

## اصطناع وتوصيف بلورات سائلة جديدة أساسها أسس شيف واستخدامها كعلاء معالجة لـ DGEBA

\*د. فراس علوش، عنبر عنبر \*\*

قسم الكيمياء \_ كلية العلوم \_ جامعة ادلب \_ سورية

\*قسم الكيمياء \_ كلية العلوم \_ جامعة دمشق \_ سورية

### الملخص

تتمتع البلورات السائلة بمقومات بنيوية فريدة شجعت استخداما في أنظمة معالجة الايبوكسي ما أضفى على الريزينات المعالجة بها خصائص تطبيقية واسعة. في هذا البحث تم تحضير صنفين جديدين من ريزينات الايبوكسي من خلال معالجة DGEBA مع بلورتين سائلتين جدينتين أساسهما أسس شيف وبديولات طرفية 4,4-ثنائي N-[6-هيدروكسي هكسوكسي]-3-بريديل ميتيليدين] أمينو فينيل بنز أميد (I) و 4,4-ثنائي N-[6-هيدروكسي ايتوكسي]-3-بريديل ميتيليدين] أمينو فينيل بنز أميد (II). تم توصيف البلورتين السائلتين بمطافيات تحت الأحمر (FT-IR) و الرنين النووي المغناطيسي (NMR) والتحليل العنصري، و أظهرت الاختبارات الميكانيكية للريزتين المعالجن خصائص مرونة و التصاق عاليين مقارنة مع جملة المعالجة الامينية الأولية.

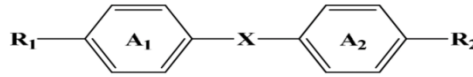
**الكلمات المفتاحية :** ريزينات ايبوكسي، بلورات سائلة، أسس شيف، DGEBA، خصائص ميكانيكية.

### 1-المقدمة:

تعد الإيبوكسيدات (Epoxides) أحد أكثر أصناف البوليمرات تنوعاً في الاستعمال بسبب تطبيقاتها المتعددة في طلاء المعادن والألواح الإلكترونية المطبوعة والكبسولات نصف الناقلة واللواصق والمركبات الفضائية، كما تتميز معظم ريزينات

الإيبوكسي (Epoxy Resins) المعالجة بتصلب حراري وقوة ميكانيكية وصلابة عاليتين ومقاومة للعوامل الكيميائية والرطوبة والتآكل وخصائص حرارية وكهربائية والتصاق جيدة بالإضافة لعدم التطاير مع انكماش قليل عند المعالجة وثبات في الأبعاد وهي مجموعة فريدة من الخصائص غير متوفرة في المواد البلاستيكية الأخرى وبتكلفة منخفضة [1]. ويعد غلريد الايتر المشتق من البيس فينول A (DGEBA) أكثر الإيبوكسييدات انتشاراً وتمنح الفعالية العالية حلقة الإيبوكسي القدرة على التفاعل مع العديد من الركائز تحت شروط و درجات حرارة مختلفة وهو ما يمنحها استعمالات متنوعة [1-2].

في السنوات الأخيرة تم التوجه إلى إدخال البلورات السائلة في بنية ريزينات الإيبوكسي، وقد اكتشفت البلورات السائلة (Liquid Crystal) منذ أكثر من قرن فهي ذات مظهر مميز للبلورة بالإضافة إلى أنها تسيل بشكل مشابه للسوائل العادية، أي أنها تظهر طوراً من المادة يجمع بين خواص السائل التقليدي والبلورات الصلبة وتستخدم في الشاشات المسطحة وفي أجهزة الملاحة والعملات الورقية وموازين الحرارة الطبية وآلات التصوير وفي الأجسام الحية [3-6]. ودرس عالم النبات النمساوي Rienitzer عام (1888) في براغ بلورات بنزوات الكولسترول المستخلصة من الحصى الصفراوية و التي كانت تنصهر في الدرجة (145.5 C) متحولة إلى مائع حليبي ليصبح المائع بعد ذلك سائلاً صافياً تماماً في الدرجة (78.5 C) [7]. بدأ العالم Kelker في عام (1963) باستخدام LC ولأول مرة في فصل مماكبات الفحوم الهيدروجينية [8]، وصنعت بلورات سائلة خيطية كطور ثابت في الـ GC لفصل مماكبات مشتقات النفطالين ومشتقات البنزن [9-13]، وتدعى الجزيئات التي تسلك سلوك أطوار بلورية سائلة بالميسوجينات (Mesogens) وتظهر بأطوار خيطية (nematic) وهديبة (sematic) [14]. تتكون البنية الكيميائية للبلورات السائلة من جزيئات عضوية (أساسها الكربون) تتألف على الأقل من جزأين مختلفين في البنية والصفات كما في الشكل (1)، وهذا المظهر المزدوج هو السبب في طبيعة البلورات السائلة.



الشكل 1- البنية العامة للبلورات السائلة .

$A_2, A_1$  : حلقات عطرية ،  $X$  : زمرة ربط كـ الكربوكسيل والكربونيل والأمين والألكيل

$R_2, R_1$  : زمرة طرفية ك الالكيل والألكوكسي والنترو والأمينو [15].

استخدمت عدة طرق في ضبط كثافة الارتباط في شبكات الايبوكسي وذلك من خلال مجال واسع للمجموعات الوظيفية في عملاء المعالجة لريزين الايبوكسي وباستخدام بيربولمير إيبوكسي ثنائي الوظيفة مع معدل طول سلسلة مختلف وحجم جزيئات واسع لعملاء المعالجة ثنائية الوظيفة [16-18].

وقد أجريت بحوث عديدة في دراسة و تحضير ريزينات ايبوكسي البلورات السائلة (liquid crystalline epoxy resins) لما لها من خصائص حرارية و ميكانيكية و كيميائية غير متوفرة مع ريزينات الايبوكسي التقليدية [19-25]، و قد حضر كثير من البلورات السائلة بوحدة ميسوجينية (mesogenic units) مختلفة و زمرة وظيفية طرفية متعددة بالإضافة لأسس شيف ثم استخدمت في الصناعة كعملاء معالجة للإيبوكسي [26-27]. وأظهرت بعض ريزينات الإيبوكسي المنتجة حالات ميزومورفيك (mesomorphic) عند تشابك الريزينات بشكل كامل بعد عملية التقسية، و لطول الميسوجين في الايبوكسي (mesogenic epoxy compound) الأثر الأكبر في ظهور الميزوفاس (mesophase) [28,20-31].

في هذا البحث، تم تطوير صنف جديد من ريزينات ايبوكسي البلورات السائلة (liquid crystalline epoxy resins) باصطناع بلورات سائلة جديدة تتألف من ديولات طرفية وزمرة ميسوجينية وأسس شيف وتوصيفها بالطرق المطيافية ثم استخدامها في معالجة DGEBA، وتم اختبار فعاليتها كعميل للمعالجة بدراسة الخصائص الميكانيكية (المرونة والالتصاق) في الريزينات المعالجة، و تأثير طول سلسلة مجموعات الميتلين عليها.

## 2- مواد البحث و طرائقه:

## 1-2 المواد الأولية:

المركبات الرئيسة المستخدمة في البحث مستوردة من شركة سيغما-الدرش (Sigma-Aldrich) USA واستخدمت مباشرة دون تنقية إضافية.

|                                      |                             |
|--------------------------------------|-----------------------------|
| 4,4'-Diaminobenzanilide              | 4,4'-ثنائي أمينو بنز أنيليد |
| ثنائي غلسيديل الايتر                 | (98%)                       |
| Bisphenol A diglycidyl ether (DGEBA) | بيس فينول A                 |
| 2-هيدروكسي-5-فورميل بيريدين          | (99.9%)                     |
| (99.9%)                              | Hydroxy-5-formylpridine     |
| 2-Chloroethanol                      | 2-كلورو ايتانول             |
| -6                                   | (99%)                       |
| 6-Chlorohexanol                      | كلورو هكسانول               |
| ثنائي                                | (96%)                       |
| Diethylether                         | ايتيل الايتر                |
| ثلاثي                                | (99.7%)                     |
| Triethylamine                        | ايتيل أمين                  |
| بوتانول                              | (99%)                       |
| Butanol-1                            | 1-                          |
| ثنائي                                | (99%)                       |
| Dimethylformamide (DMF)              | ميتيل فورم أميد             |
| حمض تلوين 4-                         | (99.8%)                     |
| Toluene-4-sulfonic acid monohydrate  | سلفونيك أحادي الماء         |
|                                      | (98%)                       |

## 2-2 تحديد بنى المنتجات (Characterizations of products):

وصفت بنية البلوريتين السائلتين بالطرائق المطيافية العضوية: مطيافية الرنين النووي المغناطيسي ( $^{13}\text{C}$  NMR (Nuclear Magnetic Resonance) و  $^1\text{H}$  (Bruker-Avance 400-MHz) باستخدام DMSO (ثنائي ميثيل سلفوكسيد المديتر) كمذيب و TMS (رباعي ميثيل السيلان) كمركب مرجعي، ومطيافية ما تحت الاحمر بمتحولة فورييه Fourier transformed infra-red (FT-IR) نموذج Vertex 80/80 .

## 3-2 الجزء العملي:

### 1-3-2 اصطناع المركب الأول (I):

4,4- ثنائي N- [6-هيدروكسي هكسوكسي (-3- بريديل ميثيليدين] أمينو فينيل بنز أميد (I)

amino ](6-hydroxy hexoxy)-3-pyridyl methylidene[4,4'-di-N-phenyl benzamide(I)

المرحلة الأولى:

4,4- ثنائي N- [6-هيدروكسي (-3- بريديل ميثيليدين] أمينو فينيل بنز أميد (I')  
amino phenyl ]6-hydroxy-3-pyridyl methylidene[4,4'-di-N-benzamide (I')

يحل [ (0.4924) g,  $(4 \times 10^{-3}) \text{ mol}$  ] من 2-هيدروكسي-5- فورميل بيريدين (2-hydroxy-5-formylpyridine) و [ (0.4544) g,  $(2 \times 10^{-3}) \text{ mol}$  ] من 4,4- ثنائي أمينو بنزأنيلايد (4,4'- Diaminobenzanilide) في 4ml من الايتانول وتوضع في دورق تفاعل سعة 50 ml، ثم تضاف كمية محفزة من حمض 4-سلفو التلوين g (0.01) في 1 ml من الايتانول المطلق على شكل قطرات الى وعاء التفاعل ويحرك الخليط تحت الإرجاع لمدة ست ساعات. يبخر المزيج الناتج تحت ضغط منخفض لنحصل على منتج صلب لونه أبيض، يغسل بـ دي إيتيل الايتر ويجفف تحت ضغط منخفض، نحصل على منتج بلوري أبيض بمرود (0.7g , 80%)، درجة انصهاره (m.p 136-137C°) ، الشكل (2).

## المرحلة الثانية:

4,4-ثنائي -N-[6-هكسوكسي هيدروكسي]-3-ميتيلدين بريديل] أمينو فينيل  
بنز أميد (I)

(6-hydroxy hexoxy)-3-[di-N-4,4  
(I)amino phenyl benzamide]pyridyl methylidene

يضاف  $[g (0.0954), (9 \times 10^{-4}) \text{mol}]$  من كربونات الصوديوم اللامائية و  $[g (0.1088), (4 \times 10^{-4}) \text{mol}]$  من 6-كلورو هكسانول-1 الى 3 ml من DMF و توضع في زجاجة مقعرة ثلاثية العنق سعتها 50 ml مجهزة بخلاط ميكانيكي.

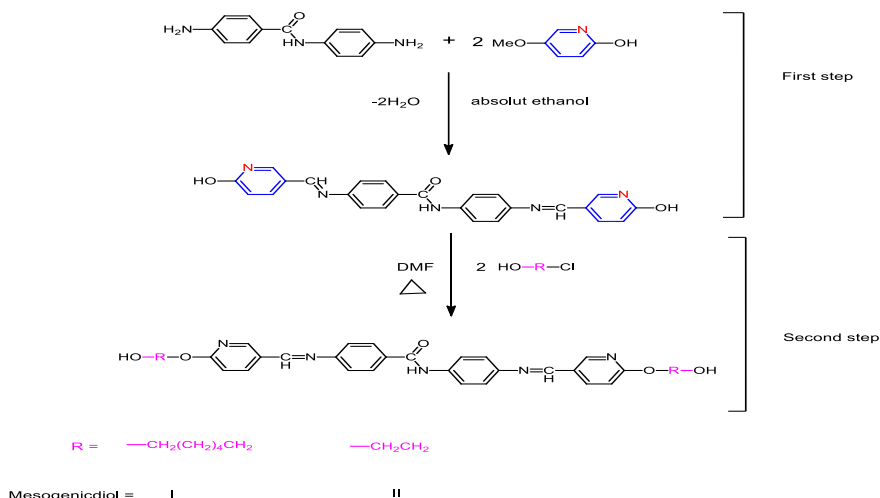
يذاب  $[g (0.175), (4 \times 10^{-4}) \text{mol}]$  من منتج المرحلة الأولى (I) في 2 ml DMF و تضاف إلى زجاجة التفاعل على شكل قطرات باستخدام قمع إضافي. يسخن المزيج لدرجة حرارة (130 °C) مدة (12) ساعة مع التحريك، بعد ذلك يضاف إليه ماء بارد 25 ml ويرشح ثم يغسل الناتج بالماء ويجفف عند درجة حرارة (70 °C) تحت ضغط منخفض مدة (24) ساعة. تعاد بلورة المنتج بمزيج من DMF و البوتانول-1 (1:1)، يغسل بعدها بإيثيل الايثر و يجفف عند درجة حرارة (90 °C) تحت ضغط منخفض لمدة (24) ساعة، نحصل على منتج بلوري أبيض بمرود (0.1784g, 70%)، درجة انصهاره (101-102°C m.p) ، الشكل (2) .

FT-IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ): 3540  $\text{cm}^{-1}$  and 3480  $\text{cm}^{-1}$  (O-H), 2870  $\text{cm}^{-1}$  and 2950  $\text{cm}^{-1}$  (C-H aliphatic), 1660  $\text{cm}^{-1}$  (C=O), 1620  $\text{cm}^{-1}$  (C=N), 1450  $\text{cm}^{-1}$  and 1580  $\text{cm}^{-1}$  (-C=C- aromatic), 1270  $\text{cm}^{-1}$  and 1190  $\text{cm}^{-1}$  (C-O)

$\delta_{\text{H}}$  (400 MHz, d- DMSO)  $\delta$ : 9.28 (s, 1H), 9.18 (s, 2H), 8.58 (s, 2H), 8.27 (d, 2H,  $J = 8.0$  Hz), 7.87 (d, 2H,  $J = 4.0$  Hz), 7.61 (dd, 4 H,  $J = 4.0$  Hz,  $J = 12.0$  Hz), 7.40 (d, 2H,  $J = 8.0$  Hz), 6.91 (d, 2H,  $J = 8.0$  Hz), 4.26 (t, 4H,  $J = 8.0$  Hz), 3.65 (s, 2H), 3.46 (t, 4H,  $J = 8.0$  Hz), 1.85-1.79 (m, 4H), 1.55-1.36 (m, 12H).

$\delta_C$  (100 MHz, *d*- DMSO)  $\delta$ : 168.30, 166.30, 162.34, 154.85, 153.22, 147.11, 139.82, 137.15, 132.36, 131.96, 125.77, 123.44, 122.53, 112.63, 112.16, 66.60, 60.36, 28.32, 27.69, 22.53, 21.41.

Elem. Anal. Calcd.(%) for  $C_{37}H_{43}N_5O_5$ : C, 69.68; H, 6.08; N, 10.98; Found: C, 69.55; H, 6.11; N, 10.95 .



الشكل 2- اصطناع البلوريتين السائلتين (I) و (II) .

## 2-3-2 اصطناع المركب الثاني (II):

4,4- ثنائي -N-[(6-هيدروكسي إيتوكسي)-3-بريديل ميتيليدين] أمينو  
فينيل بنز أميد (II)

amino ](6-hydroxy etoxy)-3-pyridyl methylidene[4,4'-di-N-phenyl benzamide (II)

المرحلة الأولى:

الخطوة نفسها في المركب الأول (I).

المرحلة الثانية:

يضاف  $[(9 \times 10^{-4})\text{mol}, (0.0954)\text{g}]$  من كربونات الصوديوم اللامائية

و  $[(8 \times 10^{-4})\text{mol}, (0.0645)\text{g}]$  من 2-كلورو إيتانول-1 الى 3 ml من DMF

و توضع في زجاجة مقعرة ثلاثية العنق سعتها 50 ml مجهزة بخلاط ميكانيكي،

ويذاب [g (0.175), mol ( $4 \times 10^{-4}$ )] من منتج المرحلة الأولى ( $I'$ ) في ml (2) DMF و تضاف إلى زجاجة التفاعل على شكل قطرات باستخدام قمع إضافي. يسخن المزيج لدرجة حرارة ( $130^\circ C$ ) مدة (12) ساعة مع التحريك، بعد ذلك يضاف إليه ماء بارد ml (25) و يرشح، ثم يغسل الناتج بالماء و يجفف عند درجة حرارة ( $70^\circ C$ ) تحت ضغط منخفض لمدة (24) ساعة. تعاد بلورة المنتج بمزيج من DMF و البوتانول-1 (1:1)، يغسل بعدها بـ إيثيل الايثر و يجفف عند درجة حرارة ( $90^\circ C$ ) تحت ضغط منخفض لمدة (24) ساعة، المنتج بلوري أبيض بمرود (0.1365 g, 65%)، درجة انصهاره ( $124^\circ C$  m.p) ، الشكل (2).

FT-IR(KBr,  $cm^{-1}$ ):  $3560\ cm^{-1}$  and  $3430\ cm^{-1}$  (O-H),  $2890\ cm^{-1}$  and  $2950\ cm^{-1}$  (C-H aliphatic) ,  $1660\ cm^{-1}$  (C=O) ,  $1620\ cm^{-1}$  (C=N) , ( $-C=C-$  aromatic),  $1270\ cm^{-1}$  and  $1180\ 1580\ cm^{-1}$  and  $1450\ cm^{-1}$  ( $C-O$ ).

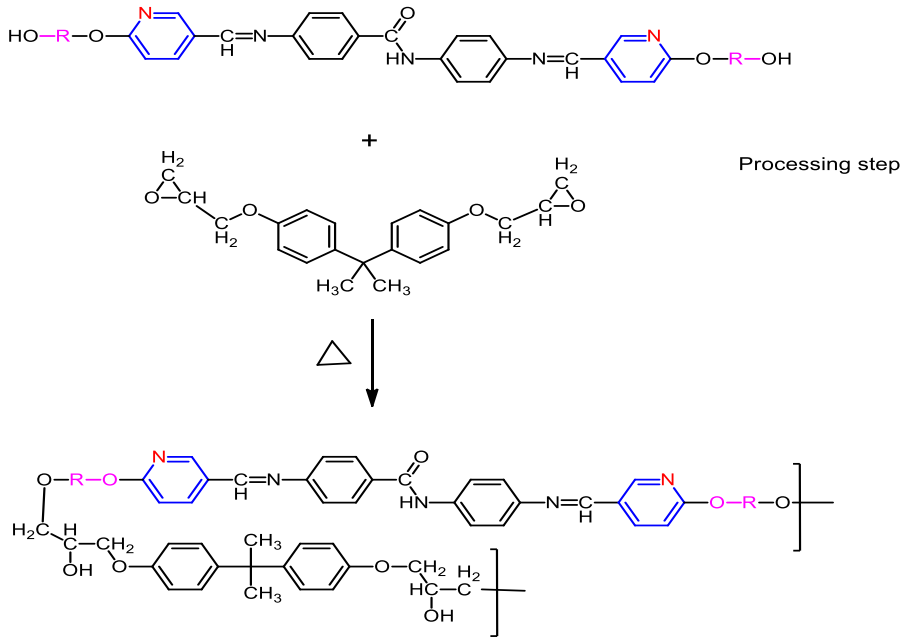
$\delta_H$  (400 MHz, *d*-DMSO)  $\delta$ : 9.33 (s, 1H), 9.24 (s, 2H), 8.26 (d, 2H,  $J = 4.0\ Hz$ ), 7.95 (s, 2H), 7.85 (d, 2H,  $J = 8.0\ Hz$ ), 7.53 (dd, 4 H,  $J = 4.0\ Hz$ ,  $J = 12.0\ Hz$ ), 7.43 (d, 2H,  $J = 4.0\ Hz$ ), 6.64 (d, 2H,  $J = 8.0\ Hz$ ), 4.34 (t, 4H,  $J = 8.0\ Hz$ ), 3.75 (s, 2H), 3.65 (t, 4H,  $J = 8.0\ Hz$ ).

$\delta_C$  (100 MHz, *d*-DMSO)  $\delta$ : 166.34, 164.12, 158.78, 147.85, 145.97, 139.24, 137.73, 136.69, 128.05, 127.82, 122.11, 121.15, 105.15, 104.30, 104.01, 75.42, 60.48.

Elem. Anal. Calcd.(%) for  $C_{29}H_{27}N_5O_5$ : C, 66.27; H, 5.18; N, 13.33; Found: C, 66.21; H, 5.23 ; N, 13.24 .

### 3-3-2 المعالجة مع DGEBA:

تتم معالجة الايبوكسي DGEBA مع البلور السائل الناتج باستخدام نسبة (1:1)، و لإتمام تفاعل المعالجة تمزج الكميات المحددة من DGEBA مع البلور السائل جيداً على صفحة من الألومينيوم أبعادها (5X15 cm) مع إضافة نسبة حفزية (3 %) من ثلاثي إيثيل أمين بحسب وزن الميسوجين المضاف. يوضع بعدها الوعاء في جو مفتوح و يسخن لدرجة ( $150^\circ C$ ) مدة ساعة من الزمن، ثم يأخذ المنتج لإجراء التحاليل والاختبارات اللازمة، الشكل (3).

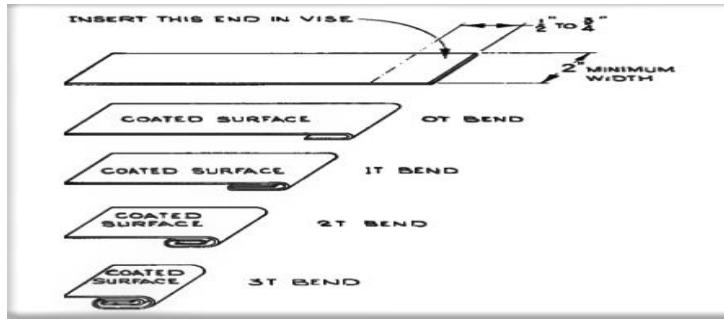


الشكل 3- تفاعل المعالجة بين DGEBA و البلوريتين السائلتين (I) و (II) .

## 4-2 الاختبارات الميكانيكية:

### 1-4-2 اختبار المرونة:

تم الاختبار حسب المواصفة القياسية ASTM D4145-83، وهو يعبر عن مدى المرونة والالتصاق لطلاء عضوي على السطوح المعدنية أثناء التشكيل كالثنائي أو بتمريها على الأسطوانات و غيرها من أساليب التشكيل، يتوجب على العينة أن تمر خلال هذا الاختبار من غير أن يحدث لها أي تشقق في الفيلم المتشكل، ويعبر هذا الاختبار عن إمكانية مقاومة الفيلم المتشكل إلى إجهادات التشكيل كما في الشكل (4):



الشكل -4- اختبار مرونة الطلاء.

يتم الاختبار بطلي قطعة معدنية أبعادها 50 mm X 150 mm وتقسيبتها ومن ثم ثنيها بزاوية 180 لعدة مرات ويسجل عدد المرات التي تنتهي فيها العينة دون أن يحدث أي تشقق بالفلم المتشكل. يتم اختبار التشقق بوضع العينة في محلول كبريتات النحاس الحامضية لمدة دقيقتين وملاحظة كمية النحاس المترسبة على السطح المعدني، فعند عدم ترسب النحاس يدل على عدم حدوث تشقق في الفلم [33]. تظهر الرقائق المحضرة من DGEBA والبلورات لسائلة (I),(II) بنسبة (1:1) لكل منها مرونة عالية عند تطبيقها كطلاء مقارنة بـ DGEBA المعالج بالأمين الأولي. يتشقق الطلاء المحضر من DGEBA والمعالج باستخدام البلور السائل (II) بنسبة (1:1) عند المرحلة الأخيرة من الاختبار (3T)، في حين أن الطلاء المحضر من DGEBA والبلور السائل (I) بنسبة (1:1) لا يتشقق عند هذه المرحلة (3T). تعزى المرونة الجيدة في الطلاء المحضر من DGEBA مع (I) إلى زيادة طول السلسلة اللغائية فيها.

#### 2-4-2 اختبار الالتصاق:

تم اختبار الالتصاق حسب المواصفة القياسية ASTM D 3359 بحسب الطريقة B. يشرح هذا الاختبار مدى التصاق الفلم المتشكل الى السطح المعدني. يكون هذا الإجراء بطلي قطعة معدنية بالطلاء المراد فحصه وتقسيته بحسب شروط التقسية، ثم استخدام آلة حادة مثل السكين و رسم 11 خط متعامدين والبعد بين الخطوط 1.5 mm. ويوضع لاصق حساس للضغط فوق الخطوط ومن ثم ينزع

اللاصق بسرعة بزاوية 90 درجة وبعدها يتم فحص كمية الطلاء المنتزع مع اللاصق من خلال تمرير القطعة المعدنية على كبريتات النحاس، و يظهر الشكل (5) طريقة الاختبار وتصنيف نتائج اختبار الالتصاق [33].

|                                                                                          |          |                                                                                   |                                                                                   |                                                                                   |                                                                                    |                  |
|------------------------------------------------------------------------------------------|----------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|------------------|
| Surface of cross-cut area from which flaking has occurred. (Example for 6 parallel cuts) | None     |  |  |  |  | Greater than 65% |
| <b>Classification</b>                                                                    | <b>5</b> | <b>4</b>                                                                          | <b>3</b>                                                                          | <b>2</b>                                                                          | <b>1</b>                                                                           | <b>0</b>         |

حيث:

5 لا يوجد [0%], 4 أقل من [5%], 3 [5-15%], 2 [15-35%], 1 [35-65%], 0 أعلى من [65%]

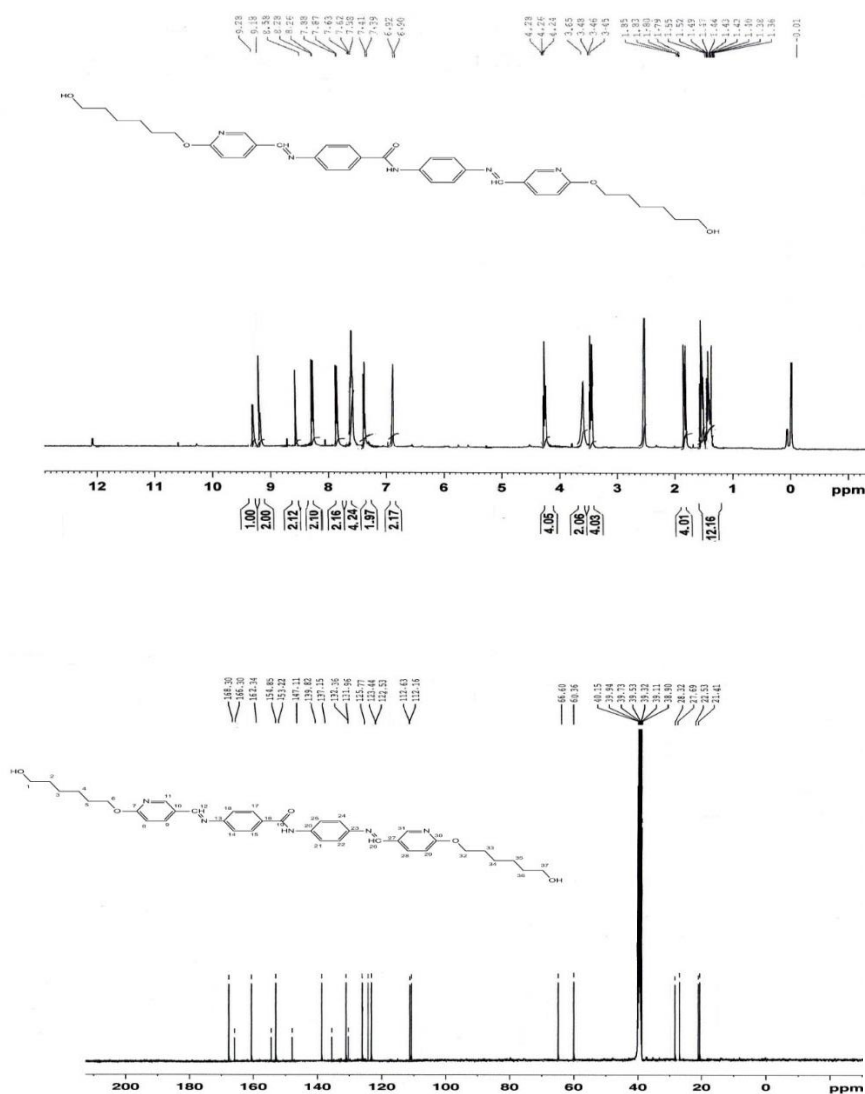
الشكل -5- اختبار التصاق الطلاء .

تبدي جميع رقائق الرزينات المحضرة من DGEBA مع البلورتين السائلتين (I),(II) بنسبة (1:1) لكل منها خواص التصاق جيدة مقارنة بأنظمة المعالجة بالأمينات الأولية [نسبة معالجة (1:10), (B3)]، حيث كانت نتيجة الاختبار لجميع الرزينات المحضرة هي (B5)، ويعزى ذلك إلى الروابط القطبية و طول البلور السائل.

### 3- النتائج و المناقشة:

4,4- ثنائي N-(6-هيدروكسي هكسوكسي)-3-بريديل ميتيليدين] أمينو فينيل بنز أميد (I)

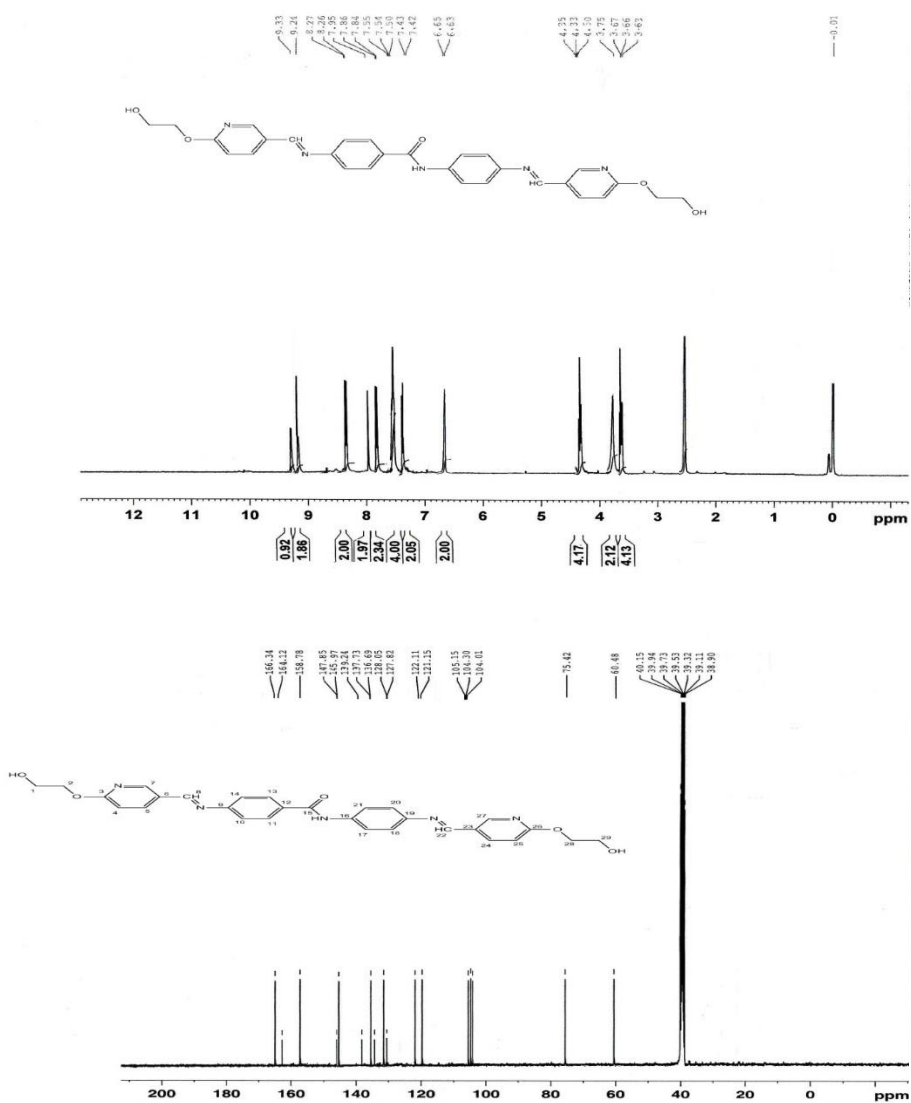
amino ](6-hydroxy hexoxy)-3-pyridyl methylened[4,4'-di-N-phenyl benzamide (I)



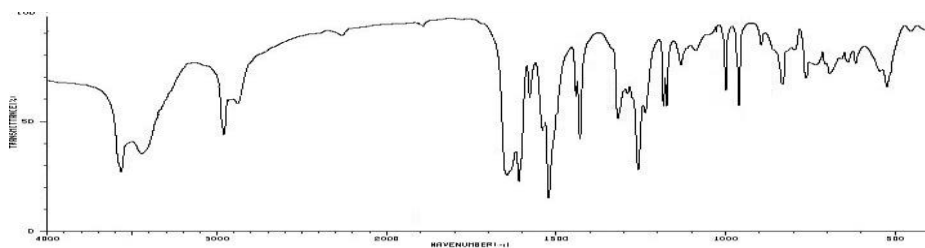
الشكل 6- طيف NMR للبلورة السائلة (I).

4,4-ثنائي -N- [6-هيدروكسي ايتوكسي]-3- بريدل ميتيلدين] أمينو فينيل بنز  
أميد (II)

amino ](6-hydroxy etoxy)-3-pyridyl methylened[4,4'-di-N-phenyl benzamide (II)



الشكل 7- طيف NMR للبلورة السائلة (II).



## الشكل 8- طيف IR للبلورة السائلة (I).

يظهر في الشكل (8) طيف ما تحت الأحمر FT-IR للبلورة السائلة (I) عصابة امتصاص عند  $1620\text{ cm}^{-1}$  تشير إلى مجموعة  $(-\text{CH}=\text{N}-)$ ، في حين تعود القمتين عند  $1450\text{ cm}^{-1}$  و  $1580\text{ cm}^{-1}$  إلى امتطاط الروابط العطرية  $(-\text{C}=\text{C}-)$ ، وتظهر قمة  $(\text{C}=\text{O})$  عند  $1660\text{ cm}^{-1}$  وعصابة امتطاط لـ  $(-\text{OH})$  عند  $3560\text{ cm}^{-1}$ . تشير عصابات الامتصاص عند  $2890\text{ cm}^{-1}$  و  $2950\text{ cm}^{-1}$  إلى مجموعات  $(\text{C}-\text{H})$  الالفاتية، في حين تشير عصابات الامتصاص عند  $1020\text{ cm}^{-1}$  و  $1270\text{ cm}^{-1}$  إلى روابط  $(\text{C}-\text{O})$ . و يظهر في الشكل (6) و (7) طيف  $^1\text{H NMR}$  و طيف  $^{13}\text{C NMR}$  للبلوريتين السائلتين (I)، (II) على الترتيب، وتعود القمة عند 9.18 ppm في طيف  $^1\text{H NMR}$  الشكل (6) إلى مجموعة أساس شيف  $(-\text{CH}=\text{N}-)$ ، في حين أن القمتين عند 3.65 ppm و 4.62 ppm هما لـ  $(-\text{OH})$  و  $(-\text{CH}_2-\text{O})$  على الترتيب.

## 4-الاستنتاجات و المقترحات:

تم اصطناع بلوريتين سائلتين جديدتين و توصيفها باستخدام مطيافيات FT-IR ,  $^{13}\text{C-NMR}$  ,  $^1\text{H-NMR}$  والتحليل العنصري. استخدام البلورات المصنعة كعملاء معالجة لـ DGEBA. درست الخصائص الميكانيكية وفق الاختبارين ASTM D4145-83 و ASTM D3359-97-B. أظهر الريزينين الناتجين من معالجة DGEBA بالبلورات السائلة المصنعة (I)، (II) خصائص ميكانيكية (مرونة والتصاق) عاليين إلى الركائز المعدنية مقارنة بعملاء المعالجة الامينية الأولية، إضافة إلى الثبات في الأبعاد وعدم الانكماش تحت المعالجة والخصائص الكهربائية و الحرارية العالية، ما يتيح استخدامها في مجال واسع من التطبيقات كالفضاء والألواح الالكترونية وأنصاف النواقل. ومستقبلا سنقوم بتحضير بلورات سائلة جديدة باستخدام حلقات غير متجانسة مختلفة وسلاسل تطويل جديدة ودراسة الخصائص الميكانيكية والحرارية والكيميائية لها.

## 5- المراجع:

- [1] S. J. Hartman, The Epoxy Resin Formulators Training Manual, **1984**, *The Society of the Plastics Industry, Inc.*, New York, **9**, 678-679.
- [2] Fan-Long Jin, Xiang Li, Soo-Jin Park, **2015**, Synthesis and application of epoxy resins: A review, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, **29**, 1-11.
- [3] D. Vorlander, W. Selke, Z., **1928**, *Phys. Chem.*, **129**, 435.
- [4] R. Virchow, *Virchows Arch.*, **1854**, **6**, 571.
- [5] M. Schadt, *Ber. Bunsenges*, 1993, *Phys. Chem.*, **97**, 1213.
- [6] J. Funfschilling, **1991**, *Condensed Matter News*, **1**, 12.
- [7] F. Reinitzer *Monatsh*, **1888**, *Chem.*, **9**, 421. For a recent translation in English see *Liq. Cryst.*, **1989**, **J**, 17.
- [8] Kelker, H., & Scheule, B., **1969**, A Liquid-crystalline (Nematic) Phase with a Particularly Low Solidification Point. *Angew. Chem. Int.*, **8**, 884.
- [9] Habboush, A., Farriha, S., & Kreishan, A.-L., **1991**, A comparative study of the Gc behavior of LC. *Journal of high resolution chromatography* , **262**.
- [10] Benalia, M., Djedid, M., Achour, K., & Ouar, H., **2003**, *Etude thermique et thermodynamique d'une mesophase par CGP*. Diplome memoire, Universite` Ammar Thelidji; Laghouat, De`partement de Chimie Industrielle.
- [11] A.M. Ali, M., Al-Haideri, A., & A. Mehdawy, M., **2003**, Gas chromatographic Separation of Phenol Derivatives by Schiff-Base Liquid Crystalline Stationary Phase. *Turk J Chem*, **27**, 259-264.
- [12] Huang, K. P., Misra, T. K., Wang, G. R., Huang, B. Y., & Liu, C. Y., **2008**, Novel stationary Phase for complexation gas chromatography originating from ionic liquid and metallomesogen. *Journal Chromatography A* , **1215**, 177-184.
- [13] Witkiewicz, Z., Oszczudlowski, J., & Repelewicz, M., **2005**, Liquidcrystalline stationary phase for gas chromatography,

*Journal of chromatography A*, **1062**, 155-174.

- [14] Shao, Y., & Zedram T. W., 1998, Phase Transitions of Liquid Crystal PAA in Confined Geometries, *Journal of Physical Chemistry B*, **102** (i8), 3387-3394.
- [15] E. Ghanem, S. Al-Hariri, M. Bin Alia, 2010, Synthesis and Characterization of Novel Nematic Liquid Crystal, *Journal of Damascus university*, **26**, 193-213.
- [16] Pooja Sharma, 2013, Thermal behaviour of Diglycidyl ether of bisphenol-A (DGEBA)/dithiols bearing an azomethine group: *International Journal of Chem Tech Research*, **5** (1), 85-91.
- [17] V. Ambroggi, M. Giamberini, P. Cerruti, P. Pucci, N. Menna, R. Mascolo, C. Carfagna, 2005, Liquid crystalline elastomers based on diglycidyl terminated rigid monomers and aliphatic acids. Part 1. Synthesis and characterization, *Polymer*, **46**, 7, 2105-2121.
- [18] Yin-Ling Liu, Zhi-Qi Cai, X. Wen, P. Pi, D. Zheng, J. Cheng, Z. Yang, 2011, Thermal properties and cure kinetics of a liquid crystalline epoxy resin with biphenyl-aromatic ester mesogen, *Thermochimica Acta*, **513**, 1-2, 88-93.
- [19] C. Farren, M. Akatsuka, Y. Takezawa, Y. Itoh, 2001, Thermal and mechanical properties of liquid crystalline epoxy resins as a function of mesogen concentration: *Polymer*, **42**, 1507.
- [20] C. Carfagna, E. Amendola, M. Giamberini, 1994, Liquid crystalline epoxy resins containing binaphthyl group as rigid block with enhanced thermal stability: *Macromolecular Chemistry and Physics*, **195**, 2307.
- [21] K. Sadagopan, D. Ratna, A. B. J. Samui, 2003, Synthesis and characterization of liquid-crystalline epoxy and its blend with conventional epoxy: *Journal of Polymer Science Part A*, **41**, 3375.
- [22] J. Y. Lee, S. S. Hong, K. U. Kim, 1999, Relationship between the structure of the bridging group and curing of liquid crystalline epoxy resins: *Polymer*, **40**, 3197-3202.
- [23] E. J. Choi, J. C. Seo, H. K. Bae, J. K. Lee, 2004, Synthesis and curing of new aromatic azomethine epoxies with alkoxy side groups: *Eur. Polym*, **40**, 259-265.
- [24] M. Brehmer, R. Zentel, 1994, Liquid Crystalline Elastomers-

- Characterization as Networks: Journal Molecular Crystals and Liquid Crystals Science and Technology Section A. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, **243**, 353.
- [25] C. W. Tsaia, K. H. Wub, C. C. Yangc, G. P. Wang, **2015**, Adamantane-based epoxy resin and siloxane-modified adamantane-based epoxy resin: Characterization of thermal, dielectric and optical properties, *Reactive and Functional Polymers*, **91–92**, 11–18.
- [26] J. J. Mallon, P. M. Adams, **1993**, Synthesis and characterization of novel epoxy monomers and liquid crystal thermosets, *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, **31**, 2249.
- [27] Z. Gao, Y. Yu, Y. Xu, S. Li., **2007**, Synthesis and characterization of a liquid crystalline epoxy containing azomethine mesogen for modification of epoxy resin: *Journal of Applied Polymer Science*, **105**, 1861–1868.
- [28] I. A. Mohammad, M. F. Ali, W. S. Wan Daud, **2012**, New class of liquid crystalline epoxy resins: Synthesis and properties: *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, **18**, 364–372.
- [29] E.-Joon Choi, Hung-Kun Ahn, Jong Keun Lee, Jung-Il Jin, **2000**, Liquid crystalline twin epoxy monomers based on azomethine mesogen: synthesis and curing with aromatic diamines, *Polymer*, **41**, 21, 7617–7625.
- [30] Yong-Ho Ahn, Myung-Sup Jung, Jin-Hae Chang, **2010**, Synthesis and characterization of liquid crystals and their thermoset films, *Materials Chemistry and Physics*, **123**, 1, 177–183.
- [31] H. Wang, Y. Zhang, L. Zhu, Z. Du, B. Zhang, Y. Zhang, **2011**, Curing behaviors and kinetics of epoxy resins with a series of biphenyl curing agents having different methylene units, *Thermochimica Acta*, **521**, 1–2, 18–25.
- [32] ASTM Designation, **D 4145-83**, **1983**, Reapproved **2002**, Standard Test Method for Coating Flexibility of Prepainted Sheet, **1-3**.
- [33] ASTM Designation, **D 3359-97**, **1997**, Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test, **1-10**.