Journal*, **2017**, 12, 1- 14.
- ⁱⁱ Ben Saleh, A. B.; Elsunaki T. M. and Abd-Alla, M. A. Preparation and Study of Some Linear Polyesters Based on Divanillylideneacetone Moiety; *Science Journal*, **2017**, **7**, 28-32.
- ⁱⁱⁱ Alkskas, I. A.; El-gnidi, B. A. Ghalieo, K. M. and Azam, F. Synthesis and Characterization of Polyesters Based on Diethylketone Moiety; *Chinese Journal of Polymer. Science*, **2014**, 32, 1450-1459.
- ^{iv} Alkskas, I. A. El-gnidi, B. A. and Azam, F. Synthesis and characterization of new unsaturated polyesters containing cyclopentapyrazoline moiety in the main chain; *J. Appl. Polym. Sci.*, **2010**, 115, 3727-3736.
- ^v Tareg M. E, Ghaith S. A, Hana M. A. Synthesis of New Unsaturated Azo Polyesters Containing Diarylideneacetone Moiety in the Main Chain; *ARPN Journal of Science and Technology*, **2017**, **7**, 47-50.
- ^{vi} Bawa, R. Electric conductivity study of *o*-substituted phenoxo iron (III) Complexes; *Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, **2010**, 4, 54-58.
- ^{vii} Bawa, R. Preparation and study of some arylamino iron (III) complexes; *Journal of Materials Science and Engineering*, **2009**, 3, 51-53.
- ^{viii} Bawa, R. Structure determination and electric conductivity of phenolic iron (III) complexes; *Alsatil*, **2009**, 3, 61-69.
- ^{ix} Vogel, A. I. Text Book of Practical Organic Chemistry, 4th Ed., Longman, London and New York, **1984**, 610-613.
- ^x Elsunaki, T. M., Arafat, S. A. and Abd-Alla, M. A. Synthesis and Characterization of New Polyesters Based on Diarylidene-1-methyl-4-piperidone; *Alsatil*, **2013**, 7, 39-49.
- ^{xi} Alkskas, I. A. and Esbata, A. A. J. Synthesis and Characterization of New Unsaturated Polyesters Containing 4-Phenylcyclohexane Moiety in the Main Chain; *Macromole. Sci. Part A.*, **2008**, 45, 1-7.
- ^{xii} Ben Saleh, A. B.; Elsunaki T. M. and Abd-Alla, M. A. Synthesis and Characterization of New Unsaturated Polyesters Based on 4,4'-Dihydroxy Dibenzylideneacetone; *International Science and Technology Journal*, **2017**, 9, 405-419.
- ^{xiii} Tandel, R. C., Gohil J. and Patel N. K. Synthesis and Study of Main Chain Chalcone Polymers; Exhibiting Nematic Phases; *Research Journal of Recent Sciences*, **2012**, 1, 122-127.