

تقدير المبيد دورسبان بتقنية الحقن الجرياني المقترن بالبريق الكيميائي

سهام توفيق أمين ، محمد مصدق محمد نوري ، عمر صالح حسن

قسم الكيمياء ، كلية العلوم ، جامعة تكريت ، تكريت ، العراق

الملخص:

يتضمن البحث تقدير المبيد الحشري دور سبان وذلك عن طريق اختيار أفضل الظروف الملائمة التي تعطي أفضل شدة للبريق واقل استهلاك للمواد الكيميائية حيث استخدم نظام ($\text{luminol-H}_2\text{O}_2\text{-Pt}^{+2}$) وكان المدى الخطي ما بين (300_500ppm) وحدا لكشف 0.87 مايكرو غرام/مل والانحراف القياسي 0.77 والاسترجاع 98.22 وكان الخطأ النسبي هو (1.78-%) وظهر معامل ارتباط 0.9970 وكذلك قيمة t المحسوبة اقل من الجدولية

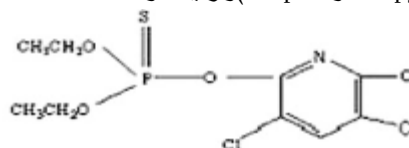
المقدمة:

1) وعند تعرض الانسان له فانه يشعر بالغثيان وتشوش الرويه^(7,6) وكذلك هو مادة لها القدرة على التميؤ^(8,9).

البريق الكيميائي:

يعرف البريق الكيميائي أنه الضوء أو الأشعة الكهرومغناطيسية (غالباً ما تكون في المنطقة فوق البنفسجية والمرئية أو منطقة الأشعة تحت الحمراء) المنبعثة نتيجة لتفاعلات كيميائية منتجة حالة الكترونية مثارة وسطية أو ناتجة حيث تكتسب الجزيئة طاقة الإثارة نتيجة لتفاعلات كيميائية محمراً جزءاً من الطاقة خارج النظام وبشكل فوتونات، بينما تبقى حرارة النظام بعيدة عن حرارة أشعة الضوء المنبعث؛ لذلك يطلق على البريق بالضوء البارد Cool light لعدم مرافقة انتاجه حرارة⁽¹⁰⁾ ومن الطرق الحديثة المستعملة لتقدير المبيدات تقنيّة الحقن الجرياني المقترن بالبريق الكيميائي حقن النموذج إلى التيار الحامل ويتم الالتقاء مع الكواشف عند نقطة الالتقاء على الشكل حرف T غرفة مظلمة منعزلة عن الخارج ثم يمرر التيار الحامل من خلال ملف مسطح زجاجي موضوع أمام واجهه الأنبوب المضاعف الضوئي، إذ يساعد الملف على المزج الكفوء وإبقاء مواد متفاعلة أمام الكاشف مدة أطول لكي يتم تحسين معظم الإشعاع المنبعث لمدة 5-15 ثانية.⁽¹¹⁾

تستخدم المبيدات في البيئة لحماية الصحة وتفتشي الامراض والافات الزراعيه والمبيدات هي سموم بايولوجيه ومواد خطره تسبب القلق على صحة الانسان⁽¹⁾ وان المبيد دورسبان من اسمائه الشائع الاخرى هي (lorspan او chlopyrps) وتركيبه هو



Chlorpyrifos

واسمه العلمي هو o,o-diethyl-o-(3,5,6tri chloro-2-pyridyl)phosphorothioate وان المجموعه الفعاله في المركب هي حلقة pyridine عليها ثلاثة استبدالات كلورو هو من المبيدات التي لها مدى واسع الفعاليه .وله فترة بقاء في التربه تصل الى حوالي اربعة اشهر⁽²⁾ وكان اول تسجيل للاستخدام عن طرق وكالة حماية البيئه الامريكيه عام 1965⁽³⁾. المبيد دورسبان مبيد صلب بلوري ابيض يشبه رائحة البيض الفاسد والتي هي عائدته للكبريت^(4,5) والضغط البخاري له يساوي $1.87 \times 10^{-5} \text{ mmhg}$ في درجة حرارة 25م. وزنه الجزيئي 350.6 g mol^{-1} ⁽³⁾ وذوبانيته في الماء تصل الى حوالي (0.0014g)

جدول رقم (1) بعض الطرق المستخدمة لتقدير المبيد

نوع العينة	الطريقة المستخدمة	النتائج	المصدر
نماذج البيره	استخدام فولتمترية النزح باستخدام قطب قطرة الزئبق المتقطر	$\text{LOD}=0.45 \text{ ng ml}^{-1}$	12
مبيدات حشريه تجاريه	تم التقدير بواسطة تقنيّة HPLC	$\text{LOD}=3 \text{ ng ml}^{-1}$	13
المواد الغذائيه	تم استخدام تقنيّة FTIR	$\text{LOD}=0.32 \text{ ng ml}^{-1}$	14
النبات الطبيه والازهار	استخدام تقنيّة GC	$\text{LOD}=0.05 \text{ mg l}^{-1}$	15
النماذج المائيه	تم التقدير بواسطة GC	$\text{LOD}=45 \text{ Mg l}^{-1}$	16
العنب والنباتات	باستخدام تقنيّة ELISA	$\text{LOD}=52 \text{ mg l}^{-1}$	17

جارية ايضاً من خلال خلية التفاعل وبصورة أنية ومستمره وبعد حدوث تفاعل البريق حيث لا يحصل أي فقدان لأي اشارة لان عملية المزج والتفاعل تحدثان أمام المتحسس المثبت مقابل خلية التفاعل بحيث يتحول الضوء المنبعث الى اشارة كهربائية بهيئة ذروة (Peak)

التحليل بتقنية الحقن الجرياني المستمر:

ويستند التحليل بالحقن الجرياني المستمر (FIA) الى حقن الانموذج السائل عبر تيار مستمر لمحلول ناقل وبطرق ذات تطابقية عاليه ومن ثم مزجه مع كواشف البريق الكيميائي التي تكون على محاليل

الجزء العملي:

الأجهزة المستخدمة: جهاز الإذابة بالأصوات فوق الصوتية UL CLEANER – 50 B ATROSONIC CLEANER موديل
جهاز قياس الدالة الحامضية pH meter موديل JENWAY
350 ميزان حساس موديل SARTORIUS، قطب الكالوميل موديل
SWISS SOURCE، مسخن حراري مع محرك مغناطيسي موديل
JENWAY HOTPLATE WITE STIRRER – GERMA

المواد الكيميائية المستخدمة:

استخدمت المواد الكيميائية في هذه التقنية ذات نقاوة عالية والمبينة في جدول (2) .

أما شكل هذه الذرة وحجمها يعكس أو يمثل تركيز الأنموذج المحقن المراد تقديره.⁽¹⁸⁾ وتعزى أهمية هذه التقنية إلى تحليل أكبر عدد من الأنموذج بأقل فترة زمنية وأقل مقدار من محلول الكاشف والأنموذج بحيث تتلائم مع طريقة الكشف بالإضافة إلى درجة التخفيف القليل والمنظم لمنطقة الأنموذج والتطابقية العالية التي تعد حالة جديدة عملياً في الكيمياء التحليلية بحيث تتلائم مع متطلبات العمل التحليلي ومن خلال هذه التقنية بالإمكان التعامل مع التفاعلات الكيميائية الآتية (البريق الكيميائي) والإحياية لإمكانية تتبع خطوات التفاعل في الخلية وأمام الكاشف مباشرة بالإضافة إلى إمكانية التحكم بظروف العمل مثل سرعة ضخ المحاليل أو إبدال الأنابيب الناقلة بأقطار مختلفة، كذلك بالإمكان التحكم بحجم الأنموذج المحقن بوساطة صمام الحقن.⁽¹⁹⁾

الشركة المجزة	النقاوة %	الوزن الجزيئي غم/مول	الصيغة الكيميائية	المواد الكيميائية	ت
Fluka	98	177.16	$\text{PhNH}_2\text{C}_2\text{O}_2(\text{NH}_3)_2$	Luminol	1
BDH	48	34	H_2O_2	Hydrogen peroxed	2
BDH	97	410	$\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Hexa platonic acid	3
BDH	99	106	Na_2CO_3	Sodium carbonat	4
Fluka	96	98	H_2SO_4	Sulfuric acid	5
Sigma	98	350	$\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_3\text{Cl}_3\text{NPS}$	dursban	6

الراتنج بصورة كاملة ثم يرج الراتنج عدة مرات مع الماء المقطر ثم يترك ليستقر ويسكب الماء منه ويغسل عدة مرات بالماء المقطر حتى يصبح ماء الغسيل رائقاً.

استخدم أنبوب زجاجي أبعاده (15 سم 10X ملم) وتم سد أحد طرفي الأنبوب بالصوف الزجاجي ثم يبدأ الأنبوب بالراتنج المنتفخ مع الحركة الاهتزازية أثناء عملية التعبئة. من أجل تجانس الراتنج وإزالة الفقاعات وبعد إكمال التعبئة يتم إغلاق الطرف الآخر من الأنبوب بالصوف الزجاجي وذلك لمنع التحرك حبيبات الراتنج بفعل التيار الحامل الجاري ويتم ربطه قبل صمام الحقن بالنسبة لتيار محلول منظم و البيروكسيد في منظومة البريق.

ثانياً: عمود التبادل الأنيوني

تعداد نفس الخطوات السابقة لأعداد المبادل الأيوني باستخدام Amberlite IRA-(400) المجهز من شركة Fluka ويقطر (-10) 50 مايكرون وبسعة 1.2 ملي مكافئ غرامي /مل ويكون على هيئة R^+Cl^- ويوضع على خط البيروكسيد بالاشتراك مع عمود الكيتوني.

تصميم منظومة التفاعل لنظام البريق $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Luminol} - \text{M}^+$

يتم إجراء دراسة تمهيدية لتصميم وتنفيذ آلية كيميائية-بصرية-الكرونية لقياس البريق الناتج من نظام تفاعلي يعتمد أساساً على جزيئة اللومينول في وسط قاعدي وبوجود مادة مؤكسدة قوية وبحضور

تحضير المحاليل :

- أ- محلول كربونات الصوديوم Na_2CO_3 بتركيز 0.1 مولاري .
- ب- محلول اللومينول Luminal بتركيز 1×10^{-3} مولاري
- ت- محلول بيرو كسيد الهيدروجين H_2O_2 بتركيز 1.0 مولاري
- ث- محلول حامض الكبريتيك H_2SO_4 بتركيز 0.1 مولاري
- ج- محلول ايون البلاتين Pt^{++} بتركيز 250 جزء من المليون
- ح- تحضير المحلول المنظم عند PH 9
- خ- تحضير المحلول القياسي للمبيد بتركيز 300 جزء من المليون .

تحضير أعمدة المبادلات الأيونية

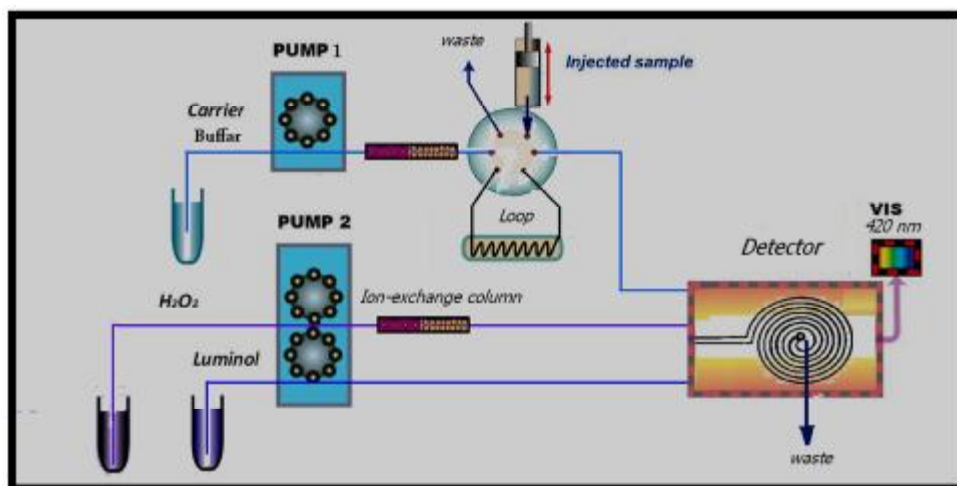
تستخدم هذه المبادلات لإزالة الايونات الموجبة والسالبة من المواد المتفاعلة في منظومة البريق الكيميائي وتشمل المبادلات نوعين:

أولاً: عمود المبادل الكاتيوني

تم استخدام الراتنج (Dowex 50) المجهز من شركة Fluka الذي يكون على هيئة حامض قوي مرتبط ببايون الصوديوم Na^+ وذو مجموعة RSO_3^- وذو دقائق ذات قطر (50-100) مايكرون وبنسبة 108 ملي مكافئ غرامي/مل ، ويكون إعداد الراتنج للعمل بالشكل الآتي:

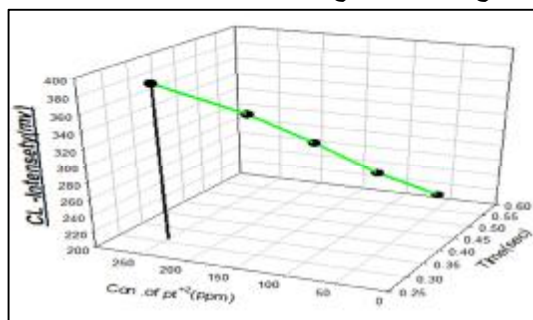
يوضع (25) غم من الراتنج في بيكر سعة 200 مللتر ويملأ إلى نصف البيكر بالماء المقطر ويترك لفترة 24 ساعة لإتمام عملية انتفاخ

في هذا النوع من القياسات لأسباب تتعلق بالحصول على قمم حادة للاستجابات وقياس شدة الاستجابة الناتجة جميعها عندما تكون أمام المتحسس وليس قبله أو بعده، ومحاولة التقليل لظاهرة التذليل لمقطع الأتمودج التي تحدث عند حركة السوائل داخل الأنببيب صممت المنظومة على وفق متطلبات التفاعل كما في الشكل (1)



شكل (1) منظومة البريق الكيميائي

الواظنه لوحظ عدم انتظام القمم وذلك لانه عدد من الجزيئات سوف يحصل فيها تصادم يؤدي الى الحصول على جزيئات مثاره والفائض منها سوف يتصادم مع جزيئات المواد المتفاعله موديا الى فقدان الطاقة بشكل حراره وهذا سوف يؤدي الى نقصان شدة البريق والشكل (2) يوضح علاقة البريق مع تركيز البلاتين.



شكل رقم (2) يوضح علاقة تركيز الايون مع البريق

3- تأثير تركيز اللومينول

بعد ان تم اختيار افضل تركيز للايون وتثبيتها تمت دراسة تأثير تركيز اللومينول على شدة انبعاث البريق الكيميائي وذلك باخذ تراكيز مختلفه من اللومينول وبمدى يتروح بين (5×10^{-6} - 10^{-3}) مولاري حيث تم حقن هذه التراكيز كل تركيز ثلاث مرات .تم الحصول على النتائج الموضح في شكل (2) .

ومن الشكل حيث تم اختيار (5×10^{-4}) مولاري كافضل تركيز للومينول يلاحظ ان في التراكيز العاليه تقل شدة البريق وذلك لايون البلاتين يعمل على تكوين المعقد مع اللومينول وبالتالي يقل ايون

عامل مساعد. طبيعة التفاعل وأسلوب مزج المواد يتطلب أسلوباً معيناً لإنجاح التفاعل وإمكان استخدامه طريقة تحليلية أو طريقة بديلة للتحليل. وهذا يعتمد على ان تكون المسافات بين نقاط الالتقاء (الإضافة والمزج) بين مادة وأخرى إلى نقطة القياس للبريق أو إحداث ظاهرة تليق على أقله كي لا يسبب انتشاراً واسعاً لمقطع الأتمودج المرتحل عبر الأنببيب؛ أي تفضيل ظاهرة الحمل على ظاهرة التناقل

النتائج والمناقشة :

لما كان تفاعل البريق الكيميائي يمتاز بحساسيه عاليه اذن ان الانبعاث الناتج هوداله لتفاعل كيميائي مضاف اليه كل الضروف الفيزيائيه والكيميائيه.

تم دراسة المتغيرات الفيزيائية والكيميائية

A- المتغيرات الكيميائية وتشمل :

- 1 - اختيار تركيز الايون المحفز
- 2 - دراسة تأثير تركيز اللومينول
- 3 - دراسة تأثير تركيز بيروكسيد الهيدروجين
- 4 - دراسة تأثير الحامضية على الايون المحفز
- 5 - دراسة تأثير إزالة الايونات الموجبة والسالبة على شكل القم

B - المتغيرات الفيزيائية:

- 1 - دراسة تأثير حجم النموذج
- 2 - دراسة تأثير سرعة الجريان
- 3- دراسة تأثير الغازات المذابة في المحاليل على خط القاعدة Baselin

A- المتغيرات الكيميائية :

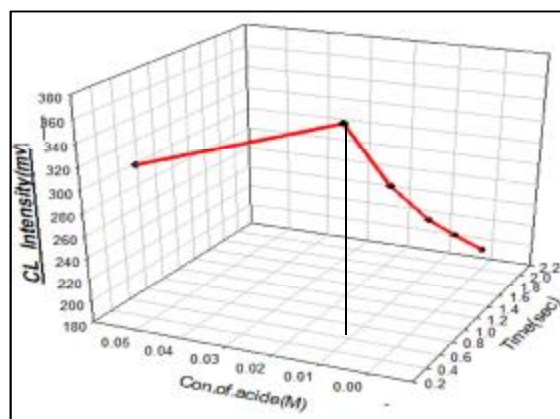
1- اختيار التركيز الامثل للأيون البلاتين

من خلال دراسة الظروف المثلى التقدير المبيد دورسبان تم اختيار ايون البلاتين كعامل محفزيساعد على اكسدة اللومينول مع بيروكسيد الهيدروجين حيث حضرت سلسله من التراكيز مابين(250_50 جزء من المليون)حيث وجد ان 250 جزء من المليون افضل تركيز في هذا البحث وذلك لاعطائه قمم منتظمه خاليه من التشوه وعند التراكيز

على أعلى ارتفاع وعند استخدام تراكيز أعلى من ذلك أعلى إلى انخفاض في الاستجابة كما موضح من الشكل وقد يعزى ذلك إلى كميات الاوكسجين المتحرره وهو بذاته يقلل من الفلوره المتكونه من جذور جزيئه اللومينول (ايون امينوفتالين) من خلال عملية الاخمداد بناءا على ذلك تم اختيار تركيز (5×10^{-2}) مولاري كافضل تركيز يتم من خلاله احصل على استجابة عاليه وقمته حادة وهيئة ومنضمه وبالتالي زيادة الحساسية بالتوجه نحو تركيز واطئه لتحسين حدوث الكشف .

5- تأثير حامضية الايون المحفز على شدة البريق

ليبيان مدى تأثير الحامضيه للايون المحفز على شدة الانبعاث تم تحضير سلسلة من تركيز الحامض (الكبريتيك، وبيتراكيز تتراوح ما بين $(1 \times 10^{-4} - 5 \times 10^{-2})$ مولاري لكل حامض واذيب فيها الايون المحفز ، حيث تم الحصول على افضل استجابة للبريق عند استخدام حامض الكبريتيك وبيتراكيز (0.01) مولاري بثبوت تركيز الايون المحفز وتركيز كل من اللومينول وبروكسيد الهيدروجين في الدراسات السابقة.



شكل (5) تأثير الحامض على البريق

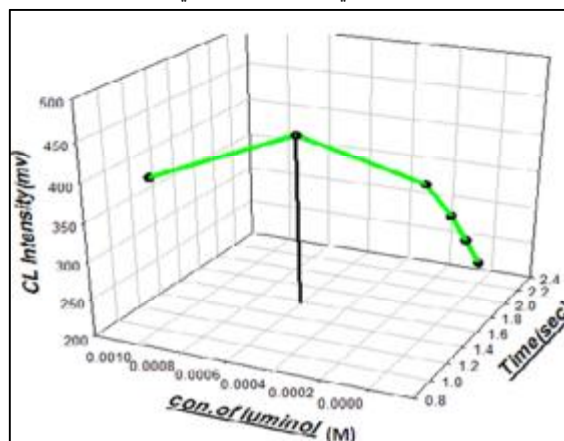
وهذا يعود إلى قدرة حامض الكبريتيك على اطلاق البروتونات اكثر من غيره من الحوامض ،التي تزيد من قابلية الايون المحفز على اكسدة اللومينول وبالتالي تزداد شدة الانبعاث البريق الكيميائي.

6- تأثير إزالة الايونات الموجبة والسالبة على هيئة الاستجابة

لأزالة تأثير الايونات السالبة والموجبة في المحاليل تم تحضير عامودين من المبادلات الايونية المحضرة سابقا في الفقرة (7)، أحدهما يوضع على خط التيار الحامل قبل صمام الحقن ،والثاني يوضع على خط البيروكسيد .

وعند وضع اعمدة المبادل الايوني يتم الحصول على قمم خالية من التشويه (Noise) كما في الشكل (7)

البلاتين وهذا سوف يؤدي إلى تقليل شدة البريق بسبب قلة القطع الباعثه الواهبه للبريق وبالتالي يقل البريق كما في الشكل

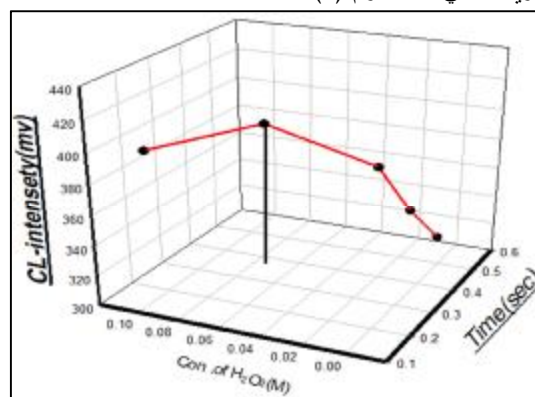


شكل (3) يوضح علاقة البريق مع تركيز اللومينول

ان الزيادة في تركيز اللومينول قد يؤدي إلى زيادة عدد جزيئات اللومينول المثارة مؤديا إلى حصول تصادمات حرة بين الجزيئات المتفاعلة مسببة فقدان طاقتها بشكل طاقة حرارية لا اشعاعية وبالتالي نقصان في شدة البريق، اما التراكيز اقلية فانها تؤدي نقصان في شدة البريق بسبب قلة القطع المثارة للبريق (الجريئة الواهبه) .

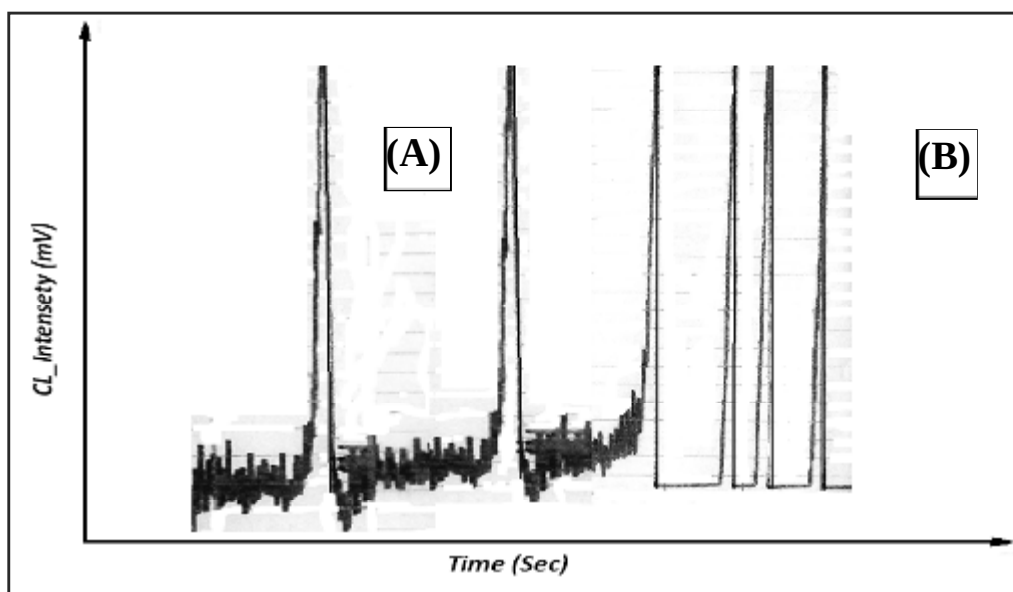
4- تأثير تركيز بيروكسيد الهيدروجين:

بعد تثبيت تركيز الايون المحفز وتركيز محلول اللومينول ،تم دراسة تأثير تركيز البيروكسيد على شدة البريق الكيميائي ، وذلك باخذ تراكيز مختلفة من البروكسيد وبمدى يتراوح بين $(10^{-3} - 10^{-1})$ مولاري كما في الشكل رقم (4)



شكل(4) يوضح عالقلة البريق مع تركيز البيروكسيد

حيث تم اختيار افضل تركيز للمحلول البيروكسيد هو (5×10^{-2}) مولاري وقد لوحظ انه عند التراكيز الواطئه لبيروكسيد الهيدروجين تم الحصول على انبعاث ضعيف لضوء البريق بفعل قلة تكون القطع الباعثه للضوء بسبب تركيز المادة المؤكسده الا انه مع الزيادة تركيز بروكسيد الهيدروجين يزداد الانبعاث البريق مؤديا زيادة ارتفاع الاستجابة وصولا إلى تركيز (5×10^{-2}) مولاري حيث تم الحصول

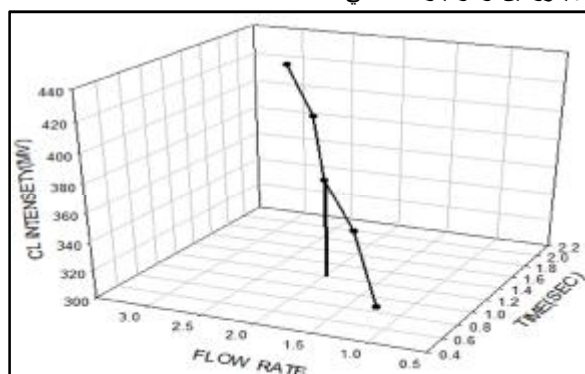


شكل (6) A - شكل القمم بدون استعمال مبادل ايوني - شكل (6) B - شكل القمم بدون استعمال مبادل ايوني

وان وجود المبادل الايوني يؤدي الى ازالة الايونات الموجبة والسالبة مما يؤدي الى اعطاء محلول خالي من الايونات وبالتالي الحصول على قمم خالية من التشوهات.

2- تأثير سرعة الجريان

بعد تثبيت جميع المتغيرات الكيميائية وحجم الايون المحقن، تم دراسة تأثير معدل الجريان هذه المحاليل على شدة البريق الكيميائي وذلك بتغير سرعة الجريان من (0.5-3.0) مل / دقيقة لخط بيروكسيد الهيدروجين واللومينول كما في الشكل ادناه :



شكل (8) تأثير سرعة الجريان

يلاحظ زيادة شدة الانبعاث مع زيادة سرعة الجريان بدءا (2.5 - 3) مل / دقيقة لا يخدم التفاعل المستخدم وذلك لان سرعة الجريان العالية يؤدي الى سرعة خروج المقطع المضئي من خلية القياس اي (وجود زمن قليل لتسجيل الإشارة) لذلك تم اختيار (2) مل / دقيقة ولذلك لأنها اقل استهلاك للمواد الكيميائية وتؤدي الغرض المطلوب.

3- تأثير الغازات المذابة في المحاليل على خط القاعدة (Baseline)

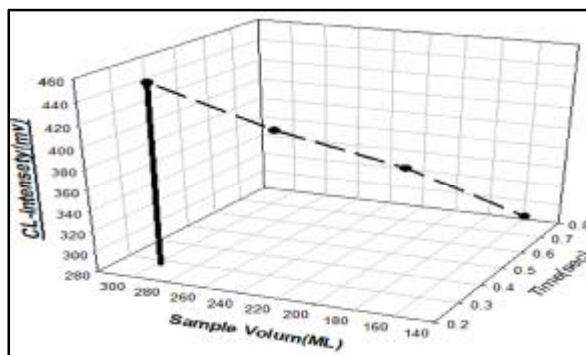
لوحظ في هذه الدراسة عدم استقرار خط القاعدة (Baseline) ترافقه ضوضاء على مسجل الخطوط البيانية عند تشغيل منظومة كشف البريق الكيميائي وقبل عملية الحقن وسببها يعود الى احتواء المحاليل على الغازات التي تؤثر على خط القاعدة ولغرض التخلص من هذه

ان وجود المبادل الايوني يؤدي الى ازالة الايونات الموجبة والسالبة مما يؤدي الى اعطاء محلول خالي من الايونات وبالتالي الحصول على قمم خالية من التشوهات.

B- المتغيرات الفيزيائية:

1- تأثير حجم النموذج المحقن

بعد تثبيت جميع المتغيرات الكيميائية، تم دراسة تأثير حجم الايون المحقن وذلك بتغير طول انبوب المنعطف في صمام الحقن (Loop) حيث تم أخذ حجوم مختلفة من (125-300) مايكروليتر. وتم الحصول على النتائج كما في الشكل أدناه .

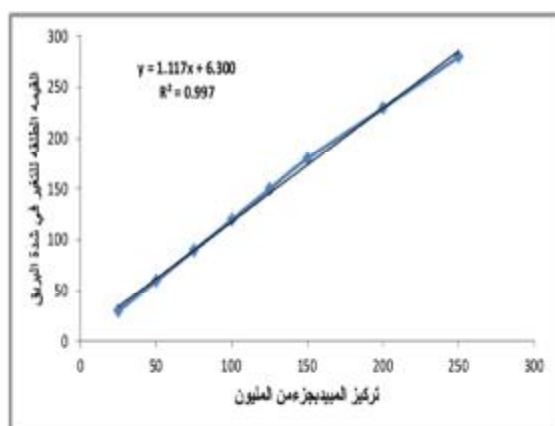


شكل (7) تأثير تغير حجم النموذج المحقن

حيث لوحظ زيادة الاستجابة مع زيادة حجم النموذج المحقن ولكن هيئة الاستجابة تكون بقمم اعرض اي (وقت استجابة اكثر) وذلك بفعل استمرار الانبعاث بسبب طول مقطع النموذج في مرحلة التفاعل مقابل المتحسس (حدوث حالة اشباع للأنبوب المضاعف الضوئي PMT) ، وعلى هذا الاساس تم استخدام الحجم (300) مايكروليتر لكونه يعطي استجابة بقمم حادة ومنظمة ولكن بحساسية اقل من حساسية الاستجابات الناتجة من حجوم اكبر ، وعلى هذا فان اختيار الحجم يجب ان يكون على اساس الموازنة بين هيئة الاستجابة

جدول (3) الظروف المثلى لتقدير المبيد دورسبان

القيم المثلى عند	المتغيرات الفيزيائية والكيميائية
استخدام ايون II pt(II)	
$5 \times 10^{-4} (M)$	تركيز اللومينول
$5 \times 10^{-2} (M)$	تركيز بيروكسيد الهيدروجين
$250 \mu g L^{-1}$	تركيز ايون المحفز
2.0 ml/min	سرعة الجريان
300 μL	حجم الايون المحقن



شكل (10) يبين منحنى المعايرة للمبيد

جول(4) القيم الاحصائية للمبيد دورسبان

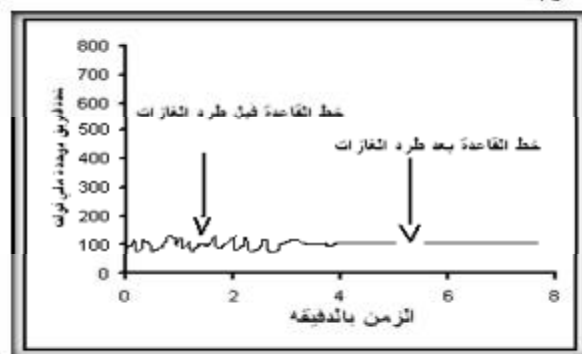
اسم المادة	المعادلة الخطية	قيمة معامل الارتباط	حدود الخطية	خ حد الكشف مايكروغرام/مل
بيي DURSBN	$Y = 1.117X + 6.30$	0.9970	300-50PPm	0.87

الميزات المستحدثة من سرعة التحليل وقلة المواد الكيميائية المستهلكة وحجم النموذج المحقن، والحساسية العالية بالتوجه نحو تراكيز واطنة (تحسين حدود الكشف)

التطبيقات :

طبقت الظروف المثلى لتقدير المبيد وتم تحضير سلسلة من التراكيز عند استخدام المبيد التجاري من تجهيز شركة بيتا وأظهرت النتائج دقة عالية إذ تم حساب الخطأ النسبي والاستراديالية والانحراف القياسي النسبي ويظهر جدول 6 نتائج تم الحصول عليها.

الغازات تم وضع المحاليل المستخدمة في حمام الموجات فوق الصوتية .



شكل (9) يوضح تأثير الغازات المذابة على المحاليل المحضرة

بناء منحنى المعايرة

حضرت سلسلة محاليل لمبيد وبتراكيز (300-50ppm) بالتخفيف في محلول المائي لايون البلاتين 250 جزء من المليون ثم حقنت بشكل متزامن ولست مرات متتالية لكل تركيز وأخذ معدل خمس قراءات، هذا عند استخدام ايون البلاتين .

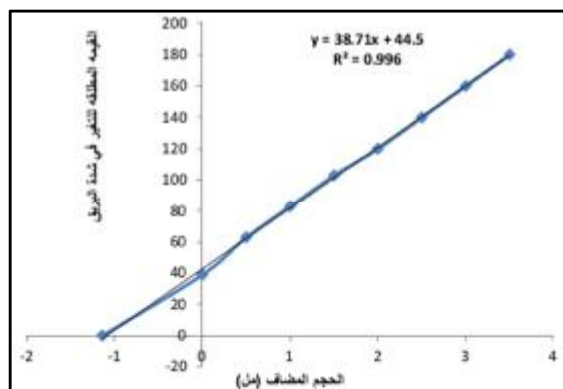
وفي هذه العملية يتم تثبيت جميع الظروف الكيميائية والفيزيائية الموضحة في جدول (3)، كما تمت معالجة البيانات بأسلوب حديث حيث تمت المعالجة الاحصائية باستخدام برنامج (Sigma Plot V 11.0) في الحاسوب، وسوف يتم توضيح نموذج للمعادلات المستخدمة و احتساب معادلة الخط المستقيم، وحدود تراكيزها الخطية، ونقطة التقاطع والميل، ومعامل الارتباط، وحدود الثقة عند 95 %، وخذ الكشف مع أخذ الاعتبار لعدد النقاط (n) المشمولة في منحنى المعايرة وعدد القياسات لكل نقطة، والانحراف القياسي (S)، الخطأ النسبي (E%)، و (RSD%)، وفق معادلات رياضية .

حساب قيمة (t) ومقارنتها مع (t) الجدولية

جدول (5) مقارنة بين قيم (t) الجدولية، و (t) المحسوبة

عند استخدام Pt.(III)	
t المحسوبة	t الجدولية
عند 95 %	عند 95 %
1.33 > 2.45	

ومن هذا الجدول يتبين ان قيمة (t) المحسوبة اقل من قيمة (t) الجدولية وعلى هذا يمكن عد الطريقة المستحدثة ضمن الطرائق المعتمدة لتقدير المبيدات، وعدها طريقة بديلة للطريقة التقليدية بفعل



شكل (11) بين منحنى الإضافات القياسية للمبيد

جدول (6) قيم الدقة والتوافق

Rec%	Er %	R.S.D %
98.22	-1.78	0.79
100.7	2.5	2.3

المصادر

stripping voltammetric method for the determination of an endocrine disruptor pesticide chlorpyrifos and its application to the wine samples, J Appl Electrochem (2011) 41:1279–1285

13. Sergio Armenta, Guillermo Quintás, Salvador Garrigues *, Miguel de la Guardia, A validated and fast procedure for FTIR determination of Cypermethrin and Chlorpyrifos Talanta 67 (2005) 634–639

14. M. Josiane, C.; A.S.Sergio, Determination of carbaryl in tomato "in natura" using an amperometric biosensor based on the inhibition of acetylcholinesterase activity. Sens. Actuators B, 2008, 129, 40–46.

15. Ajay Kumar, Gireesh Nadda, Adarsh Shanker, Determination of chlorpyrifos 20% EC (Dursban 20 EC) in scented rose and its products, Journal of Chromatography A, 1050 (2004) 193–199

16. Soheila Samadia, Hassan Sereshtia, Yaghoub Assadi, Ultra-preconcentration and determination of thirteen organophosphorus pesticides in water samples using solid-phase extraction followed by dispersive liquid–liquid microextraction and gas chromatography with flame photometric detection, Journal of Chromatography A, 1219 (2012) 61–65

17. Guoliang Qian 1, Limin Wang 1, Yunru Wu1, Qi Zhang, Qin Sun, Yang Liu, Fengquan Liu, A monoclonal antibody-based sensitive enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA) for the analysis of the organophosphorous pesticides chlorpyrifos-methyl in real samples, Food Chemistry 117 (2009) 364–370

18. E. Fassoula, and A. Economou, "Development and validation of a sequential-injection method with chemiluminescence detection for the high throughput assay of the total antioxidant capacity of wines"; Talanta, vol(85),p(1412–1418) ,2011.

19. D. Kolev and D. Mckelvie, "Comprehensive Analytical Chemistry Advances in flow Injection Analysis and Related Techniques"; Elsevier's, First Edition, 2008.

1. الملاح، نزار مصطفى، عواد شعبان. "المبيدات". دار الكتب للطباعة والنشر، جامعة الموصل، ص 225–240، (1993).

2- Tadeo and José", Analysis of Pesticides in Food and Environmental Samples", CRC Press, United States of America, Chapter 1, 2008.

3. ابوشبانه، مصطفى، "مبيدات الآفات" مطبعة جامعة عين شمس، جامعة عين شمس، ص 55، (1995)

4. F.Arduini,; F; Ricci, Tuta, C.S.; Moscone, D.; Amine, A.; Palleschi, G. Detection of carbamic and organophosphorus pesticides Palleschi, samples using a cholinesterase biosensor based on Prussian blue-modified screen-printed electrode. Anal. Chim. Acta, 2006, 580, 155–162

5. الجاف، دار احمد امين، عبد الغني عمر. "المبيدات ومنظمات النمو النباتية" مطبعة جامعة صلاح الدين، ص 44–88، (1988)

6. Li, B.X.; He, Y.Z.; Xu, C.L. Simultaneous determination of three Norgan phosphorus pesticides residues in vegetables using continuous flow chemiluminescence with artificial neural network calibration, Talanta, 2007, 72, 223–30-

7. F.; Hernandez, F.; Sancho, J.V.; Pozo, O.J. Critical review of the application of liquid chromatography/mass spectrometry to the determination of pesticide residues in biological samples. Anal. Bioanal. Chem., 2005, 382, 934–46

8. M Trojanowicz, Determination of pesticides using enzymatic biosensors. Electroanalysis, 2002, 14, 1311–28

9- S.; Silvia, M.. Arben, Determination of Toxic substances based on enzyme inhibition. Part1. Electrochemical biosensors for the determination of pesticides using batch procedures. Crit. Rev. Anal. Chem., 2003, 33, 89–126

10. Y. Yu, F. Xan and X. Warg, Journal of Luminescence, Vol. 50, 2008.

11. M.V. Cahaneo, K.B. Male and J.H.T. Luorg, Biosensors and Bioelectronics, vol9, p.569, 2007

12. Fu'sun Okc,u Pelit • Hasan Ertas, • F. Nil Ertas, Development of an adsorptive catalytic

Determination of dursban by flow injection _Chemiluminescence

Suham T.A , Muhamad musadiq M.N., Omar S.H.

Chem. Dept., College of Science, Tikrit University, Tikrit, Iraq

Abstract

This study includes Determination of dustpan by Flow injection method - Chemluminescence and optimal conditions and less chemicals as Luminal, hydrogen peroxide solutions all have been obtained on the calibration curve for the system: (pt^{++} luminol- H_2O_2) the linear range was (300-50) $\mu\text{gm.ml}^{-1}$ limit of detection was of $0.87\mu\text{gm.ml}^{-1}$ and the relative standard deviation was ($n = 5$) = 0.79%for the system . The linearity for this method for the determination of (dustpan) with recovery (98.22 %), and relative error (1.78 %) respectively .