



سنتر رنگینه‌های دندانه‌ای آزو با استفاده از بستر نانوسیلیکا کرومیک اسید

احمد اکبری^{۱*}, عبدالحمید بامنیری^۲, عباس شایانفر^۳

۱- استادیار، پژوهشکده علوم و فناوری نانو، دانشگاه کاشان، کاشان، ایران، صندوق پستی: ۸۷۳۱۷-۵۱۱۶۷

دانشکده معماری و هنر، دانشگاه کاشان، کاشان، ایران، صندوق پستی: ۸۷۳۱۷-۵۱۱۶۷

۲- دانشیار، دانشکده شیمی، دانشگاه کاشان، کاشان، ایران، صندوق پستی: ۸۷۳۱۷-۵۱۱۶۷

۳- کارشناس ارشد، پژوهشکده علوم و فناوری نانو، دانشگاه کاشان، کاشان، ایران، صندوق پستی: ۸۷۳۱۷-۵۱۱۶۷

در دسترس به صورت الکترونیکی از: ۱۳۹۰/۳/۲۰ تاریخ دریافت: ۸۹/۵/۱۸ تاریخ پذیرش: ۸۹/۲/۱۲

چکیده

تحقیق حاضر یک روش سریع و جدید برای سنتر دو رنگینه دندانه‌ای مونو آزو را توضیح می‌دهد. در این روش نمک دی‌آزنیوم (ArN_2^+ - CrO_3-SiO_2) از آسیاب نمودن و مخلوط کردن ۲-آمینو بنزوئیک اسید به عنوان ترکیب دی‌آزو با سدیم نیتریت، سیلیکا ژل مرطوب و نانوسیلیکا کرومیک اسید بدون استفاده از حلal در دمای اتاق تهیه شد. نمک دی‌آزنیوم حاصل در حالت خشک در دمای اتاق پایدار است. رنگینه‌های مونو آزو از حفت شدن نمک حاصل با ۱ و ۲-نفتوكسید به عنوان ترکیبات جفت شونده به تفکیک با بازده خوب تا عالی تهیه شدند. از روش‌های دستگاهی از قبیل $FT-IR$, $^{13}CNMR$ و 1HNMR برای شناسایی دو رنگینه به دست آمده استفاده شد. رنگینه‌های سنتر شده برای رنگرزی الیاف پشمی به روش دندانه دادن پس از رنگرزی با دی‌کرومات پتابسیم مورد استفاده قرار گرفت. مشخصات رنگی و ثبات شستشویی نمونه‌های رنگرزی شده اندازه‌گیری شد. نتایج نشان داد که نمونه‌های رنگرزی شده و دندانه داده شده دارای شیدهای رنگی تقریباً یکسان بوده و ثبات شستشویی آنها در محدوده ۳ است.

واژه‌های کلیدی: رنگینه آزو، نانو سیلیکا کرومیک اسید، ۱-نفتل، ۲-نفتل، رنگرزی، رنگینه دندانه‌ای.

Synthesis of Monoazo Mordant Dyes by Nanosilica Chromic Acid

A. Akbari^{*1}, A. Bamoniri², A. Shayanfar³

¹ Institute of Nanoscience and Nanotechnology, University of Kashan, P.O. Box:87317-51167, Kashan, Iran.

Faculty of Architecture and Art, University of Kashan, P.O. Box:87317-51167, Kashan, Iran

² Faculty of Chemistry, University of Kashan, P.O. Box:87317-51167, Kashan, Iran

³ Institute of Nanoscience and Nanotechnology, University of Kashan, P.O. Box:87317-51167, Kashan, Iran.

Abstract

The present study describes a rapid and novel method for the synthesis of two monoazo mordant dyes. In this method, diazonium salt (ArN_2^+ - CrO_3-SiO_2) was prepared via grinding of 2-amino benzoic acid as diazo component, $NaNO_2$, wet SiO_2 and nano silica chromic acid without solvent at room temperature. The obtained diazonium salt was sufficiently stable to be kept at room temperature in the dry state. Azo dyes were prepared by coupling of (ArN_2^+ - CrO_3-SiO_2) with 1 and 2-naphthoxide as coupling components, in good to excellent yields. The analytical methods such as $FT-IR$, $^{13}CNMR$ and 1HNMR were used for identification of two synthesized dyes. Synthesized monoazo mordant dyes were applied to dyeing wool in after chrome method. The chromaticity co-ordinations and wash fastness of samples were measured. The results showed that the hues of both dyed and mordanted samples are the same and their wash fastnesses are 3. J. Color Sci. Tech. 5(2011), 29-34 © Institute for Color Science and Technology.

Keywords: Azo dye, Nanosilica chromic acid, 1-Naphthol, 2-Naphthol, Dyeing, Mordant dye.

[۴،۵]. در صورتی که گروه‌های کشنده الکترون به ویژه گروه نیترو در موقعیت ارتو یا پارای نمک دی‌آزونیوم استخلاف شده باشد خاصیت الکترون دوستی نمک افزایش یافته و واکنش استخلافی الکترون دوستی کامل‌تر و سریع‌تر صورت می‌گیرد.

همان‌طور که ملاحظه می‌شود در این واکنش‌ها از اسید و باز به عنوان کمک واکنش‌گر استفاده می‌شود که منجر به تولید پساب‌های شدیداً اسیدی و یا قلیایی شده و تخلیه آنها به مجاری فاضلاب به محیط زیست آسیب می‌رساند که این مهم خود یکی از محدودیت‌های این روش محسوب می‌شود. امروزه توجه زیادی به استفاده از اسیدهای جامد به جای اسیدهای مایع شده است [۶-۸]. اسیدهای جامد مزایای زیادی نسبت به اسیدهای مایع دارند که از آن جمله می‌توان به جابجایی آسان، کاهش خوردگی راکتور و ظروف و حفظ محیط زیست اشاره نمود. همچنین اسیدهای جامد می‌توانند از ایجاد مواد زائد و محصولات فرعی جلوگیری نموده یا به حداقل بررسانند. علاوه بر این، عامل مهم در پژوهش‌های صنعتی برقراری سیستم‌های ناهمگن بوده که موجب انجام واکنش‌های مربوطه به نحو مطلوب می‌باشد. اخیراً اسیدهای جامد متفاوتی برای تهیه رنگینه‌های آزو استفاده شده است [۹].

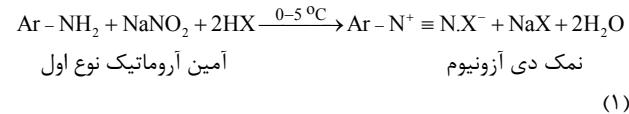
بنابر تقسیم‌بندی کاربردی، رنگینه‌های دندانهای یا کرومی یکی از رنگینه‌هایی است که امروزه بیشتر برای رنگرزی کالای پشمی مورد استفاده قرار می‌گیرد. از نظر ساختار شیمیایی رنگینه‌های دندانهای بسیار شبیه رنگینه‌های اسیدی می‌باشد و صرفاً به دلیل حضور یک گروه هیدروکسی، آمین یا کربوکسیل در موقعیت ارتو نسبت به گروه آزو یا کربونیل در ساختار خود قادر به تشکیل کمپلکس پایدار از طریق پیوندهای کوئردننس و کووالانس با املاح فلزاتی چون کروم، آهن، مس، آلومینیوم و قلع هستند. تشکیل کمپلکس بین رنگینه و فلز از یک طرف و واکنش کمپلکس حاصل با الیاف پشمی از طرف دیگر علاوه بر تغییر رنگ باعث بهبود ثبات نوری و شستشوی رنگینه روی کالا می‌شود [۱۰]. پایداری کمپلکس حاصل به حلقه‌های پنج یا شش ضلعی تشکیل شده، تعداد حلقه‌های تشکیل شده، خاصیت بازی اتم فلزی دهنده جفت الکترون (نیتروژن یا اکسیژن) و ماهیت یون فلزی به عنوان دندانه بستگی دارد. در بین املاح فوق، یون‌های کروم بیشترین پایداری را در تشکیل کمپلکس دارد و لذا در رنگرزی بیشتر از املاح کروم به صورت دی‌کرومات پتاسیم یا سدیم استفاده می‌شود [۱۱].

هدف از انجام این تحقیق بررسی امکان انجام واکنش‌های دی‌آزوتاسیون و جفت شدن با استفاده از بستر نانوسیلیکا کرومیک اسید بدون استفاده از حلال و در دمای اتاق به منظور تهیه دو رنگینه آزویی می‌باشد که از ۱-نفتل و ۲-نفتل به عنوان اجزای جفت شونده استفاده شده است. شایان ذکر است که در این پژوهش از نانو سیلیکا کرومیک اسید به عنوان یک بستر اسیدی جامد برای اولین بار در تهیه رنگینه‌های آزو استفاده شده است. از روش‌های دستگاهی چون

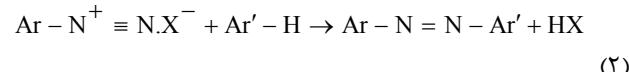
۱- مقدمه

رنگینه‌های آزو یکی از مهم‌ترین رنگینه‌های صنعت نساجی بوده که به طور وسیعی برای رنگرزی کالای نساجی مورد استفاده قرار می‌گیرند. مشخصه بارز این رنگینه‌ها حضور یک یا بیشتر گروه کروموفوری آزو ($N=N-$) متصل به اتم‌های کربن با هیبرید sp^2 است. گروه آزو به طور معمول به حلقه‌ای بنزن، نفتالین و در مواردی به هتروسیکل‌های آروماتیک مانند پیرول متصل هستند. رنگینه‌های آزو از قدرت رنگرایی بالایی برخوردار بوده و بسته به انتخاب نوع ساختمان دقیق مولکول می‌توان رنگینه‌هایی با فام‌های زرد، نارنجی، قرمز، آبی یا حتی سبزها را سنتز نمود. این رنگینه‌ها خود از نظر ساختاری بر حسب تعداد گروه‌های آزو به رنگینه‌های مونوازو، دیسآزو، تریسآزو و پلی آزو تقسیم می‌شوند [۱،۲].

روش‌های مختلفی برای تهیه این رنگینه‌ها وجود دارد، ولی عموماً آنها را از طریق جفت نمودن نمک‌های دی‌آزونیوم با مواد جفت شونده مناسب تولید می‌کنند. نمک‌های دی‌آزونیوم از واکنش دی‌آزوتاسیون آمین‌های آروماتیک نوع اول در یک محیط شدیداً اسیدی حاصل می‌شوند [۳]. هنگامی که یک آمین آروماتیک نوع اول که در محلول سرد یک اسید معدنی حل گردیده است با سدیم نیتریت ترکیب شود، نمک دی‌آزونیوم مطابق رابطه ۱ به وجود می‌آید. چون نمک فوک به آهستگی حتی در دمای حمام آب یخ تجزیه می‌گردد محلول بلا فاصله بعد از تهیه باید به کار برده شود.



نمک دی‌آزونیوم تحت شرایط مناسب با برخی از ترکیبات آروماتیک وارد واکنش می‌شود تا محصولاتی به فرمول عمومی $Ar-N=N-Ar'$ را که ترکیبات آزو نامیده می‌شوند، تولید نماید. این واکنش که به عنوان جفت شدن شناخته شده است نیتروژن گروه دی‌آزونیوم در محصول باقی می‌ماند (رابطه ۲).



از آنجایی که نمک دی‌آزونیوم یک الکترون دوست ضعیف است برای تسريع واکنش جفت شدن در حلقه آروماتیک جزء جفت شونده باید گروه‌های الکترون دهنده قوی (مانند $-OH$, $-NH_2$, $-NHR$, $-NHR_2$) وجود داشته باشد. سیستم‌های فنلی و آمین‌های آروماتیک از مهم‌ترین اجزای جفت شونده‌ها هستند. معمولاً جفت شدن با فنل‌ها در محلول نسبتاً قلیایی و با آمین‌ها در محلول نسبتاً اسیدی انجام می‌گیرد

دستگاه‌های طیف‌سنجی زیر قرمز (FT-IR) مدل Magna-550 شرکت Nicolet، طیف‌سنجی پروتون (H^1NMR -400MHz)^۱ و طیف‌سنجی کربن ($^{13}\text{CNMR}$ -100MHz)^۲ هر دو از شرکت Bruker آلمان شناسایی شدند.

عمل رنگرزی و عمل دندانه دادن به روش دندانه دادن پس از رنگرزی به شرح زیر بر روی نخ پشمی دولا با نمره نخ ۵۱۶ تکس صورت گرفت. مقدار رنگینه مورد نظر (۱٪ بر اساس وزن کالا) به همراه اسید سولفوریک مورد نیاز (۰.۲٪) در مقداری آب مقطر حل گردید و حجم حمام به ۲۰۰ میلی لیتر (نسبت حجم حمام به وزن کالا برابر با ۴۰ به ۱) رسانده شد. حرارت حمام توسط حمام آب جوش (بن ماری) به 45°C رسانده شد. کالای مورد نظر به وزن ۵ گرم مرطوب گردیده و وارد حمام گردید. دما به تدریج طی مدت زمان ۳۰-۲۵ دقیقه به جوش رسانده شد. رنگرزی در جوش به مدت ۶۰ دقیقه انجام گرفت. پس از پایان مدت زمان فوق دمای حمام به 60°C کاهش یافت و ۰.۱٪ بر اساس وزن کالا دی‌کرومات پتاسیم به حمام اضافه گردید. دمای حمام دوباره به جوش رسانده شد و عمل دندانه دادن به مدت ۳۰ دقیقه دیگر ادامه یافت. پس از پایان مدت زمان فوق نمونه از حمام خارج و آبکشی گردید.

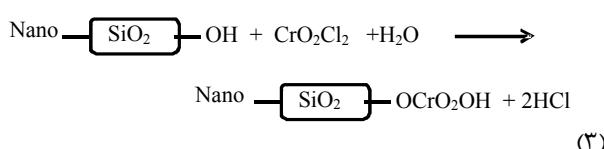
اندازه‌گیری ثبات شستشویی، ثبات در مقابل لکه‌گذاری بر روی پنبه و همچنین ثبات در مقابل لکه‌گذاری بر روی پشم برای تمامی نمونه‌های رنگرزی شده بدون دندانه و با دندانه کروم مطابق استاندارد ISO105-C03 انجام گردید [۱۲].

مشخصات رنگی نمونه‌های رنگرزی شده با و بدون دندانه کروم همراه با نمونه خام کالای پشمی شامل a* (میزان قرمزی-سبزی)، b* (میزان آبی-زرد) و L* (میزان روشنایی) توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر TexFlash از شرکت Datacolor تحت منبع نوری استاندارد D65 و مشاهده کننده استاندارد ۱۹۶۴ CIE اندازه‌گیری شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- سنتز نانو سیلیکا کرومیک اسید

نانو سیلیکا کرومیک اسید از واکنش بین نانو سیلیکا ژل با اندازه ذرات ۲۰ نانومتر و کرومیل کلراید (CrO_2Cl_2) در حضور آب همراه با خروج گاز هیدروکلرید اسید مطابق رابطه ۳ تشکیل گردید. شکل ۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانو ذرات سیلیکا کرومیک اسید را با بزرگنمایی ۱۵۰۰۰ نشان می‌دهد. از روی تصویر فوق اندازه ذرات برابر با ۶۵ نانومتر به دست آمد.



$^{13}\text{CNMR}$, FT-IR^۱ برای شناسایی دو رنگینه به دست آمده استفاده شده است. علاوه بر این، از آنجایی که رنگینه‌های سنتز شده ویژگی رنگینه‌های دندانه‌ای را دارا هستند، لذا از این رنگینه‌ها برای رنگرزی الیاف پشمی به روش دندانه دادن پس از رنگرزی^۱ با دی‌کرومات پتاسیم استفاده شده است. خواص ثباتی و مشخصه‌های رنگی نمونه‌های رنگرزی شده اندازه‌گیری و مورد بررسی قرار گرفته است.

۲- بخش تجربی

۲-۱- موارد

تمامی مواد مورد استفاده در این تحقیق شامل نانو سیلیکا ژل، کرومیل کلراید، ۲-آمینو بنزوئیک اسید، سدیم نیتریت، استون، ۱-نفتل، ۲-نفتل، سدیم هیدروکسید، اسید سولفوریک و دی‌کرومات پتاسیم از شرکت مرک آلمان تهیه گردیده و بدون خالص‌سازی بعدی مورد استفاده قرار گرفت.

۲-۲- روش کار

به منظور تهیه نانو سیلیکا کرومیک اسید ابتدا ۵ گرم نانو سیلیکا ژل با اندازه ذرات ۲۰ نانومتر با ۱۰ گرم کرومیل کلراید بتدریج طی مدت زمان ۳۰ دقیقه در دمای اتاق در یک فلاسک مجهز به لوله خروج گاز مخلوط گردید. با انجام واکنش گاز کلریدریک اسید از طرف واکنش به سرعت خارج شد. سپس به مخلوط ۳۰ دقیقه زمان داده شد. محصول رزین نانو سیلیکا کرومیک اسید به صورت ذرات جامد به رنگ قهوه‌ای تیره به دست آمد. برای اندازه‌گیری ذرات تشکیل شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده گردید.

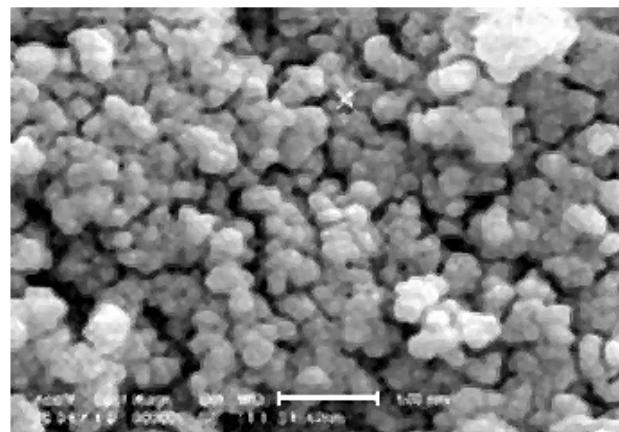
برای تهیه و سنتز رنگینه‌های دندانه‌ای آزو ابتدا ۱۰ میلی مول از ۲-آمینو بنزوئیک اسید با ۱۰ میلی مول سدیم نیتریت به ۵۰۰ میلی گرم نانو سیلیکا کرومیک اسید تهیه شده اضافه گردید. سپس به این مخلوط ۹۰۰ میلی گرم سیلیکا ژل مرطوب نیز اضافه شد و مخلوط خوب آسیاب شد. نمک دی‌آزنیوم در زمان بسیار کوتاه تشکیل شد. نمک فوق توسط حلحل استون و صاف کردن از ذرات سیلیکا ژل جداسازی شد. سپس به محلول صاف شده ۱۰ میلی مول ۱-نفتل یا ۲-نفتل حل شده در محلول ۱۰ درصد سدیم هیدروکسید، به آهستگی و همراه با همزدن در دمای اتاق اضافه گردید. رنگینه به دست آمده در استون حل و صاف گردید. پس از تبخیر حلحل رنگینه جامد با بازده بالا به دست آمد (جدول ۱).

برای اندازه‌گیری طول موج بیشینه جذب رنگینه‌های سنتز شده از دستگاه اسپکتروفوتومتر جذبی در ناحیه مرنی-فراینفس 100 از شرکت Varian استفاده شد. رنگینه‌های سنتز شده به وسیله

1- After chrome

۲-۳- سنتز رنگینه‌ها

نمک دی‌آزو‌نیوم با آسیاب نمودن مخلوط نانو سیلیکا کرومیک اسید، سیلیکا ژل مرطوب، نیتریت سدیم و ۲-آمینو بنزوئیک اسید تشکیل گردید. رنگینه‌های آزو از اضافه نمودن محلول قلیایی ۱-نفتل و یا ۲-نفتل به مخلوط فوق تهیه گردیدند. جدول ۱ نوع محصول بر حسب ترکیب جفت شونده، بازده واکنش و زمان لازم برای انجام واکنش را نشان می‌دهد. از روی جدول ملاحظه می‌گردد که در زمان بسیار کوتاه درصد محصول نسبتاً بالایی (بالای ۸۰٪) به دست می‌آید. درصد محصول بر مبنای ۲-آمینو بنزوئیک اسید محاسبه گردیده است. رنگینه‌های سنتز شده به روش‌های دستگاهی از قبیل اسپکتروفوتومتری، IR، FT-IR، ^{13}C -NMR و ^1H -NMR 1 شناسایی شدند که نتایج آنها در جدول ۲ نشان داده شده است.



شکل ۱: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ذرات سیلیکا کرومیک اسید با بزرگنمایی ۱۵۰۰۰.

جدول ۱: بازده و زمان انجام واکنش بر حسب نوع ترکیب جفت شونده.

کد رنگینه	آمین اولیه	جزء جفت شونده	محصول	زمان (ثانیه)	بازده (%)
D1				۱۰۰	۸۵
D2				۲۰۰	۸۰

جدول ۲: طول موج بیشینه جذب، FT-IR، ^{13}C -NMR و ^1H -NMR دو رنگینه سنتز شده.

رنگینه	^1H -NMR (ppm)	^{13}C -NMR (ppm)	FT-IR (cm^{-1})	λ_{\max} (nm)	
D1	۸,۲۵(d, ۱H), ۸,۷۶(d, ۱H), ۱۰,۳۴(s, ۲H) ۷,۷۶(d, ۱H), ۷,۸۳(d, ۱H), ۸,۰۹(t, ۱H) ۷,۳۴(t, ۱H), ۷,۴۵(t, ۱H), ۷,۵۵(d, ۱H) ۶,۰۱ (d, ۱H), ۷,۲۶(d, ۱H)	۱۴۹,۲۰, ۱۶۶,۳۰, ۱۸۷,۸۸ ۱۳۴,۴۴, ۱۳۶,۰۸, ۱۴۷,۳۴ ۱۳۲,۹۲, ۱۳۳,۹۳, ۱۳۳,۹۹ ۱۳۲,۴۹, ۱۳۳,۲۹, ۱۳۳,۷۷ ۱۱۶,۵۷, ۱۲۹,۲۲, ۱۳۲,۴۶ ۱۱۴,۰۵, ۱۱۴,۷۶	N=N str. ۱۵,۴۳, ۱۹ C-N str. ۱۲۲۱, ۴۹ O-H str. ۳۳۷۶, ۶۱ C-O str. ۱۲۵۰, ۵۶ Ar. str. ۱۶۰۱, ۳۴, ۱۴۰۹, ۰۵	۴۸۳	
D2	۸,۱۸(d, ۱H), ۸,۴۸(d, ۱H), ۹,۶۷(s, ۲H) ۷,۶۲(t, ۱H), ۷,۷۸(d, ۱H), ۷,۹۸(d, ۱H) ۷,۳۴(t, ۱H), ۷,۵۷(t, ۱H), ۷,۶۰(t, ۱H) ۶,۵۸ (d, ۱H), ۶,۶۰(d, ۱H)	۱۴۹,۵۴, ۱۶۶,۳۰, ۱۹۰,۵۰ ۱۳۲,۴۹, ۱۳۵,۰۳, ۱۳۸,۶۹ ۱۳۲,۲۰, ۱۳۲,۴۹, ۱۳۲,۶۶ ۱۲۷,۲۵, ۱۲۹,۶۳, ۱۳۰,۳۲ ۱۱۶,۵۷, ۱۲۶,۰۵, ۱۲۶,۸۹ ۱۱۳,۷۹, ۱۱۴,۶۹	N=N str. ۱۵۰۶, ۱۸ C-N str. ۱۲۴, ۵۷ O-H str. ۳۳۷۶, ۶۱ C-O str. ۱۴۰۸, ۸۰ Ar. str. ۱۵۹۸, ۹۵, ۱۴۶۶, ۰۵	۴۹۳	

جدول ۳: خواص ثباتی نمونه‌های رنگرزی شده.

رنگینه	نمونه رنگرزی شده	ثبات شستشویی پنه پشم	ثبات در مقابل لکه‌گذاری روی پنه	ثبات در مقابل لکه‌گذاری روی بدون دندانه
۲-۳	۳-۴	۱-۲	بدون دندانه	D1
۳-۴	۵	۳	همراه با دندانه	
۲	۳	۱-۲	بدون دندانه	D2
۳-۴	۵	۳	همراه با دندانه	

دو رنگینه سنتز شده و همچنین طول موج بیشینه جذب آنها (جدول ۲) مشخص می‌کند که فام رنگی هر دو رنگینه در محدوده قرمز-زرد قرار دارد. همچنین با توجه به جدول ۴ مشاهده می‌شود که در صورت دندانه دادن نمونه‌های رنگرزی شده با دیکرومات پتابسیم به روش دندانه دادن پس از رنگرزی مقادیر عددی قرمزی (a*)، زردی (b*) و روش‌نایی (L*) به ترتیب از ۴۸,۲، ۴۹,۳، ۳۶,۲ به ۴۸,۰، ۲۴,۷، ۳۱,۵، ۲۶,۵ برای رنگینه D1 و از ۴۷,۴، ۴۷,۰، ۳۴,۰ به ۴۷,۴، ۴۷,۰، ۳۴,۸ برای رنگینه D2 کاهش یافته است. کاهش مقادیر قرمزی و زردی برای هر دو رنگینه نشانگر کاهش میزان خلوص در دو رنگینه است که مقادیر محاسبه شده برای خلوص در جدول ۴ این کاهش را تأیید می‌کند. کاهش روش‌نایی به میزان ۳۴,۵ و ۳۷٪ برای رنگینه‌های D1 و D2 به ترتیب نشانگر تیره شدن رنگ کالا است که این تیرگی را می‌توان به عمل دندانه دادن و تشکیل کمپلکس بین مولکول رنگینه و اتم کروم سه ظرفیتی نسبت داد [۱۱].

۳-۳-۳- فرآیند رنگرزی

از جمله خواص ثباتی که اندازه‌گیری آن روی نخ پشمی مورد استفاده در فرش دستباف مهم و مطرح است می‌توان به ثبات شستشویی، ثبات در مقابل لکه‌گذاری روی کالای پشمی و ثبات در مقابل لکه‌گذاری روی کالای پنبه‌ای اشاره نمود. خواص ثباتی مذکور مطابق استاندارد ISO105-C03 برای کالای پشمی رنگرزی شده با دو رنگینه سنتز شده در دو حالت قبل و بعد از دندانه دادن با دیکرومات پتابسیم اندازه‌گیری شد و نتایج آن در جدول ۳ نشان داده شده است. از روی جدول فوق مشاهده می‌شود که خواص ثباتی اندازه‌گیری شده برای نمونه‌های رنگرزی شده بدون حضور دندانه دیکرومات بسیار ضعیف است. پائین بودن خواص ثباتی در این حالت می‌تواند به کوچک بودن ساختار مولکول رنگینه‌ها و عدم تشکیل پیوندهای ثانویه بین مولکول رنگینه و لیف نسبت داده شود [۱۰]. همچنین از نتایج نشان داده شده در جدول ۳ مشخص است که عمل دندانه دادن با دیکرومات پتابسیم به روش دندانه دادن پس از رنگرزی روی نمونه‌های رنگرزی شده باعث افزایش خواص ثباتی هر دو نمونه شده است. میزان این افزایش برای هر دو نمونه بطور متوسط بین یک الی دو درجه است. این افزایش ثبات را هر چند هنوز کاملاً مطلوب و رضایت‌بخش نمی‌باشد، می‌توان به حضور دو گروه هیدروکسی و کربوکسیل و یک گروه کربوکسیل در موقعیت ارتو نسبت به گروه آزو در رنگینه‌های D1 و D2 به ترتیب نسبت داد که به تشکیل حلقه‌های ۵ و ۶ ضلعی و یک حلقه ۶ ضلعی به ترتیب برای دو رنگینه D1 و D2 با کروم سه ظرفیتی در هنگام دندانه دادن منجر می‌شود [۱۳].

نتایج اندازه‌گیری مشخصات رنگی CIE $L^*a^*b^*$ نمونه‌های رنگرزی شده با دو رنگینه مونو آزو در جدول ۴ نشان داده شده است. علاوه بر این مقادیر زاویه فام (h^*) و خلوص (C*) نیز مورد محاسبه قرار گرفته است. مقادیر مؤلفه‌های رنگی (a*, b*) به دست آمده برای

جدول ۴: مشخصات رنگی نمونه‌های رنگرزی شده.

رنگینه	نمونه رنگرزی شده	L*	a*	b*	C*	h°
D1	بدون دندانه	۴۸,۲	۳۶,۲	۴۹,۳	۶۱,۲	۵۳,۷
	همراه با دندانه	۳۱,۵	۲۴,۷	۲۶,۵	۳۶,۲	۴۷,۰
D2	بدون دندانه	۳۴,۸	۴۷,۴	۳۴,۰	۵۸,۳	۳۵,۷
	همراه با دندانه	۳۳,۵	۲۶,۴	۲۵,۰	۳۶,۴	۴۳,۵

رنگینه‌های سنتز شده برای رنگرزی کالای پشمی به روش دندانه دادن پس از رنگرزی با دی‌کرومات پتاسیم مورد استفاده قرار گرفت و نتایج نشان داد که رنگینه‌های فوق با سرعت نسبتاً خوبی در محیط اسیدی حاصل از اسید سولفوریک قادر به جذب توسط کالای پشمی هستند. اندازه‌گیری مشخصات رنگی نمونه‌های رنگرزی شده و دندانه داده شده با محلول دی‌کرومات پتاسیم نشان داد که شیدهای حاصله در ناحیه قرمز-زرد قرار دارد و ثبات شستشویی متوسط و یکسان حاصل شده است.

۴- نتیجه‌گیری

رنگینه‌های آزو بر پایه ۱- نفتل و ۲- نفتل با استفاده از نانوسیلیکا کرومیک اسید در دمای اتاق و بدون استفاده از حلال به راحتی سنتز شدند. در این تحقیق مشاهده شد، استفاده از نانوسیلیکا کرومیک اسید به عنوان یک اسید جامد نسبت به نوع مایع آن دارای مزایای فراوانی از جمله امکان بازیابی اسید، فرآیند جداسازی آسان‌تر، تشکیل نمک دی‌آزنونیوم پایدار و امکان سنتز رنگینه‌های آزو در دمای محیط را بهمراه دارد. درصد محصول بدست آمده نسبتاً عالی بود و زمان انجام واکنش نیز بسیار کوتاه است.

۵- مراجع

1. R. M. Christi, R. R. Mather, R. H. Wardman, *The chemistry of colour applications*. Blackwell Science, 2000.
2. K. Hunger, *Industrial dyes, chemistry, properties, applications*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2003.
3. H. Zolinger, *Diazo and Azo chemistry*. Interscience Publishers Inc., New York. 1961.
4. A. Lycka, A. Kolonicny, P. Simunek, V. Machacek, *Synthesis of some phenylazonaphthols in an ionic liquid*. *Dyes Pigm.* 72(2007), 208-211.
5. M. Sadeghi-Kiakhani, K. Gharanjig, M. Arami, N. M. Mahmoodi, J. Mokhtari, *The dyeing of wool with monoazo disperse dyes based on naphthalimide containing butyric acid*. *J. Color Sci. Tech.* 3(2009), 9-15.
6. M. A. Zolfigol, *Silica sulfuric acid/NaNO₂* as a novel heterogeneous system for production of thionitrites and disulfides under mild conditions. *Tetrahedron Lett.* 57(2001), 9509-9511.
7. M. A. Zolfigol, F. Shirini, A. Ghorbani Choghamarani, I. Mohammadpoor-Baltork, *Silica sulfuric acid/NaNO₂* as a novel heterogeneous system for the oxidation 1,4-dihydropyridines under mild conditions. *Green Chem.* 4(2002), 562-564.
8. A. R. Hajipour, B. B. F. Mirjalili, A. Zarei, I. Khazdooz, A. E. Rouho, *A novel method for sulfonation of aromatic rings with silica sulfuric acid*. *Tetrahedron Lett.* 45(2004), 6607-6609.
9. A. Zaeri, A. R. Hajipour, L. Khazdooz, B. F. Mirjalili, A. R. Chermahini, *Rapid and efficient diazotization and diazo coupling reactions on silica sulfuric acid under solvent-free conditions*. *Dyes Pigm.* 81(2009), 240-244.
10. E. R. Trotman, *Dyeing and chemical technology of textile fibres*. 6th ed. Charles Griffin, London. 1984.
11. J. Shore, *Colorants and auxiliaries-Organic chemistry and application properties*. 2th Ed., Society of dyers and colorists. UK. 2002.
12. Standard methods for the determination of the colour fastness of textiles and leather, Society of dyers and colourists, 5th Edn (BS 1006 and ISO 105), Bradford, 1990. (Translated by M. Dehghani)
13. H. Zollinger, *Colour chemistry*. Wiley & VCH Pub., NewYork. 2003.