

تحضير صباغ ثنائي الأزو انطلاقاً من مركب حلقي غير متجانس

أ.د. عبد الكريم الحمد *

أ.د. سلمان نصر **

جنان عيسى ***

(تاريخ الإيداع ٢٣/١٠/٢٠٢٥ - تاريخ النشر ٢٧/١١/٢٠٢٥)

□ ملخص □

في هذا البحث، تم تصنيع صباغ أزو ثنائي وظيفة الأزو على مرحلتين:

المرحلة الأولى : انطلاقاً من 5-(2-أمينو-4،3،-1-تيا ديازول -2-ايل) الفينول والذي تم تحضيره من تفاعل ساليسيل ألدهيد مع ثيو سمي كاربازيد والحصول على أساس شيف الموافق وهو 2-(2-هيدروكسي بنزليدين) هيدرازين كربوتيو أميد والمعروف ثيو سمي كاربازون ساليسيل ألدهيد ، ومن ثم انجاز تفاعل التحلق بوجود ثلاثي كلور الحديد ومن ثم ديازة 5-(2-أمينو-4،3،-1-تيا ديازول -2-ايل) الفينول بدرجة حرارة بين ٢ °C و ٠ °C ، وتنفيذ تفاعل الاقتران له مع بيتا-فتول كمكون أزو بنسبة مولية 1:1 ، وبذلك تم الحصول على 1-(2-هيدروكسي فينيل) 1-3-٤ تيا ثنائي أزول -2-ايل) ديازينيل) نفتالين-2-أول (صباغ أحادي الأزو) ذات لون أخضر وبمردود قدره 88%

المرحلة الثانية، تم تفاعل ناتج المرحلة الأولى صباغ أحادي الأزو مع حمض السلفانيليك المدياز المحضر بنسبة مولية 1:1 بين المواد المتفاعلة مع التحريك المستمر في درجة حرارة الغرفة لمدة ثلاث ساعات، فتشكل راسب أحمر (صباغ ثنائي الأزو) بمردود قدره 80%

تم متابعة سير التفاعل باستخدام تقنية كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) ، وتم تنقية المنتج وفصله بطريقة كروماتوغرافية.

تم إثبات البنية المتوقعة للصبغ النهائي الذي تم الحصول عليه باستخدام معطيات طيفي الطنين النووي المغناطيسي H^1

($NMR,^{13}C NMR$) ومطيافية الأشعة تحت الحمراء FT-IR.

الكلمات المفتاحية: مركبات أزو حلقيه متغايرة - أصبغة أزو من ١،٣،٤ تيا ديازول

*أستاذ دكتور في الكيمياء العضوية: قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة اللاذقية - اللاذقية - سوريا

**أستاذ دكتور في الكيمياء العضوية: قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة طرطوس - طرطوس - سوريا

***طالبة ماجستير: قسم الكيمياء (كيمياء عضوية) - كلية العلوم - جامعة اللاذقية - اللاذقية - سوريا

Synthesis of a Disazo Dye Starting from Heterocyclic compound

Dr. abd alkarem alhamad*

Dr . Salmam Nassr**

jinan issa***

(Received 23/10/2025.Accepted 27/11/2025)

□ABSTRACT □

In this research, a bifunctional azo dye was synthesized through a two-step process.

Step 1:

The synthesis started from 2-(5-amino-4,3,1-thiadiazol-2-yl) phenol, which was prepared by reacting salicylaldehyde with thiosemicarbazide to form the corresponding Schiff base, 2-(2-hydroxybenzylidene) hydrazinecarbothioamide (salicylaldehyde thiosemicarbazone). Cyclization of this intermediate was carried out in the presence of ferric chloride to obtain 2-(5-amino-4,3,1-thiadiazol-2-yl) phenol. The compound was then diazotized at a temperature between 0–2 °C and coupled with β-naphthol in a 1:1 molar ratio. This reaction produced 1-((5-(2-hydroxyphenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl) diazenyl) naphthalen-2-ol (a monoazo dye) as a green-colored product with a yield of 88%.

Step 2:

In the second step, the monoazo dye obtained from the first stage was reacted with diazotized sulfanilic acid in a 1:1 molar ratio under continuous stirring at room temperature for three hours. This reaction produced a red precipitate corresponding to a diazo dye, with a yield of 80%.

The progress of the reactions was monitored using thin-layer chromatography (TLC). The final product was purified and separated chromatographically. The expected structure of the synthesized dye was confirmed using spectroscopic techniques, including ¹H NMR, ¹³C NMR, and FT-IR analyses.

key words: Heterocyclic azo compounds – azo dyes of 1,3,4 thiadiazole

*Professor (Ph.D.) in Organic Chemistry: Department of Chemistry – Faculty of Science – University of Lattakia – Lattakia, Syria

**Professor (Ph.D.) in Organic Chemistry: Department of Chemistry – Faculty of Science – University of Tartous –Tartous·Syria

***Master's Student: Department of Chemistry (Organic Chemistry) – Faculty of Science – University of Lattakia – Lattakia, Syria

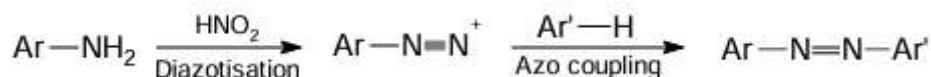
المقدمة

تشكل أصباغ أزو حوالي ٧٠%_٥٠ من الأصباغ العضوية المنتجة في العالم، وذلك نظراً لتحضيرها البسيط وتنوع هيكلها الكبير وتطبيقاتها الواسعة الاستخدام. [١]

تتميز أصباغ أزو بوجود مجموعة أزو واحدة على الأقل $N=N$ تقع بين جذرين عطريين أو تربط بين جذر عطري وحلقة غير متجانسة، ويؤدي وجود هذه المجموعات العطرية إلى ظلال مختلفة لنفس الصبغة تكون بدرجات متباينة من اللون. [٢]

تعتمد خاصية الصباغة على مجموعة الأزو الموجودة في الجزيء، حيث أن مجموعة أزو واحدة غالباً غير كافية لإنتاج صبغة مستقرة، في حين أن مركبات ثنائي الأزو توفر أصباغ ممتازة، حيث أن عمق الظل يتأثر بعدد مجموعات أزو الموجودة في بنية الصباغ. [٣]

حظيت أصباغ أزو التي تحتوي على حلقات غير متجانسة باهتمام كبير حيث توفر صبغة أعلى قواماً (أكثر سماكة وكثافة) وأكثر سطوعاً وثباتاً بالمقارنة مع الأصباغ المرتبطة مع الحلقات العطرية [٣]، وتحضر معظم أصبغة أزو باستعمال تفاعلين كيميائيين على التوالي: هما تفاعل الديأزة وتفاعل التزاوج. [٢]



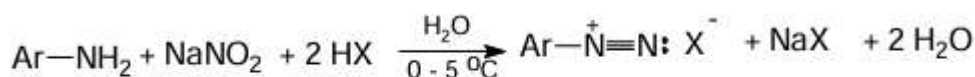
المركبات الحلقية غير المتجانسة:

تشكل المركبات الحلقية غير المتجانسة فئة فريدة من نوعها بسبب قدرتها على المشاركة في مجموعة واسعة من التفاعلات العضوية، ولقد كانت الحلقات غير المتجانسة، التي تحتوي على ذرة واحدة أو أكثر غير الكربون داخل البنية الحلقية، جزءاً لا يتجزأ من جزيئات الأدوية سواء المعتمدة من إدارة الغذاء والدواء الأمريكية (USFDA) وقد أصبحت هذه الحلقات عنصراً أساسياً في اكتشاف الأدوية والكيمياء الدوائية بمرور الوقت، مع فهم أفضل لتأثيرها وقدرتها على تعديل الخصائص الفيزيائية والدوائية للمركبات. [٤]

حيث يعد التنوع البنوي التي تتمتع به هذه المركبات يجعلها من البنى الأساسية لصناعة الأدوية حيث تستخدم كمضادات حيوية، ومضادات للفيروسات، ومضادات للفطريات، ومضادات الأورام، ومضادات الأكسدة، وغيرها، مما يمهد الطريق لعلاجات مبتكرة وتحسين نتائج المرضى. [٥]

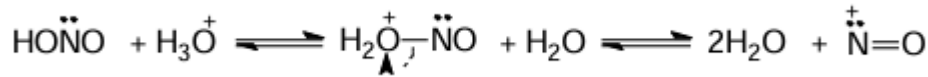
1-تفاعل الديأزة:

ينجز تفاعل الديأزة (بتشكيل ملح الديازونيوم) نتيجة تفاعل بين الأمينات العطرية الأولية وحمض الأزوتي في وسط حمضي، لا يستخدم في تفاعل الديأزة حمض الأزوتي الحر لأنه غير ثابت، وإنما يستخدم حمض الأزوتي المتحرر من تأثير الحموض المعدنية على نترت الصوديوم أو البوتاسيوم (يستعمل غالباً حمض كلور الماء أو حمض الكبريت: [6])

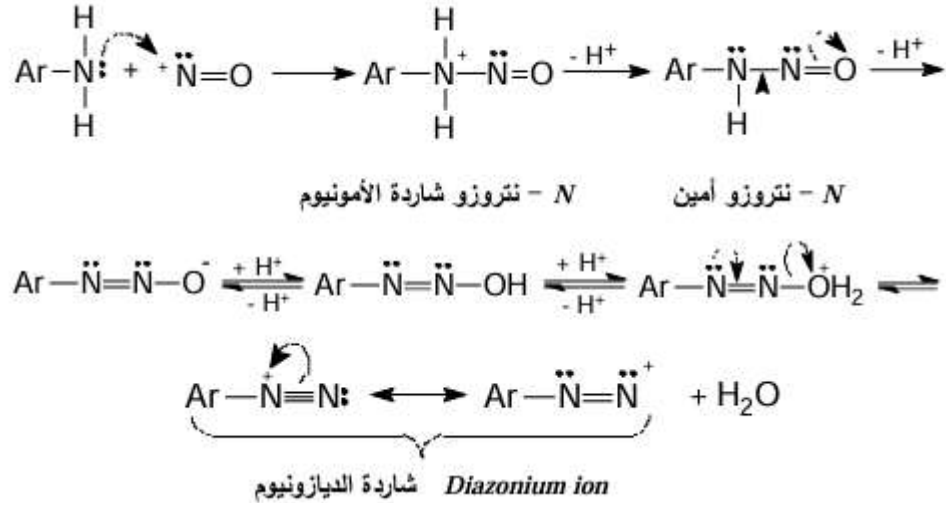


إذ إن: Ar = جذر عطري، X = بقية حمض معدني.

تعد شاردة النتروزينيوم NO^+ الكاشف الإلكتروني فيلي الفعال في تفاعل الديأزة، ويتم تشكيل هذه الشاردة بمعالجة حمض الأزوتي بحمض معدني قوي:

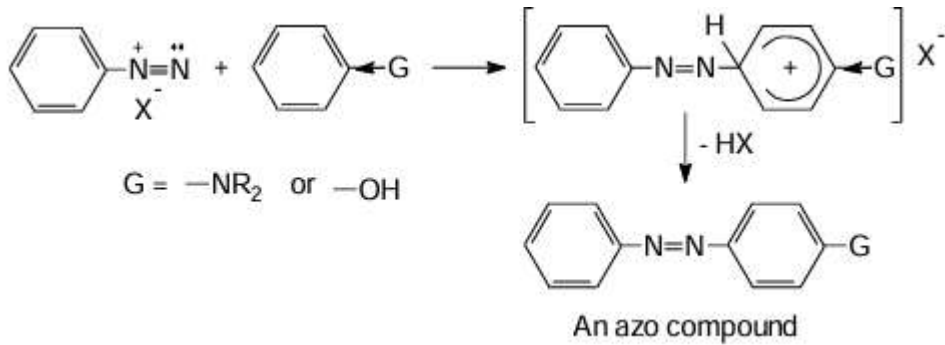


وتجري عملية تشكل ملح الديازونيوم بنتيجة تبادل الكتروليفي على ذرة آزوت مجموعة الأمينو الأولية وفق التفاعل التالي:



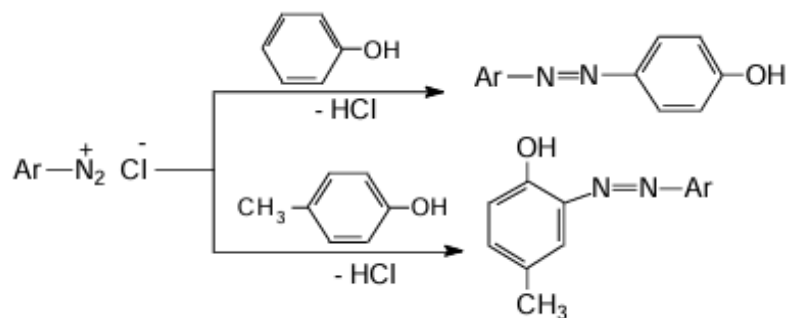
2- تفاعل التزاوج:

تحضر مركبات الأزو من تفاعل ازدواج (تزاوج) أحد أملاح الديازونيوم العطرية مثل الفينولات أو الأمينات العطرية (كاشف الكتروليفي ضعيف) مع المركبات العطرية المنشطة والغنية بالكثافة الإلكترونية (المركبات العطرية المشتقة من البنزن أو النفثالين) وتحتوي على متبادلات مانحة للإلكترونات (ED) مثل $(-\text{OH}, -\text{NH}_2, -\text{NHR}, -\text{NR}_2)$ [٢].

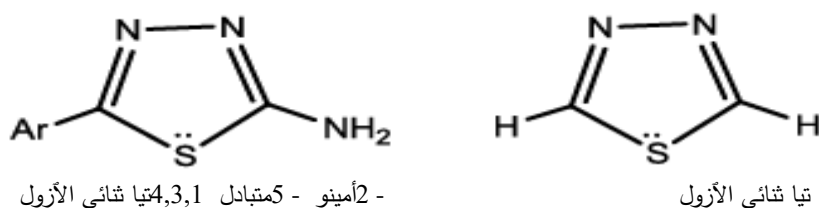


ينتمي تفاعل التزاوج إلى تفاعلات التبادل الإلكتروني العطرية ويؤدي هذا التفاعل إلى تشكل أصبغة أزو، حيث يدعى الأمين الذي يتشكل منه مركب الديازو (الكاشف الفعال) بمكون الديازو أما المركب الذي يتفاعل معه مركب الديازو ليعطي مركب الأزو فيدعى بمكون الأزو (الكاشف الخامل أو القاعدة)، إن وجود متبادلات مانحة للإلكترونات التي تؤدي إلى ظهور شحنات سالبة في الموقع أورثو - وبارا - من الحلقة العطرية، وبذلك يتم دخول كاتيون الديازونيوم إلى الموقع الأغنى بالكثافة الإلكترونية والأقل إعاقه فراغية ولكن

عندما يكون الموقع بارا P- مشغولاً بأحد المتبادلات يحدث التزاوج عندئذٍ O-



تصنف مركبات تيا ثنائي الأزول ضمن المركبات الحلقية غير المتجانسة العطرية وله البنية الكيميائية الآتية:



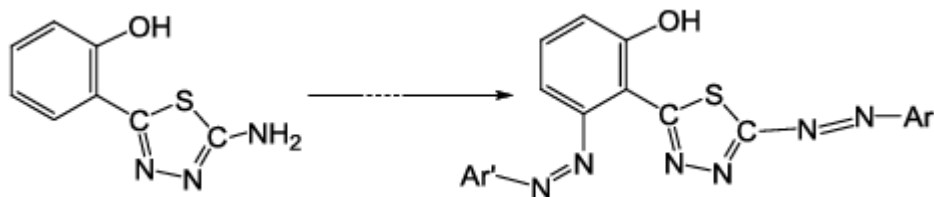
هدف البحث وأهميته:

أهمية البحث:

تأتي أهمية البحث من أن أصبغة الأزو التي يحتوي هيكلها الكربوني أحد المركبات الحلقية غير المتجانسة العطرية بأنها تمتلك ألوان أكثر سطوعاً ووضوحاً وتقدم ألوان زاهية وكثيفة وتعد هذه الألوان ثابتة ومستقرة [٣]، أضف إلى ذلك ، بشكل عام ، تمتلك مشتقات تيا ثنائي الأزول وثلاثي الأزول خصائص بيولوجية مهمة (كمضادات للمكروبات ، وللتهاب وللتدرن الرئوي وأمراض القلب ، ومضادات لبعض أمراض السرطان ، وخافضة لضغط الدم) [٨،٧] ويستخدم بعضها كمادة فعالة سطحياً وتخزين المعلومات البصرية في الأقراص الليزرية [9] ، مما يجعلها تلعب دوراً هاماً في المجال الطبي والصناعة الصيدلانية وغيرها ، وبعضها يشكل معقدات مع بعض الشوارد المعدنية مثل : (Cu(II) Co (II) Ni (II) ، وهذا ما يمكنه أن يفتح مجالاً لاستخدامها في الكيمياء التحليلية أو استخدامها كمثبط لتآكل بعض المعادن [١٠، 11] .

هدف البحث

يهدف البحث إلى تحضير أصبغة ثنائية الأزو جديدة انطلاقاً من مشتقات لمركبات حلقية عطرية غير متجانسة والتي يمكن تصنيفها كمكون للديازو وأيضاً كمكون للأزو واخترنا المركب ٢- (٥-أمينو ١-٣-٤-تيا ثنائي الأزول - ٢-ايل) الفينول



وتحديد شروط التفاعل المناسبة وإثبات البنية الحقيقية للصبغ المحضر باستخدام التقنيات الطيفية الممكنة. وذلك بعد تحضير المركبات الوسيطة حمض السلفانيليك والمركب ٢- (٥-أمينو ١-٣-٤-تيا ديازول ٢-ايل) الفينول

المواد والأجهزة المستخدمة

المواد:

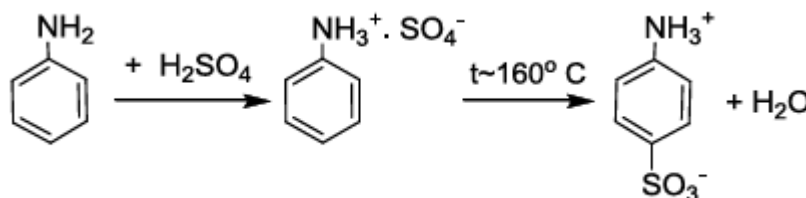
بيتا نفتول - نترتيت الصوديوم - هيدروكسيد الصوديوم - حمض كلور الماء
- حمض كبريت مركز - أنيلين
ثيو سيمي كاربا زيد _ ايثانول ٩٠٪ _ كلوريد الحديد الثلاثي - بارا هيدروكسي البنز ألدهيد
حمض السيتريك + سيترات الصوديوم _ حمض السلفانيليك _ ملح كلوريد الصوديوم _ جليد

الأجهزة والأدوات المستخدمة

تم استخدام الأدوات والأجهزة الآتية: سخان كهربائي مع خلاط مغناطيسي، مبخر دوار، جهاز قياس درجة الحموضة Ph. حمام ثلجي، ميزان حرارة، بعض الأدوات الزجاجية (دورق ذو فتحتين، بياشر، أسطوانات مدرجة، أرلنمايرات، ماصات)، بالإضافة إلى جهاز Melting point لتحديد درجة الانصهار وإلى صفائح كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة من الألمنيوم مطلية بالسيليكا جل ٢٠×٢٠ سم،
جهاز طيف الامتصاص (FT/IR-spectrum-4100) وجهاز الطنين النووي المغناطيسي نموذج Bruker 400MHz.

القسم العملي:

قمنا بتحضير مكون الأزو (حمض السلفانيليك) وفق التفاعل الآتي



نأخذ أرلينة سعة ٢٥٠ مل نضع فيها ١٠ مل أنيلين ثم نضيف ويحذر وبكميات صغيرة ٢٠ مل من حمض الكبريت المركز مع تحريك المزيج بلطف ونبرده من وقت لآخر بحيث نغمس الأرلينة في الماء البارد. نضيف إلى كبريتات الأنيلين المشكلة ٢٠ مل من حمض الكبريت الدخاني ١٠٪ لاختصار مدة التسخين من خمس ساعات إلى ساعة واحدة.

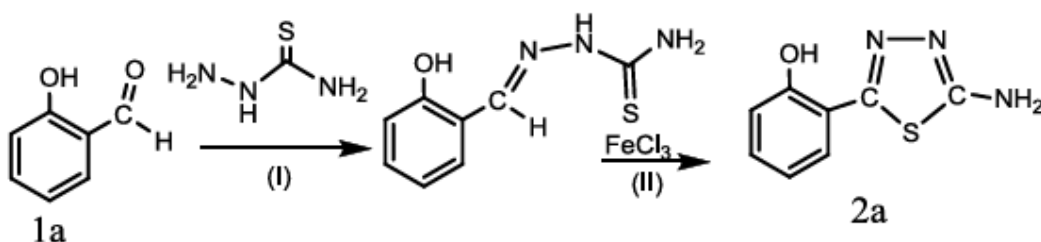
ثم نجفف الأرلينة بوضعها في حمام زيتي بعد تركيب المبرد العكوس عليها ونسخه الى الدرجة ١٦٠ درجة ونحافظ على هذه الدرجة لمدة ساعة.

نترك المزيج ليبرد حتى الدرجة ٥٠ درجة ثم نضيف ويحذر شديد ٥٠ مل من الماء مع ١٠٠ غرام ثلج، نحرك قليلاً فيتشكل حمض السلفانيليك، ندعه يبرد حتى تمام الترسيب وترشح المحلول ونغسل الراسب بالماء ثم نعيد بلورته بالماء الساخن بكمية قليلة، وتم التأكد من بنيتها اعتماداً على توافق درجة الانصهار المقاسة له مع

المثبتة في المراجع وهي ٢٨٩ - ٢٨٨س ودرجة انصهاره [١٢] ٢٨٨

تحضير المركب الحلقي غير المتجانس:

أ: الخطوة الأولى



نأخذ أرلينة سعتها ١٠٠ مل، نذيب (0.01 مول - 1.22 غرام) من 2 هيدروكسي البنز ألدهيد في 12 مل من الإيثانول الساخن ثم نضيف (0.01 مول-1.05 غرام) من ثيو سيمي كاربا زيد منحل في 20 مل من الماء الساخن ببطء مع التحريك المستمر لمدة ثلاث ساعات.

نترك المزيج ليبرد ونلاحظ تشكل راسب أبيض نرشح المحلول ونغسله بالماء المقطر البارد فنحصل على راسب أبيض على شكل بلورات أبرية.

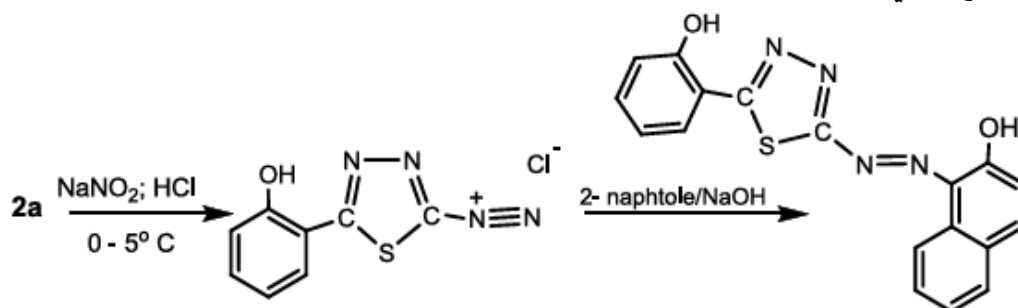
الخطوة الثانية: في أرلنماير سعته 100 مل نذيب (0.005 مول - 1 غرام) من المركب المحضر سابقاً في 100 مل من الماء الساخن، ثم نذيب 0.015 من كلوريد الحديد الثلاثي (مؤكسد) في 50 مل من الماء في بيشر سعته 100 مل.

نضيف وببطء محتويات البيشر إلى الارلنماير مع التحريك المستمر والتسخين حتى الدرجة 80-90 لمدة 45 دقيقة ونلاحظ أثناء الإضافة تغير مستمر في لون المحلول حتى أصبح لونه بني محمر.

نضيف محلول عازل من السيترات الذي يحتوي على حمض الستريك (0.015 مول - 2.9 غرام) وسترات الصوديوم (0.075 مول - 1.9 غرام)

نرشح المحلول الساخن نلاحظ تشكل راسب أسود ونغسل بالماء المقطر البارد.

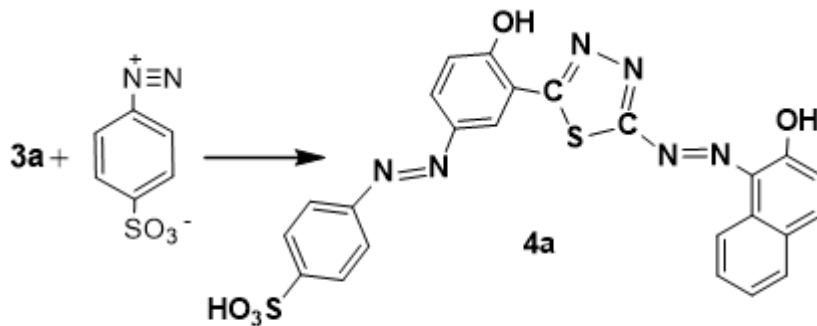
تحضير الصباغ أحادي الأزو:



تحضير ملح الديازونيوم: يذاب (0.005 مول - 0.9 غرام) من مكون الديازو في 10 مل ماء مقطر في بيشر سعته 50 مل ونضيف له 0.6 مل من حمض كلور الماء على محرك مغناطيسي وعند الانحلال التام يبرد المزيج حتى الدرجة ٠ درجة باستخدام مجروش الجليد مع ملح الطعام. بعد التبريد نضيف المحلول 0.35 غرام من نترتيت الصوديوم منحلة في 1.5 مل ماء مقطر ببطء مع التحريك المستمر لمدة 30 دقيقة فيتشكل ملح ديازونيوم.

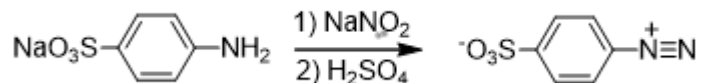
تحضير مكون الأزو: نذيب (0.005 مول - 0.72 غرام) من بيتا نفتول في 8 مل ماء مقطر في بيشر سعته 50 مل ونضيف 0.2 غرام من هيدروكسيد الصوديوم إلى المحلول مع التحريك المستمر حتى الانحلال التام.

نبرد المزيج حتى الدرجة صفر باستخدام مجروش الجليد مع ملح الطعام
تحضير الصباغ: نضيف مكونات البيشر الأول ببطء وبالتدرج إلى مكونات البيشر الثاني مع التحريك والمحافظة على درجة الحرارة 0 درجة، فنلاحظ تشكل راسب أخضر اللون.
 نترك المحلول ليرقد لمدة ساعة ثم نرشح ونحصل على الصباغ الأخضر.
تحضير الصباغ ثنائي الأزو:



4-((E)-4-hydroxy-3-(5-((E)-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)diazenyl)-1,3,4-thiadiazol-2-yl)phenyl)diazenyl)benzenesulfonic acid

تحضير ملح الديازونيوم: في بيشر سعته 50 مل مزود بمحرك مغناطيسي نضع (0.002 مول - 0.34 غرام) من حمض السلفانيليك ونسكب فوقه 0.32 غرام من هيدروكسيد الصوديوم منحل في 7 مل ماء مقطر ونحرك ببطء حتى الانحلال التام.



حيث أن حمض السلفانيليك ضعيف الانحلال في الماء لذلك يحول إلى ملح الصوديوم الذواب أي يجب أن يكون الوسط قلوياً بعد انحلال حمض السلفانيليك بشكل كامل.

وبعد الانحلال نضيف 0.138 غرام من نترت الصوديوم منحل في 3 مل ماء مقطر.
 نبرد المزيج حتى الدرجة 0 _ 2 درجة باستخدام مجروش الجليد مع ملح الطعام.
 بعدها نضيف 0.4 مل من حمض كلور الماء نلاحظ مباشرة تحول اللون إلى أصفر وتشكل ملح الديازونيوم، نستمر بالتحريك لمدة ساعة مع المحافظة على درجة الحرارة منخفضة.

تحضير مكون الأزو: نأخذ (0.002 مول - 0.9 غرام) من الصباغ الأحادي المحضر في بيشر سعته 100 مل ونضيف 0.08 غرام من هيدروكسيد الصوديوم منحل في 10 مل ماء مقطر مع التحريك المستمر حتى الانحلال التام.

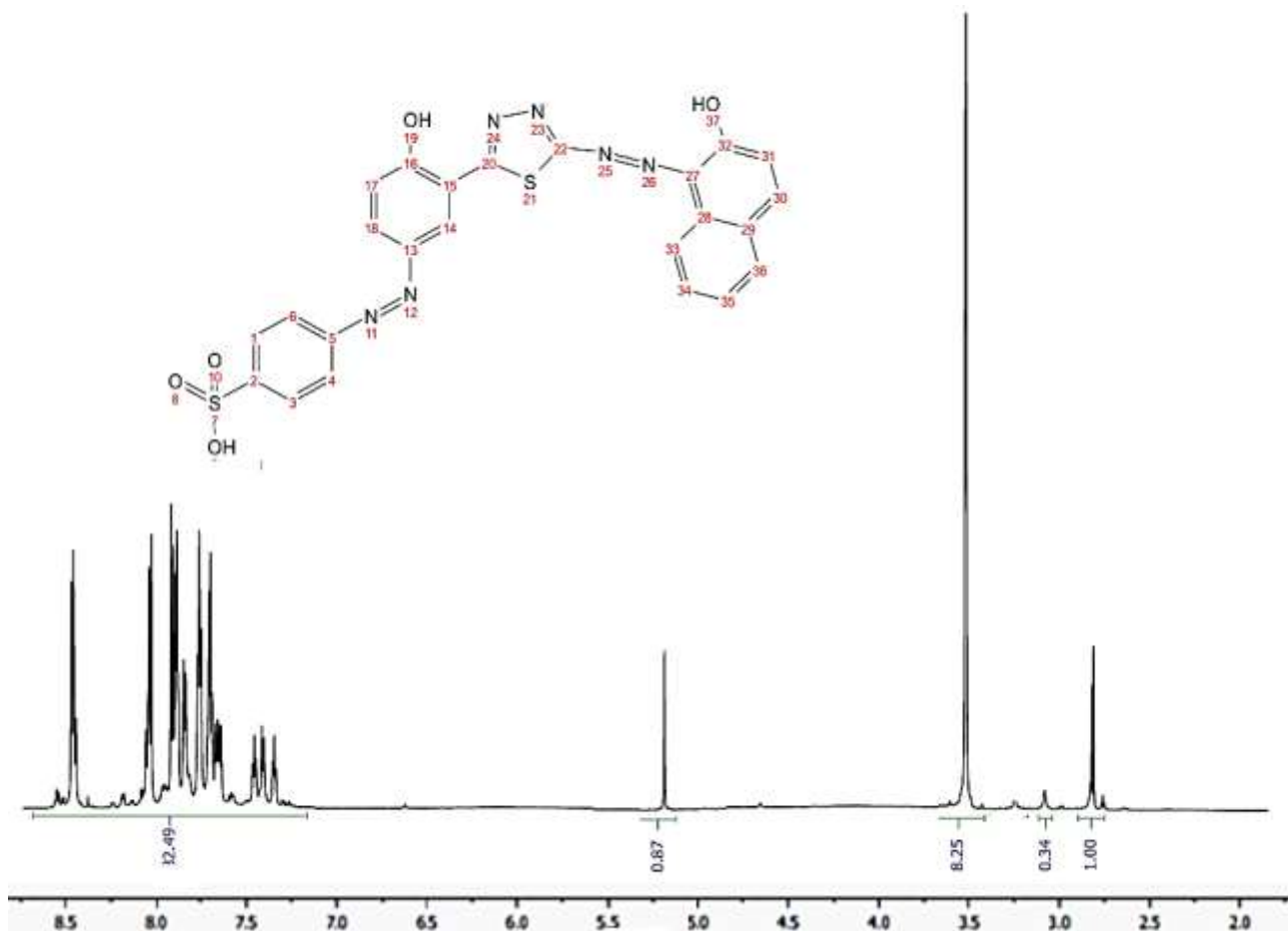
نبرد المزيج حتى الدرجة صفر باستخدام مجروش الجليد مع ملح الطعام.

تحضير الصباغ: نضيف محتويات البيشر الأول إلى محتويات البيشر الثاني بالتدريج وخلال 15 دقيقة ومع استمرار التحريك نلاحظ تغير لون المحلول إلى اللون الأحمر نستمر بالتحريك لمدة ساعتين. وبعد ذوبان الجليد نترك المحلول لمدة ٤٨ ساعة نلاحظ تشكل راسب أسود محمر نرشح المحلول ويغسل بالماء المقطر البارد

• النتائج والمناقشة:

تم اصطناع الصباغ ثنائي الأزو a٤ وفق التفاعل المشار إليه في هدف البحث وطريقة العمل، وتم إثبات البنية المتوقعة لهذا المركب من معطيات طيفي الطنين النووي المغناطيسي $^1H, ^{13}CNMR$ وتحت الأحمر IR. ويمكن تلخيص خطوات الاصطناع وفق المراحل الآتية

١. مرحلة التكايف بين ٢- هيدروكسي البنز الدهيد مع ثيو سيمي كاريا زيد لتكوين قاعدة شيف.
٢. مرحلة التعلق بأكسدة اساس شيف السابق باستخدام كلوريد الحديد الثلاثي لتكوين ٢- (٥- أمينو ١-٣-٤- تيا ديازول ٢- ايل) الفينول (مركب حلقي غير متجانس)
٣. مرحلة الديأزة وتشكيل ملح ديازونيوم للمركب السابق (ناتج المرحلة ٢)
٤. مرحلة التزاوج بالتفاعل مع النفتول-٢ (مكون أزو)
٥. تحضير حمض السلفانيليك (مكون الديازو الثاني) من خلال سلفنة الإثيلين وديأزته
٦. انجاز تفاعل التزاوج (الاقتزان) مع ناتج المرحلة ٤ والحصول على الصباغ ثنائي الأزو.
٧. إثبات بنية الصباغ المحضر وفق معطيات طيف الطنين النووي المغناطيسي ^1H-NMR ، و $C-^{13}$ NMR وطيف الأشعة تحت الحمراء FT-IR.

(الشكل ١: طيف $^1\text{H-NMR}$ للناتج (DMSO, $\delta\text{TMS} = 0 \text{ ppm}$, 400MHz)

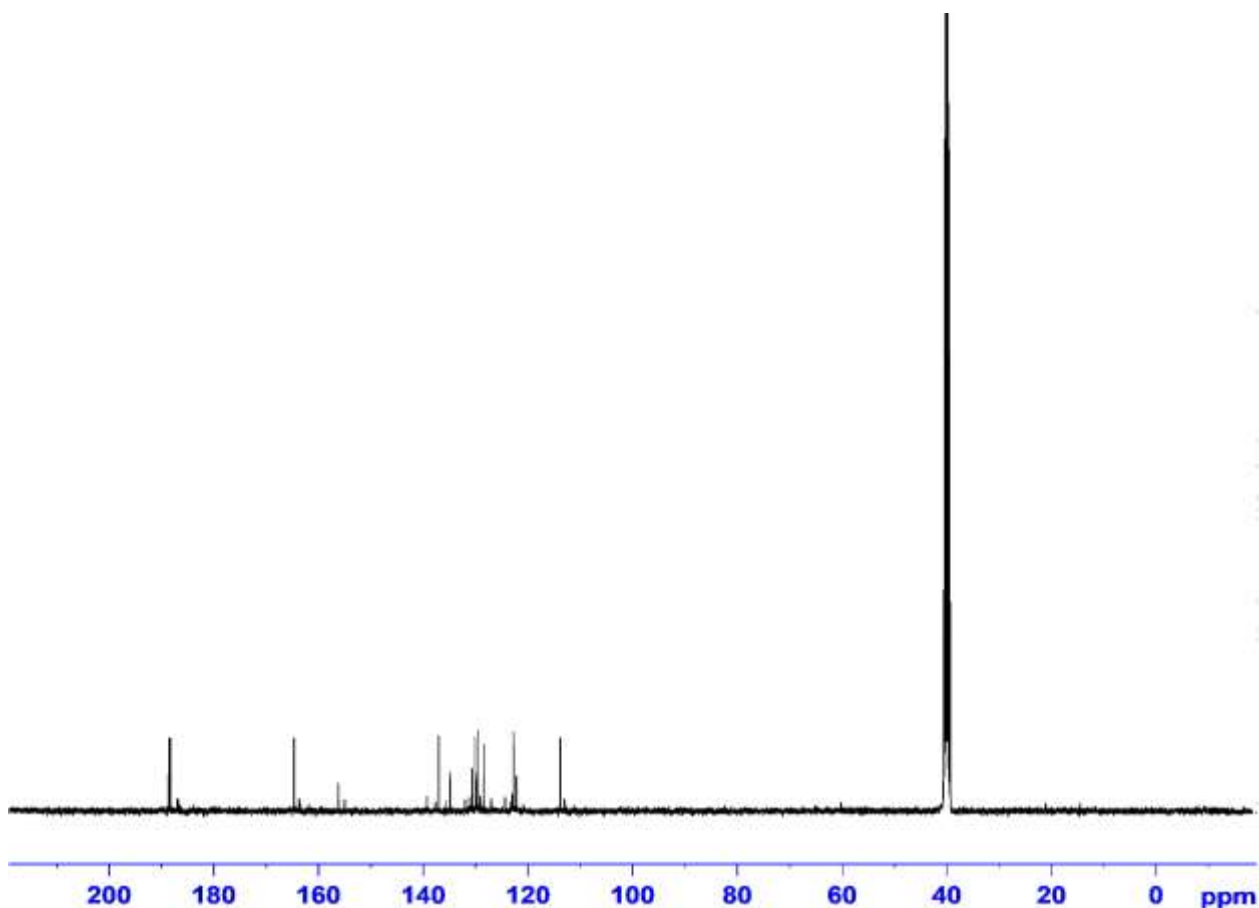
تم سحب طيف النووي البروتوني للصبغ 4a باستخدام مذيب DMSO، حيث نلاحظ ظهور ١٤ إشارة وفق انزياحات مختلفة حيث نلاحظ ظهور بعض البروتونات العائدة للحلقات العطرية في حقل قوي نتيجة تأثرها بالمجموعات الوظيفية المجاورة وبعضها في حقل أقل، كما نلاحظ ظهور البروتون الحمضي في مجموعة السلفونيك في حقل ضعيف يقدر انزياحه ب ٢,٠ بالإضافة إلى برتونات فينولية عند الانزياح ٥,٣٥ مع ملاحظة ظهور بروتون المذيب DMSO عند الانزياح ٣,٥.

(الجدول ١: قيم الانزياحات الكيميائية في طيف الطنين النووي المغناطيسي البروتوني للصبغ الناتج)

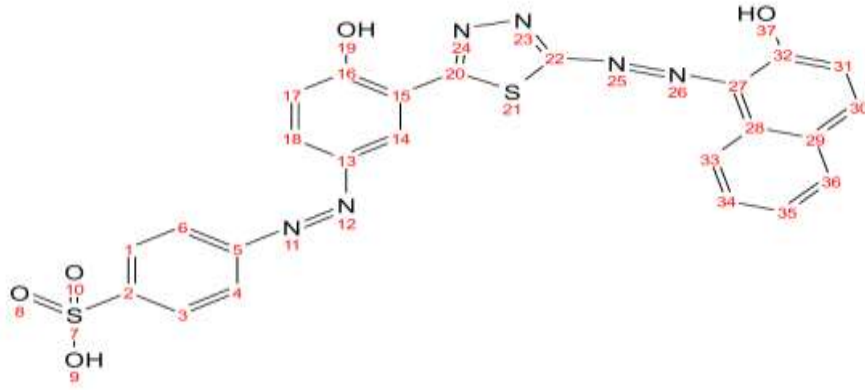
نوع ذرة الهيدروجين	$^1\text{H-NMR}$ [δ -PPm]	ذرة الهيدروجين	نوع ذرة الهيدروجين	$^1\text{H-NMR}$ [δ -PPm]	ذرة الهيدروجين
عطرية	8.07 (m, 1H)	H33	عطرية	8.06 (d, 2H)	H3 H1
عطرية	7.53 (m, 1H)	H34	عطرية	8.50 (d, 2H)	H6 H4
عطرية	7.44 (m, 1H)	H35	عطرية	8.22 (m, 1H)	H14
عطرية	8.04 (m, 1H)	H36	عطرية	7.21 (m, 1H)	H17
O - H	5.35 (s, 1H)	H37 H19	عطرية	7.79 (m, 1H)	H18
S - H	2.7	H9	عطرية	7.83	H30

	(s,1H)			(m, 1H)	
			عطرية	6.98 (m,1H)	H31

تم تسجيل طيف $^{13}\text{C-NMR}$ للمركب في DMSO-d_6 . تظهر معظم الإشارات في نطاق ١٢٠-١٥٠ ppm، وهو ما يتوافق مع التوزيع المتوقع لكربونات الحلقات العطرية والهيتروأروماتية في البنية المقترحة. لا تظهر إشارات أليفاتية واضحة ضمن الطيف (باستثناء قمة مذيب DMSO عند ≈ 39.5 ppm). ذرات الكربون المتأثرة بالنيتروجين/الروابط الزوجية (C=N ، كربونات مجاورة للـ N أو للسلفونيل) تقع عند الإزاحات الأعلى ($\approx 130-145$ ppm). التراكب بين بعض القمم في نطاق ١٢٢-١٢٨ ppm يشير إلى تشابه بيئات عدة كربونات أروماتية؛ لذلك تم استخدام المطابقة بين القيم المتوقعة والمقاسة لتعيين الذرات.

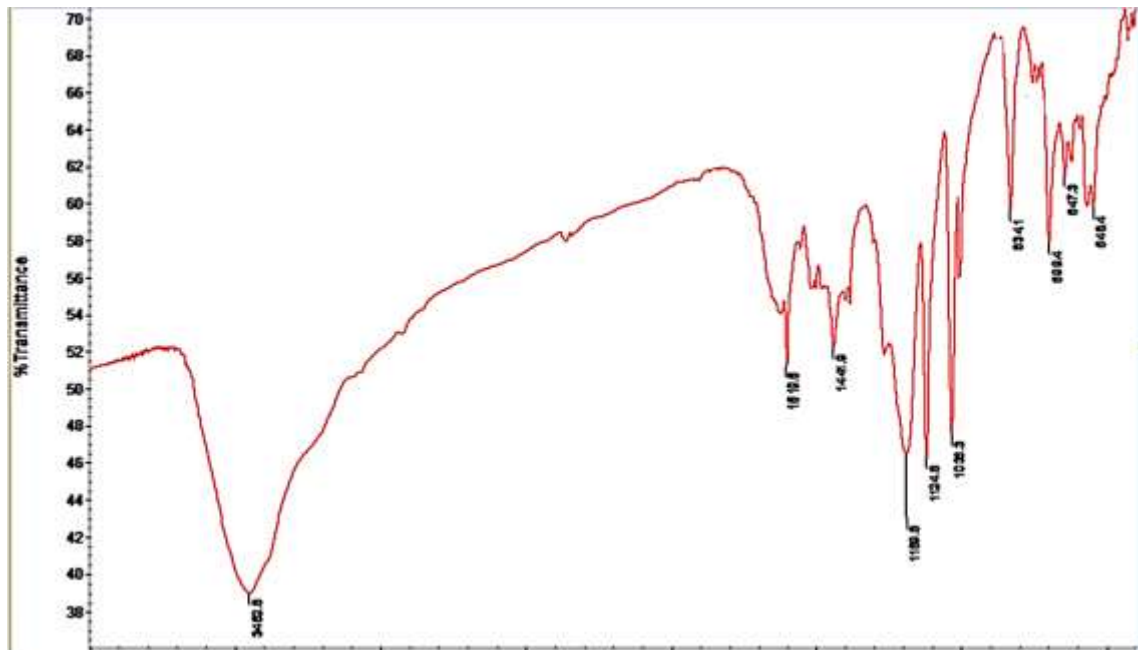


(الشكل ٢: طيف $^{13}\text{C NMR}$ في DMSO , $\delta\text{TMS} = 0$ ppm, 400 mhz)



(الجدول ٢: قيم الانزياحات الكيميائية في طيف الطنين النووي المغناطيسي الكربوني للمركب الناتج)

الانزياح الكيميائي	رقم ذرة الكربون	الانزياح الكيميائي	رقم ذرة الكربون	الانزياح الكيميائي	رقم ذرة الكربون
143.1	C30	157.4	C16	123.2	C3 C1
123.4	C31	116.7	C17	124.3	C4 C6
162.0	C32	124.4	C18	١٤٧.٧	C2
129.5	C33	182.1	C20	156.5	C5
126.8	C34	155.4	C22	145.8	C13
123.9	C35	132.2	C27	123.3	C14
128.0	C36	131.8	C28	124.0	C15
		129.0	C29		



الشكل ٣: طيف الأشعة تحت الحمراء للصباغ الناتج

(الجدول ٣: تفسير طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب الناتج)

H-S	N=N	C=S	C=N	SO3	OH	المجموعة الوظيفية
648	١٤٤١	1030	1610	1124	3460	الامتطاط

الاستنتاجات والتوصيات:

أشرنا في هذا العمل الى تحضير صبغ ثنائي الأزو انطلاقاً من مركبات حلقيه غير متجانسة المعروفة بأهميتها في الاصطناع العضوي وتم إثبات بنية الصباغ بالاعتماد على الطرق المطيافية الحديثة. نقترح استقصاء الفوائد المحتملة للصبغ سواء في مجال التطبيق كأصبغة أو في مجال الصناعات الدوائية.

المراجع

- [1] K. Hunger, 2003, *Industrial Dyes Chemistry, Properties, Applications*, Frankfurt, Germany.
- [2] - F. A. Carey, 2000., *Organic Chemistry*, Fourth Edition, University of Virginia.
- [٣] – Otutu, J. O., Efurhievwe, E. M., & Ameru, S. U. (2014). *Synthesis and application of disazo dyes derived from 2-amino-5-mercapto-1, 3, 4-thiadiazole and 2-chloroaniline on acrylic fabric and nylon 66 fabric. Curr. Res. Chem, 6, 1-9.*
- [٤] Pibiri, I. (2024). *Recent advances: Heterocycles in drugs and drug discovery*. International journal of molecular sciences, 25(17), 9503.
- [٥] - Bansal, N., Dadwal, A., & Kumar, B. (2025). *Key heterocyclic moieties for thnextfive years of drug discovery and development*. Future Medicinal Chemistry, 1-3.
- [٦]– B. Gung, and R, Taylor, (2004); " *Parallel Combinatorial Synthesis of Azodyes* " J. Chem. 1630.
- [٧]– WUJEC, M. PITUCHA, M. KOSIKOWSKA,U. (2004).*Synthesis and potential antimycotic activity of 4-substituted-3-(thiophene-2-yl-methyl)- Δ^2 -1,2,4-triazoline-5-thiones*, Poland, Acta Pharm.٥٤, 251–260 p.
- [٨]– EL-SAYED, R, 2006. *Synthesis, antibacterial and surface activity of 1,2,4-triazole derivatives*, grasas y aceites, 57 (2), 180-188 p.
- [٩] – SEFEROGLU, (2008), Z. NERMIN ERTAN, N. *The synthesis, spectroscopic properties and crystal structure of novel, bis-hetarylazo disperse dyes*, Turkey, Dyes and Pigments, 77, 614-625 p.
- [١٠] - M. guido, A. loche,2001, *Synthesis of 2 – amino -5-sulfanyl -1,3,4 – thiadiazole derivatives and evaluation of their antidepressant and anxiolytic activity*, J. Med. Chem., 44, p. 931- 936.
- [11] - M. Bbarboiu, M. Cimpoesu, 1996, *Synthesis and biological activity of metal complexes of 1,3,4- thiadiazole derivatives, Metal Based drugs (Italy)*, Vol. 3, No. 5, p. 227 – 232.

[١٢] - أ.د. سلمان نصر، ٢٠١١، *كيمياء الأصبغة*. منشورات جامعة حمص، كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية.