الفصل الخامس والعشرون

العوامل الرئيسية التى تؤثر على صلاحية وكفاءة طرق تحليل المخلفات المتعددة .

- مقدمـــــة .
- مصادر الاختلافات والسبل الموصى بها لتقليل تواجدها واثرها .

(أ) العمليات التى لا تعتمد على طريقة التحليل .

* تجهيز العينات للتحليل .
* تخزين العينة قبل التحليل .
* الشوائب التى تتداخل مع التحليل ومصدرها المذيبات والجواهر الكشافة وادوات المعمل .
* المحاليل القياسية .

- العمليات المرتبطة بالطريقة .

* الاستخلاص والفصل الجزئى بين سائلين .
* الترشيح والتجفيف والتبخير .
* عمود الكروماتوجرافى والالواح الرقيقة .

- الكروماتوجرافى الغازى السائل .
- المشاكل المتعلقة بملاءمة الطرق .
- خصائص العمليات الفردية لتحليل المخلفات .
- وصف الطريقة .
- الاستنتاج .

العوامل الرئيسية التي تؤثر علي صلاحية وكفاءة طرق تحليل المخلفات المتعددة

Main Factors Influencing Reproducibility of Multi-residue methods*

مقدمـــة Introduction :

الغرض من استخدام طرق تقدير المخلفات المتعددة (MRM's) يتمثل فى الحصول على معلومات اكثر عن العينة خلال فترة قصيرة وبعدد من التحليلات اقل وكذلك تقليل تكلفة تحليل كل عينة . من الاهمية الاحاطة بظروف الاستخدام المناسب لهذه الطرق الا وهى توفير المعلومات الكافية لدى القائم بالتحليل عن طبيعة العينة وملائمة الطريقة المقترحة وكذلك نوعية المبيدات المحتمل تواجدها داخل او على عينة المحصول مجال التحليل . بالاضافة لذلك فان المعلومات والمعرفة الخاصة بالمعايير المميزة للعمليات المختلفة والظروف المثلى لكل عملية مطلوبة لتقليل او تفادى التأثيرات الجانبية الغير مرغوبة . يجب ان تختبر العمليات مع المركبات الاكثر حساسية للظروف المثلى . من الضرورى ضمان مصدر الاجهزة والمواد الداخلة فى عمليات التحليل ومن ثم يجب التأكد من نقاوة وملاءمة المواد التى تستخدم فى كل مجموعة batch . المركبات الجديدة تختبر بانتظام مع طرق تقدير المخلفات المتعددة MRM المستخدمة بهدف تقدير صلاحية الطريقة وامكانيات التداخلات والمواد المتداخلة . فى هذا المقام نتناول صلاحية وكفاءة طريقة التحليل من منطلق الاختلافات والتحويرات . الغرض يتمثل فى تعريف المصادر الرئيسية للاختلافات عند التطبيق والمرتبطة بالعمليات كل على حدة أو مجتمعة واقتراح الوسائل والمعايير الضرورية اللازمة للاستخدام الامثل لطرق التحليل . على سبيل المثال تعتبر طريقة اخذ العينات والنقل ذات اهمية قصوى فى تحديد اسباب الاختلافات فى نتائج التحليل .

مصادر الاختلافات والسبل الموصى بها لتقليل تواجدها واثرها .

(أ) العمليات التى لا تعتمد على طريقة التحليل

Processes independent of the methods

* تجهيز العينات للتحليل Preparation of smaples for analysis :

من المعروف ان المخلفات لا تتوزع بتجانس فى او على المحاصيل ومن ثم تختلف النتائج مع عامل الوقت ومن معمل لآخر اذا ما اتبعت وسائل او اقترابات مختلفة . من الضرورى اتباع طرق متجانسة ومتماثلة اذا ما اريد الحصول على نتائج مقارنة . وللتمشى مع او تحقيق القواعد الدولية بخصوص بيانات المخلفات ينصح بل يجب استخدام الطريقة الموصى بها من قبل لجنة الدستور فيما يتعلق بمخلفات المبيدات وفيها يوصف وبكل دقة اية اختلافات فى مجال التحليل . تجدر العناية الفائقة للتأكد من التجانس التام لجميع اجزاء عينة المعمل المعدة للتحليل وقبل ان تؤخذ عينة التحليل النهائى .

* تخزين العينة قبل التحليل Storage of sample before analysis :

تتحلل او تنهار مختلف مبيدات الآفات بصورة تدريجية حتى على درجة حرارة – ٢٠ °م وتتوقف درجة الانهيار على العينة نفسها ، وفى العادة يكون الانهيار سريعا فى العينات المفتتة والمهروسة نتيجة للنشاط الانزيمى العالى وملامسة السائل الخلوى المحتوى على درجات مختلفة من الحموضة بالمقارنة بالثمار الكلية . من اهم المعايير المتعلقة باختلاف محتوى المخلفات هو الوقت المطلوب لتجميد العينات ، لقد اثبتت الدراسات انه كلما كان معدل التبريد سريعا كلما كان الانهيار بسيطا . فى هذا الخصوص يعتبر التبريد فى الثلج الجاف او فى النتروجين السائل من احسن الطرق . من المحتمل تقليل الخطأ التقليدى والاختلاف فى النتائج عن طريق تحليل العينات الحقلية المعاملة الطازجة وعيناتها الممثلة بعد فترات مختلفة من التخزين .

* الشوائب التى تتداخل مع التحليل ومصدرها المذيبات والجواهر الكشافة وادوات المعمل

Interferring impurities from solvents, reagents and laboratory devices

تظهر الشوائب على صورة علامات او اشارات متداخلة على الكرماتوجرام خاصة فى حالة الكروماتوجرافى الغازى بكشاف صائد الالكترونات GC/ECD او مع الجوهر الكشاف نترات الفضة على الواح الكروماتوجرافى الرقيق TLC . بالاضافة الى التأثيرات المعلومة عن دور آثار او بقايا المعادن فى بعض المركبات ومن ثم نتوقع امكانية حدوث درجات معينة من الانهيار كنتيجة لوجود هذه الشوائب . من المؤكد انه عند استخدام طريقة تقدير المخلفات المتعددة MRM's لا يوجد مجال لاى تهاون ولو ضئيل فيما يتعلق بنقاوة المذيبات والجواهر الكشافة حيث ان العديد من المركبات قد تحلل باكثر من طريقة . المتطلبات الخاصة بنقاوة ونوع المواد المستخدمة فى الطريقة تعتمد على طريقة الكشف وثبات المركب مجال التحليل . من الناحية العملية يعنى ذلك ان عينة المقارنة الخاصة بالجواهر الكشافة Blank اذا وضع مع العينة لا يحدث ارتفاع فى قمم التداخل مع GC/ECD فى الفترات التى تحدث فيها ازاحة للمركبات الاولى والاخيرة محل التحليل .

* المحاليل القياسية Standard solutions :

نوعية المادة القياسية يمكن التأكد منها بالمقارنة بالمركب القياسى ذو النقاوة المضمونة والمؤكدة او من خلال برنامج معايرة فى المعمل . من اهم العوامل الرئيسية التى تؤثر على دقة المحاليل القياسية نوعية المذيب والتغير فى الحجم نتيجة للتبخير والثبات ودقة الادوات الزجاجية (الماصات والدوارق) المستخدمة فى تجهيز المحاليل . الانحراف المحتمل فى المحاليل القياسية يجب ان يكون فى حدود ± ١ ٪ فى التخفيف النهائى . الصفات الاساسية المحددة لاختيار المذيبات تتمثل فى نقطة الغليان العالية والقطبية المتوسطة والثبات والنقاوة . العوامل التى تؤثر على ثبات المحاليل القياسية تنحصر فى التعرض للأشعة فوق البنفسجية والرطوبة والحرارة ونقاوة ونوع المذيب . بعض المركبات مثل البينوميل والبيوتيلات والمبيديفام والفنميد يفام والفورات والثيوميتون تنهار بسرعة حتى فى

حدود تركيزات ملليجم/سم٣ فى المحاليل المجهزة باحسن نوعية مذيب . بناء على ذلك يجب عمل محاليل قياسية طازجة بصورة منتظمة . تبخير المذيب يمكن الحد من حدوثه بقدر الامكان باستخدام محاليل عمل من ٨ – ١٠ سم ٣ فى دوارق محكمة الغلق للمعايرة . وهذا المحلول يجب التخلص منه يوميا او عندما ينقص حجمه لأكثر من ٢ر سم٣ .

العمليات المرتبطة بالطريقة Method dependent processes

* الاستخلاص والفصل الجزئى بين سائلين

Extraction and liquid/liquid partition

من الواضح ان نوع المذيب والخلاط المستخدم فى الإستخلاص بالمذيب يؤثران على كفاءة الاستخلاص . يمكن تقليل الإختلافات الناجمة عن مختلف الاجهزة والأدوات برج مخلوط العينة والمذيب لمدة ساعة بعد الطحن (الخلط) . فى هذه الحالة يجب اعتبار ثبات المبيدات للتحلل المائى . يجب عدم تغيير نوع وكمية المذيب دون التاكد من كفاءة الاستخلاص اذا كان الهدف الحصول على نتائج مقارنة . من الثابت ان الاسترجاع من العينات المقواة لا تعطى نفس درجة كفاءة الاستخلاص للعينات الحقلية . الاختلافات بعضها يرجع الى الفصل الغير مناسب للأوساط السائلة خاصة فى حالة المستحلبات التى قد تتكون . وليكن معلوما ان وقت الاستقرار فى الاوساط السائلة او فى المستخلصات المبللة يجب الا تزيد عن الوقت المطلوب للفصل الكامل .

* الترشيح والتجفيف والتبخير Filtration, drying and evaporation :

لتقليل درجة ادمصاص مخلفات المبيدات تستخدم مواد مساعدة للترشيح وكبريتات الصوديوم بكميات اقل ما يمكن بما يحقق الغرض فقط . يجب ان تغسل اوراق الترشيح او المواد الصلبة بالكمية المناسبة من المذيب . من الضرورى تجنب تبخير المذيبات لحد الجفاف عند استخدام طريقة تحليل المخلفات المتعددة MRM's . درجة حرارة حمام التسخين يجب الا تزيد الا بدرجات حرارة قليلة عن نقطة غليان المذيب على الضغط المستخدم . أية رواسب من المادة المتبقية يجب ان تغسل عدة مرات بالمذيب بداية من جدار الدورق . ان اضافة المذيبات عالية الغليان قد تقلل من فقد المخلفات خلال التبخير ولكن الكمية يجب ان تكون اقل من الحجم النهائى المطلوب كما ان القطبية المختلفة يجب الا تؤثر عكسيا على نظام السيولة فى عمود الكروماتوجرافى .

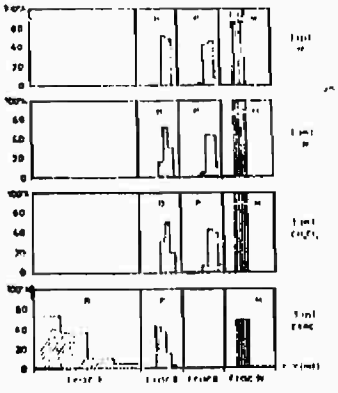
عمود الكروماتوجرافى والالواح الرقيقة

Column chromatography (CC) and TLC

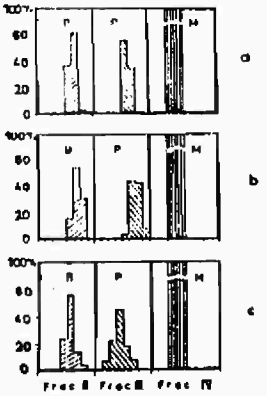
عمليات الادمصاص الكروماتوجرافى ونظام الازاحة تتأثران كليهما بالعديد من العوامل والمعايير التالية تبدو ذات اهمية فى تحديد كفاءة وصلاحية العمود والالواح CC و TLC : النوع والكمية والنوعية مثال ذلك حجم الجسيمات وتجانسها والنشاط والكفاءة الخطية لمادة الادمصاص وقوة المذيب . بالاضافة لذلك تمثل عوامل الحرارة ونوع المركب مجال التحليل وطبيعة

وكمية المستخلصات المرافقة والرطوبة النسبية للهواء والتغير فى نشاط مادة الادمصاص بمذيب الازاحة اهمية فى هذا الخصوص . الفصل بعمود الكروماتوجرافى يتأثر بوجه خاص بحجم وتكوين العمود وطريقة التعبئة خاصة وقت التعبئة والمذيب المستخدم وتجانس الحبيبات وطبيعة المذيب المستخدم لاذابة المواد المستخلصة ومعدل الازاحة والتداخل بين مادة الادمصاص والمبيدات . الازاحة الخاصة بكروماتوجرافى الالواح TLC تتأثر بنشاط اللوح بعد وضع المبيد خاصة اثر وقت الوضع والرطوبة النسبية واسلوب تشبيع كابينة الفصل واختلاف الضغط البخارى فى مكونات السائل المزاح وطريقة وضع او معاملة اللوح مثال ذلك حجم البقعة والمذيب وقيم انسياب او سريان المركبات RF . عادة ما يكون وقت وضع العينات على اللوح كافيا لحدوث التوازن بين مادة الادمصاص والرطوبة فى الجو ومن ثم يجب ضبط كفاءة اللوح بعد المعاملة "Spotting" . بعض هذه التأثيرات وضحت مع امثلة عملية . فى الشكل (١) يتضح نظام الازاحة للمركبات الفوسفورية العضوية على الاعمدة : (أ) ٥ جم Merk Kieselgel ٠٥ر – ٢ر ملليلتر ، (ب) سليكا Voelm ١ر – ٢ر ملليلتر ، (جـ) Merk kieselgel (٢ر – ٥ر ملليلتر) والتى فقد نشاطها باستخدام ٥٪ ماء ثم الازاحة مع ٤٠ ملليلتر هكسان (المكون ١) ثم ١٦ ملليلتر هكسان / بنزين ٤ : ٦ (المكون ٢) ، ١٦ ملليلتر بنزين (المكون ٣) ثم ٢٠ ملليلتر بنزيل / ايثايل اسيتات ١ : ١ (المكون ٤) . لقد كانت معدلات الازاحة ٢ر ، ٢ر١ ، ٣ سم٣/دقيقة على الأعمدة أ ، ب ، جـ على التوالى . ان الاختيار الصحيح للمذيب فى غاية الاهمية . المذيب القطبى الذى يستخدم لنقل العينة الى العمود قد يسبب فقد نشاط مادة الادمصاص نتيجة لاحتلاله للمواقع النشطة ، وهذا الوضع موضح فى الشكل (٢) حيث استخدمت مذيبات الهكسان (H) والبنزين (Be) والميثيلين كلوريد (Ch2 Cl2) والايثايل اسيتات (Et Ac) . وكان حجم المذيب المضاف كافيا لتكوين طبقة جزيئات واحدة على ٧٦ ٪ من سطح مادة الادمصاص . لقد غير الايثايل اسيتات من نظام إزاحة مبيدات البروموفوس (B) والميثايل برائيون f(P) بينما لم يحدث تغيير فى حالة الملاثيون الاكثر قطبية (M) والذى ازيح فى النهاية . المذيبات الضعيفة مثل الهكسان والبنزين والميثيلين كلوريد لا تحدث اية تغييرات فى نظام الازاحة . مواد الإدمصاص الثانية والثالثة والرابعة والخامسة قد يعاد نتشيطها خلال الإزاحة بالمذيب نظرا للتخلص وإزالة بعض الماء الغير نشط من العمود . ومن ثم فان سريان مذيبات البنزين الجاف او الداىى ايثيل ايثر خلال العمود الذى يحتوى على ٣٠ جم الومينا Woelm ذات النشاط الخامس (V) سيؤدى الى تغيير نشاط الالومينا الى (II) . لمنع هذه المشكلة يجب ضبط محتوى المذيب من الماء باضافة مادة ادمصاص عالية النشاط (V) فى ايثر البترول والهكسان او باضافة الماء الى المذيبات العضوية الاخرى . المستخلصات المرافقة خاصة الدهون والزيوت قد تؤثر بدرجة كبيرة على ازاحة المبيدات ولكن هناك عينات اخرى تؤثر على نظام الازاحة كما فى الشكل (٣) .

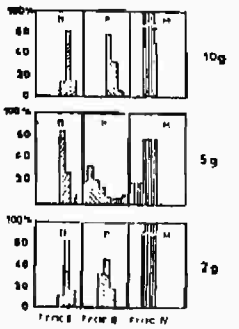
لقد درست الاختلافات فى معامل الانسياب RF بعد وضع الالواح فى كابينة تحتوى على هواء به نسبة ثابتة من الرطوبة . توضح النتائج الموجودة فى الشكل (٤) ان تأثير الرطوبة على قيم RF يعتمد كذلك على نوع السائل المستخدم فى الازاحة بالرغم من عدم حدوث تغير فى درجة



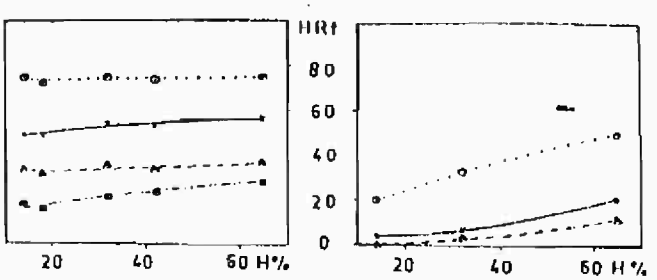
شكل (٢) : تأثير المذيبات على حجم الإزاحة – ظروف العمود كما فى الشكل ١ (b)



شكل (١) : نظام الإزاحة لمبيدات البروموفوس (B) والميثايل براثيون (P) والملاثيون (M) على أنواع مختلفة من السليكاجيل



شكل (٣) : تأثير مستخلصات التفاح على إزاحة البروموفوس (B) والميثايل براثيون (P) والملاثيون (M) – ظروف العمود كما فى شكل ١ (b)



شكل (٤) : تأثير الرطوبة النسبية على معدلات إنسياب مركبات Aziprotryn (O) Secbymeton (□) Cyanazine (Δ) atrazine (X) DC Fertig & Latten مع الشيرولين ايثير + الداى إيثيل إثير (١ + ٢) والميثيلين بروميد (b)

الازاحة لاكثر من ١٢٠ مركب . من الثابت ان درجة تشبع الكابينة تؤثر بدرجة كبيرة على قيم HRF والتى تينقص كلما زاد التشبع (جدول ١) .

جدول (١) : تأثير تشبع الكابينة على قيم معامل الانسياب . HRF

نوع الالواح وطبيعة الكابينة												
(B)						(A)						
S		CS		NS		S		CS		NS	S	
CV%	HRF	CV%	HRF	CV%	HRF	CV%	HRF	CV%	HRF	CV%	HRF	
٤٢	١٩	٢٣	٢٢	٢٣	٢٧	٥٠	١٤	٣١	١٨	٢٩	٢٢	Pyrazophos
٢٩	٣١	١٧	٣٢	١٧	٣٩	٣٦	٢٢	٢٠	٢٣	١٧	٣١	Triazaphos
٢١	٣٨	١٢	٤٣	١٢	٥٢	٣١	٣٠	١٢	٣٢	١١	٤١	Etrimfos
١٣	٤٦	٩	٥١	٩	٦١	٢٤	٣٧	٨	٣٨	٧	٤٩	Butylate

A = Dc Fertigplatten Kieselget-60

B = Selfmade kieselgel 60 0.3 mm activated at 110 °C for 1 hour.

NS = كابينة بدون ورق ترشيح S = كابينة السندوتش المذيب = الميثيلين كلوريد

CS = كابينة بورق ترشيح

الكروماتوجرافى الغازى السائل Gas liquid chromatography :

بادئ ذى بدء يتأثر ثبات المركبات على الكروماتوجرافى بالمادة الوسيطة ومواد التعبئة ودرجة الحرارة ونوع المذيب . يتزايد تأثير النشاط السطحى بتناقص الكمية المحقونة . تحت الظروف السيئة فان الكمية الكلية للمادة المحقونة قد تتحلل وتنهار مما يعرف الكمية الصغرى الممكن الكشف عنها Minimun detectable Quantity (MDQ) أو الاعتماد على حساسية الكاشف . ومن ثم يجب ان يقاس المعيار MDQ مع عدم تمثيلها من المنحنى القياسى . لتقليل تأثير الشوائب المعدنية ومجاميع السيلانول السطحية تستخدم اكثر المواد خمولا والمغسولة بالحامض من الداى ميثيل داى كلوروسيلان او الكربوكس المعالج للتعبئة والمغلق مع الاوساط الثابتة ٣ ٪ فى تقدير المخلفات المتعددة MRM's . الاعمدة الزجاجية لوحدها غير كافية الخمول (عدم النشاط) لذا يصبح من الضرورى معاملتها بنفس الطريقة التى اجريت مع التعبئة . ولقد ثبت اهمية تأثير المواد المحقونة ومن الاهمية استخدام الكوارتز او البيركس المعامل بالسيلان . الصوف الزجاجى عند نهايات العمود مهم ايضا نظرا للكبر النسبى للسطح . من الملائم استخدام الصوف مع البيركس والسيلان وكذلك يوضع الصوف مع الكوارتز على قمة العمود حيث انه اكثر خمولا من الاول . ان خمول العمود يتفاوت تبعا للمواد المحقونة الملونة ونوعية الغاز الخامل . لذلك فان الاختبارات المنتظمة التى يستخدم فيها مخلوط من الكاربارىل والبروفام هى للتأكد من سلامة العمود والجهاز . فلو ان نسبة استجابة الكاربارىل/ بروفام متساوية او اكبر من ٠,٥ على مستوى ٥ نانوجرام يعنى ذلك ان خمول النظام مناسبا لتحليل المبيدات المتحركة .

يجب ان تكون المحاليل القياسية ومحاليل العينات المستخدمة جافة لا تحتوى على اى من

الشوائب الغير متطايرة والتى يجب ان تكون خاملة كذلك لتقليل حدوث الانهيار او التحول فى مادة التعبئة . من المحتمل ان يكون التسرب من اماكن الدخول والتلوث عند بداية العمود وطرق الحقن الغير مناسبة من مصادر التغيرات الغير متحكم فيها . الحل البسيط لهذه المشكلة يتمثل فى تغيير مكان الدخول Spetum والسنتيمترات القليلة الاولى من مادة التعبئة وبانتظام وهناك وسائل اخرى تحتاج لخبرات كبيره . من اكثر المعايير شيوعاً لتعريف المركبات القيم الخاصة بالارتباط النسبى Relative retention . البيانات الخاصة بهذا المعيار يمكن تحقيقها فقط لو ان حرارة العمود متساوية عند المقارنات المختلفة . العلاقة الموجبة بين درجة الحرارة ووقت الارتباط النسبى يساعد على اتخاذ بعض المركبات المختارة مثل الميثايل برائيون والملائيون والديلدرين والبارا – بارا – د د ت واستخدامها لمعايرة الحرارة الظاهرية للعمود فى مختلف الاجهزة . يجب ان توجه عناية خاصة لتأثير حرارة المحقن Injector اذا كان هناك جزء من مادة التعبئة فى مغلق المحقن . لقد سجلت اوقات الارتباط النسبية RT لعدد كبير من مختلف المبيدات على درجات حرارة متفاوتة فى كتاب الـ EPA . وقد يختلف عامل الاستجابة للمركبات ونفس الشئ بالنسبة للاختيارية من وقت لاخر حتى مع نفس الكاشف . على القائم بعملية التحليل الاحاطه بالقدرات الحقيقية للكاشف والتى يمكن الحصول عليها ومعرفتها بالحقن المنتظم لمخلوط اختيار مناسب وقياسى .

المشاكل المتعلقة بملاءمة الطرق Problems with the adaptation of the methods

* خصائص العمليات الفردية لتحليل المخلفات Characterization :

ادى الازدياد الكبير فى ضرورة التحكم فى استخدام المبيدات على المستوى العالمى الى الحاجة الملحة والضرورية لاجراء عدد كبير جدا من التحليلات بصورة منتظمة بل روتينية . اصبح من المألوف تقدير مستوى مخلفات المبيد فى نفس العينة فى معامل مختلفة . وهذه المستويات توضح ان نتائج التحليل الخاصة بها متماثلة وفى حدود مدى مقبول ومتفق عليه . يمكن تقسيم عمليات تحليل المخلفات فى ثلاثة مجموعات رئيسية مختلفة تبعا للتغيرات المتوقع حدوثها فى الطريقة المتبعة للتحليل دون التأثير على النتائج .. يمكن التنويه لهذه المجاميع فيما يلى :

* المجموعة الاولى : العمليات الاجبارية Obligatory operations :

يعتمد اسلوب وطريقة اخذ العينات وتقسيمها وفصلها الى اجزاء جاهزة للتحليل على بعض العوامل وأى انحراف عن الطريقة الموصوفة المقبولة ستغير من النتائج وتجعلها غير قابلة للمقارنة . لا يمكن التحكم السهل فى كفاءة الاستخلاص خلال التحليل . من المعلوم ان الاسترجاع من العينات المقواة يشير فقط للفقد خلال التحليل . من الضرورى عند تطوير طريقة جديدة او حتى عند استخدام الطريقة المنشورة لتقدير مركب جديد تحديد كفاءة الاستخلاص ومن ثم يجب وصف النتائج بدقة وسبل الحصول عليها .

* **المجموعة الثانية : العمليات المتحكم فيها Controllable operations :**

يمكن التحكم فى كفاءة وصلاحية عمليات التحليل (تخزين العينة – الترشيح – التبخير – الفصل الكروماتوجرافى) عن طريق دراسات الاسترجاع العادية او اية وسائل اخرى . يمكن تغيير نوعية المواد والجواهر الكشافة فى الطريقة الاصلية بعد اختيار البدائل المناسبة والتأكد من الحصول على نفس النتائج النهائية .

* **المجموعة الثالثة : عمليات تتطلب ظروفا خاصة**

Operations requiring individual optimisation

تحتاج الاجهزة المختلفة ظروف مختلفة لتحقيق الكفاءة المناسبة . وعلى سبيل المثال لا بد من الاختلاف التام فى معدلات انسياب الايدروجين والنتروجين والهواء وكذلك الحرارة لتحقيق نفس حدود التقدير والكشف والاختيارية فى الكاشفات الحرارية الايونية thermionic detectors . ومن ثم تكون هناك حاجة ضرورية لجعل كل جهاز فى الظروف المناسبة التى تلاءم طريقة التحليل وليس مجرد الإكتفاء باتباع الظروف الموصوفة فى الطريقة بدقة متناهية .

* **وصف الطريقة Description of the method :**

يجب ان تمكن وصف الطريقة من تطبيقها وتطويرها وتحويرها وكذلك الاستخدام الامثل وتمثيل النتائج . من المؤسف ان التفاصيل المتاحة فى جميع النشرات تكون غير كافية لتحقيق هذه الاهداف . بالاضافة الى البيانات العادية فان هناك حاجة الى معلومات خاصة لمقابلة المتطلبات المذكورة أعلاه ومثال ذلك طريقة اخذ العينات (وزن العينة – عدد العينات الاولية) ومرجع عن مكان نشر اسلوب وطريقة اخذ العينات ، وجزء العينة الذى يدخل فى التحليل (كيفية التجهيز) ، ثبات المخلفات خلال التخزين وكفاءة طريقة الاستخلاص الخاصة بالمركبات المختبرة ، درجة حمل اعمدة الكروماتوجرافى معبرا عنها بوزن العينة ، المركبات المناسبة للتحكم فى نظام الانسياب المناسب ، عدد الواح اعمدة GLC المناسبة والمطلوبة لفصل المركبات او الضرورية لتحقيق اغراض عامة ، حرارة العمود ومكان الحقن وكذلك وقت الظهور النسبى للمركبات مجال التحليل ومدى تخصص الكاشف وحدود الكشف (جرام/ثانية) واقل كمية يمكن الكشف عنها (g) وتخصص الجواهر الكشافة للـ TLC والمركبات المناسبة للتحكم فى الازاحة والكشف مع الـ TLC وكذلك حدود التقدير (ملليجرام/كجم) ومعدلات الاسترجاع (محددة للمستوى) .

الاستنتاج Conclusion :

يمكن زيادة كفاءة عملية تقدير المخلفات المتعددة MRM's عن طريق اتباع هذه الخطوات بدقة :

أ – اتباع التعليمات الخاصة بالطريقة فيما يتعلق بتجهيز العينة والتجانس والاستخلاص دون اية تغييرات .

ب – تقدير الاسترجاع بعد عمود الكروماتوجرافى والترشيح والتبخير عند تطوير طريقة جديدة ثم تقدير الاسترجاع لهذه الطريقة بصورة منتظمة وخاصة عند استخدام مجموعات جديدة من الكيميائيات ثم تقدير الفقد خلال التخزين كما يجب المقارنة المنتظمة للمحلول القياسى مع المواد القياسية .

جـ – ملاءمة معايير كل جهاز حيث لا يجب التقيد بالظروف المكتوبة فى النشرات واستخدام طريقة المادة القياسية الداخلية Internal standard بقدر الامكان وكلما كان ذلك ممكنا . كذلك يجب التحكم المناسب فى ظروف الازاحة والكشف مع مخاليط الاختيار أو فى حالة TLC مع المركبات الكشافة .

د – تأكيد كل النتائج الايجابية .