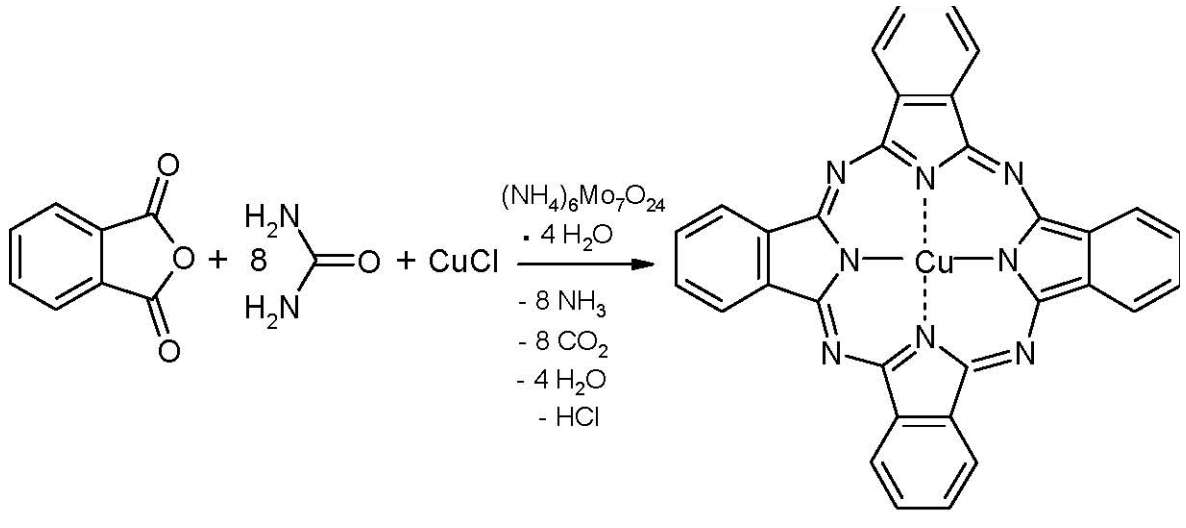
5009 تخليق فثالوسيانين النحاس



المراجع Literature

Classic synthesis: F. H. Moser, A. L. Thomas, *Phthalocyanine Compounds,* Reinhold, New York **1963**; microwave application: A. Shaabani, *J. Chem. Research (S)* **1998,** 672-673

انواع التفاعلات واصناف المواد

تفاعل مجموعة الكاربونيل في مشتقات الحوامض الكاربوكسيليه, تفاعل اغلاق الحلقه انهيدريد الحامض الكاربوكسيلي, مشتقات الحامض الكربوني, الحلقات غير المتجانسه,الصباغ.

طرق العمل

التفاعلات بمساعدة الميكروويف, التحريك بواسطة قضيب تحريك مغناطيسي, التسخين تحت المكثف الرجع, الاستخلاص, الترشيح, تسريب الغازات.

التعليمات (على نطاق 4.5 ملمول)

التجهيزات

نظام ميكروويف ETHOS 1600, انبوب زجاج (40 سم, 29NS) دورق زجاجي ذو رقبتين, مكثف راجع, محرك مغناطيسي مع سخان, قضيب تحريك مغناطيسي دورق غسل عدد 2 , منظم مع خرطوم.

المواد

يوريا (درجة انصهار132.5- 134.5 مْ)	5.53 غم (92.0ملمول)
فثاليك انهيدريد (درجة انصهار129-132مْ)	2.67غم (18.(ملمول)
كلوريد النحاس(1)	500ملغم (5.00 ملمول)
هبتاموليبدات الامونيوم	75 ملغم(0.061ملمول)
حامض الهيدروكلوريك المركز (32%)	5 مل
ايثانول (درجة غليان 78%)	80 مل

التفاعل

يتكون جهاز التفاعل من دورق ذو رقبتين مع مجس حراره ومكثف راجع. ويرتبط المكثف الراجع بوصله زجاجيه مربوطه بخرطوم وبدوره الى المجرى لتسريب الغازات المتكونه اثناء التفاعل. يربط الانبوب الى دورق غسل –امان-فارغ وهذا بدوره مربوط مع دورق اخر يحتوي على 300 مل من الماء.
يوضع في دورق التفاعل خليط من اليوريا 5.53 غم (92.0ملمول), فثاليك انهيدريد2.67غم (18.(ملمول),و هبتامولیبدات الامونيوم 75 ملغم(0.061ملمول).بعد اضافة نقطتين من الماء يركب جهاز التفاعل في نظام الميكروويف مع انبوب الزجاج (انظر التعليمات التقنيه ,لجهاز التكثيف الراجع المعياري المستعمل في نظام الميكروويف). من الضروري ان نجعل مخلوط التفاعل متجانسا نظرا لان الذوبان التام يحصل بعد دقيقتين. يسلط اشعاع قوته 1000واط لمدة 10 دقائق على درجة حرارة 250 مْ .بعد مرور نصف الوقت يتجمد المصهور الي كتله مساميه بنفسجيه.

اكمال العمل

بعد تبريد الماده الصلبه المتكونه الى درجة حرارة تقطع داخل دورق التفاعل ثم يضاف لها 50 مل من الماء وكذلك 5 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز ثم يعاد تركيب الدورق في مكانه داخل نظام الميكروويف- كما مر انفا - مع قضيب تحريك مغناطيسي ومجس حراره ومكثف راجع ولكن بدون انبوب التسريب. يسخن الخليط مع التحريك لمدة 10 دقائق على درجة حرارة 102 مْ باشعاع قوته 800واط . حيث المواد المتفاعله الزائده تستخلص من الماده الصلبه. بعد التبريد يرشح الصلب فوق ورقة ترشيح مطويه ويغسل فوق الورقه ب50 مل من الماء , ثم بالقليل من الاثانول ثم يجفف. الناتج الخام: 2.40 غم من الماده الصلبه البنفسجيه.

يوضع الناتج الخام مع 50 مل من الاثانول في دورق ذو رقبتين ثم يعاد تركيب الدورق في مكانه داخل نظام الميكروويف- كما مر انفا - مع قضيب تحريك مغناطيسي ومجس حراره ومكثف راجع. يسخن الخليط مع التحريك لمدة 10 دقائق على درجة حرارة 80 مْ باشعاع قوته 500واط, حيث الناتج الجانبي دايهيدروفثالوسيانين يستخلص من الماده الصلبه. بعد التبريد الى درجة 50مْ يرشح الناتج فوق ورقة ترشيح مطويه,ثم يغسل بواسطة 20 مل من الاثانول على ورقة الترشيح ويجفف داخل مجفف تحت ضغط منخفض.
الناتج: 2.15 غم (3,73ملمول, 83%) بلورات لامعه بنفسجيه,غير قابله للذوبان في المذيبات العضويه.

يمكن ان يستعمل سلوك الماده اثناء الانصهار كمعيار للنقاوه: تعتبر الماده نقيه اذا تجاوزت درجة الحراره 200 مْ ولم يلاحظ اي انصهار او تحلل. والماده المنقاه هنا ثابته حتى درجة حرارة 360 مْ. الناتج الجانبي دايهيدروفثالوسيانين ينصهر ويتحلل على درجة 195 – 197 مْ.

تعليقات

يسهل جريان طاقة الميكروويف في الخليط الصلب عند اضافة نقطتين من الماء قبل بدء التفاعل.

ادارة المخلفات

التخلص من الفضلات

الفضلات	التخلص منها
الراشح المائي	يعادل, ثم مخاليط المذيبات المائيه,يحتوي على هالوجين,ويحتوي على فلزات ثقيله.
الراشح الكحولي	مخاليط المذيبات المائيه,خال من الهالوجين

زمن التجربه

1الى 2 ساعه

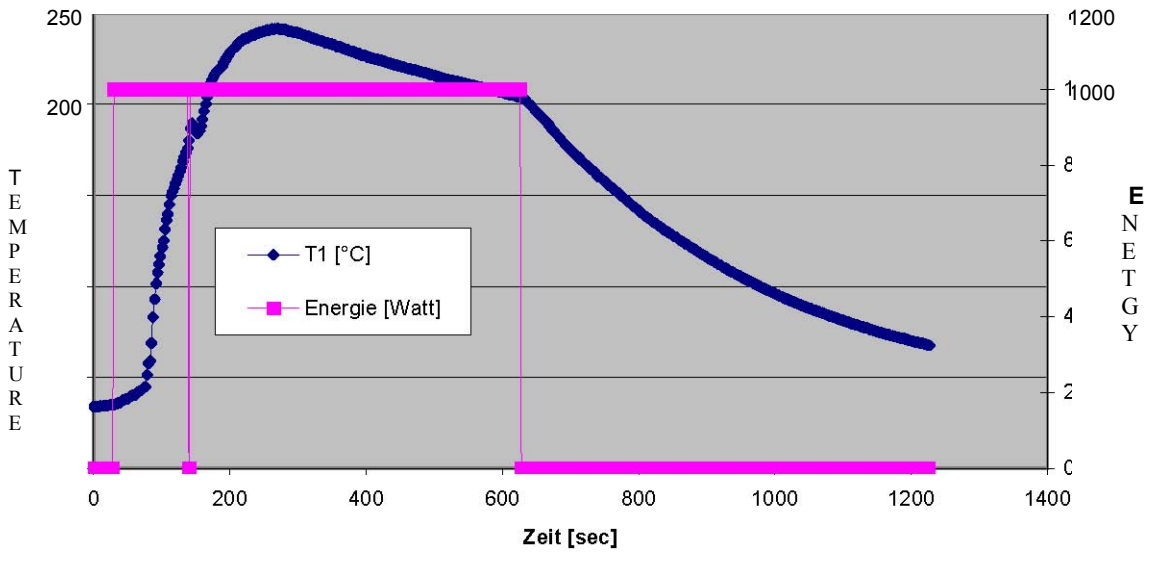
استراحه

بين المعالجات بالميكروويف.

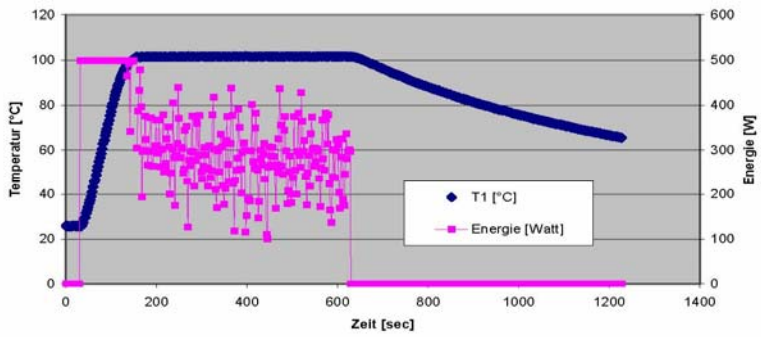
التحليل

اعتماد خطوات العمل في حقل الميكروويف على الزمن ودرجة الحراره.

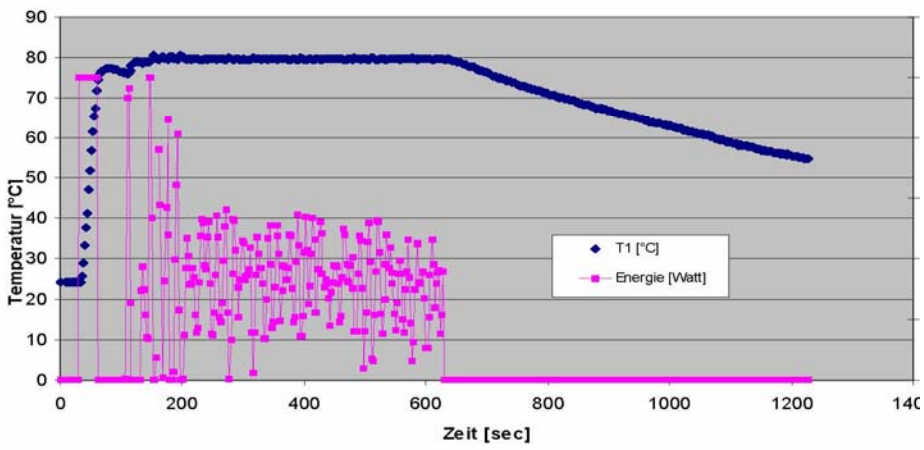
تخليق نحاس(II) فثالوسيانين



Extraction of crude copper(II)-phthalocyanine with diluted hydrochloric acid



Extraction of copper(II)-phthalocyanine with ethanol



طيف الاشعه تحت الحمراء لفثالوسيانين النحاس (II) (KBr)