Journal of Education and Science (ISSN 1812-125X), Vol: 29, No: 1, 2020 (1-14)

Spectrophotometric Determination of 1- Naphthylamine by Diazotization and Coupling with 8-Hydroxyquinoline

Israa Ass'ad Jarjees[1]; Sameer A.Rahim Sa'eed[2]

[1] Ibn-Alatheer Hospital, Ministry of Health, Mosul, Iraq
[2]Department of Chemistry, College of Science, University of Mosul, Mosul

Email: [1] sssisraa777@gmail.com, [2] sameer.a.r@gmail.com

(Received October 18, 2018; Accepted March 12, 2019; Available online March 01, 2020)

DOI: 10.33899/edusj.2020.164359, © 2020, College of Education for Pure Science, University of Mosul.
This is an open access article under the CC BY 4.0 license (http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).

ABSTRACT

A spectrophotometric method for the assay of micro amount of 1- naphthylamine (1-NPA) has been suggested .The method based on the reaction with nitrite ion to form the corresponding diazonium salt followed by coupling reaction in a alkali medium of sodium hydroxide with 8- hydroxyquaniline to form stable and a soluble orange azo dye. The intensity of absorbance for the resulting orange azo dye is measured at 492.5 nm and. Beer's law is obeyed in the concentration range of 2.5– 125 µg of 1-NPA in a final volume of 25 ml, with a molar absorptivity of 2.505×10^4 $L.mol^{-1}.cm^{-1}$, a relative error of 0.16 to + 0.65 % and a relative standard deviation of ± 0.37 to ±0.98 %, depending on the concentration level of 1-NPA .The method has been successfully applied for the assay of 1-NPA in river water.

Keywords: 1- naphthyamine, 8-hydroxy quinolone, Diazotization and copling, spectrophotometric determination and river water.

التقدير الطيفي لـ 1- نفثيل أمين بطريقة الديازومتري والاقتران مع 8-هيدروكسي كوينولين

اسراء اسعد جرجيس[1] و سمير عبدالرحيم سعيد[2]

[1]مستشفى ابن الاثير, وزارة الصحة, العراق

[2] قسم الكيمياء/ كلية العلوم/ جامعة الموصل/ الموصل/ العراق

الخلاصة

يتضـمن البحث اقتراح طريقة طيفية لتقديركميات متناهية في الصـغر من 1-نفثيل أمين. تعتمد الطريقة على أزوتة 1-نفثيل أمين وذلك بمفاعلته من ايون النتريت بوجود حامض الهيدروكلوريك ثم اقتران ملح الدايازونيوم الناتج وفي وسـط قاعدي من هيدروكسـيد الصوديوم مع كاشف الاقتران 8-هيدروكسيل كوينولين لتكوين صبغة آزوية برتقالية مستقرة وذائبة في الماء، تم قياس الامتصاص للصـبغة الناتجة عند الطول الموجي 492.5 نانوميتر وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز من 2.5 إلى 125 مايكروغرام من 1-نفثيل أمين /25 مل وكانت قيمة الامتصاصية المولارية هي 2.505×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، والخطأ النسبي تراوح بين

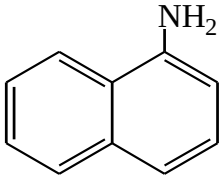
0.16و0.65 % والانحراف القياسي النسبي بين 0.37 ± و 0.98± % اعتمادا على مستوى تركيز 1–نفثيل أمين. تم تطبيق الطريقة بنجاح في تقدير 1–نفثيل أمين في مياه النهر.

الكلمات المفتاحية: 1–نفثيل أمين و8–هيدروكسيل كوينولين والازوتة والاقتران والتقدير الطيفي ومياه النهر.

المقدمة

يعد الـ 1–نفثيل أمين من المركبات السامة جداً(1) والتي تسبب السرطان(2). ومن ناحية أخرى يعد من المركبات التي لها أهمية من الناحية الصناعية إذ يدخل في صناعة العديد من المواد منها صناعة المطاط الصناعي(3) وصناعة الألياف(4) وصناعة البوليمرات(5) وصناعة الشحوم الصناعية(6) والجلود المدبوغة والصوف(7). كما يدخل أيضاً في صناعة الأصباغ المصنعة(8) وفي صناعة الأصباغ الغذائية(9) لامتلاكه اللون الأرجواني(10) كما يدخل في صناعة السجائر أيضاً(11). ويمكن أن يتواجد هذا المركب أيضاً في مياه المجاري(12) والأنهار(13) والبحار(14). ويمتلك الصيغة التركيبية ادناه:

1- naphthyl amine (M.wt=143.189 g/mol)



من خلال المسح الأدبي تبين أن هنالك طرائق عديدة لتقدير 1–نفثيل أمين، وهذه الطرائق تتضمن استخدام تقنيات مختلفه ومنها:الطرائق الكروماتوغرافية (15–17) استعملت ايضا تقنية طيف الكتله (18) وتبقى الطرائق الطيفيه الاكثر استعمالا بسبب رخص الاجهزة وسهولة الاستعمال ودقه النتائج (19–24).

يتضمن العمل الحالي استخدام الكاشف 8–هيدروكسيل كوينولين بوصفه عامل اقتران في تقدير 1–نفثيل أمين بعد ازوتة الاخير والتطبيق في نماذج مختلفة من المياه.

الجزء العملي

الأجهزة المستخدمة

تمت القياسات الطيفية بواسطة جهاز المطياف ذي الشعاع المزدوج نوع Centra 5GBC Scientific Equipment UV-Visible Spectrophotometer وجهاز المطياف ذي الشعاع المنفرد نوع: CECIL-CE 1021 digital single beam spectrophotometer واستعملت خلايا من البلاستيك والكوارتز ذات مسار ضوئي 1سم. واستعمل ميزان حساس نوع Sartorius-BL 2105 كما تم قياس الدالة الحامضية باستعمال جهاز Philips PW 9420 pH meter.

الكواشف والمواد الكيميائية المستخدمة

استعملت مواد وكواشف تحليلية على درجة عالية من النقاوة

المحلول الاحتياطي لـ 1–نفثيل أمين (10000 مايكروغرام/مل): حضر بوزن 0.1 غم من 1–نفثيل أمين والمجهز من شركة (Hopkin and Williams) وإذابته في الإيثانول المجهز من شركة (Fluka) وأكمل الحجم في قنينة حجمية 10مل بالإيثانول وحفظ هذا المحلول عند درجة حرارة أقل من 5 درجة مئوية وكان مستقراً لمدة ثلاثة أشهر.

محلول 1–نفثيل أمين العامل (25 مايكروغرام/مل): حضر بتخفيف 0.25 مل من المحلول الاحتياطي (10000 مايكروغرام/مل) وتخفيفه إلى 100 مل في قنينة حجمية بالماء المقطر.

محلول نتريت الصوديوم (1%): حضر هذا المحلول بوزن 1غم من $NaNO_2$ المجهز من شركة (BDH) وإذابته في الماء المقطر وأكمل الحجم إلى العلامة في قنينة حجمية سعة 100مل.

محلول هيدروكسيد الصوديوم (1عياري): حضر هذا المحلول بإجراء عملية تخفيف للقنينة الحجمية البلاستيكية (المجهزة من شركة Fluka) بالماء المقطر إلى 1000مل باستعمال قنينة حجمية ويحفظ في قنانٍ بلاستيكية.

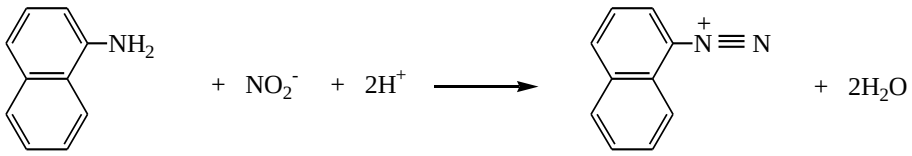
محلول كاشف 8–هيدروكسيل كوينولين (0.1%): حضر هذا المحلول بوزن 0.1 غم من 8–هيدروكسيل كوينولين المجهز من شركة (BDH) بإذابته بالإيثانول المطلق (absolute ethanol) ثم اكمل الحجم إلى العلامة في قنينة حجمية سعة 100 مل وحفظ في قنينة ذات لون داكن وكان مستقراً لمدة اسبوع على الأقل.

محلول حامض السلفاميك (3%): حضر هذا المحلول بإذابة 3غم من حامض السلفاميك المجهز من شركة (BDH) بالماء المقطر وأكمل الحجم إلى العلامة في قنينة حجمية سعة 100مل وحفظ في قنينة ذات لون داكن.

النتائج والمناقشة

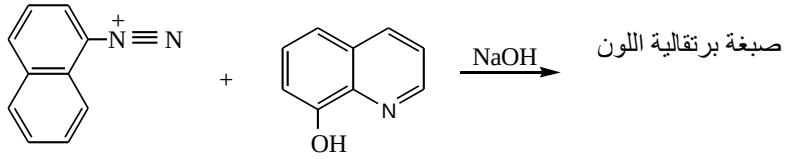
مبدأ الطريقة

يتفاعل 1–نفثيل أمين في الوسط الحامضي بوجود زيادة من NO_2^- مكوناً ملح الديازونيوم على النحو الآتي:



بعدها يتم التخلص من NO_2^- الزائد وذلك بإضافة حامض السلفاميك :

يقترن 1–نفثيل أمين المؤزوت مع كاشف 8–هيدروكسيل كوينولين في وسط قاعدي ويعطي صبغة الآوز ذات اللون البرتقالي:



دراسة الظروف المثلى للتفاعل

تمت دراسة تأثير مختلف الظروف والعوامل التحليلية على الصفات الضوئية للصبغة المتكونة من اقتران 1–نفثيل أمين المؤزوت مع كاشف 8–هيدروكسيل كوينولين وأختيرت الظروف المثلى للتفاعل وكما يأتي:

في التجارب اللاحقة استعمل 25 مايكروغرام من 1–نفثيل أمين في حجم نهائي 25 مل وقيس الامتصاص عند طول موجي 492.5 نانوميتر.

تأثير حامض الأزوتة

لقد درس تأثير كميات مختلفة من أنواع مختلفة من الحوامض القوية والضـــعيفة نظراً لكون الحامض يعد من مكونات التفاعل الذي يؤدي إلى تكوين ملح الديازونيوم وبينت النتائج ان حامض الهيدروكلوريك (1عياري) وبحجم 1 مل يعطي أعلى امتصاص لذلك تم تثبيت هذا الحجم في التجارب اللاحقة.

تأثير كمية النتريت والزمن

الجدول(1) يوضح تأثير إضافة كميات مختلفة من نتريت الصوديوم وبفترات زمنية مختلفة على امتصاص الصبغة الازوية المتكونة.

الجدول (1) تأثير كمية النتريت والزمن على الامتصاص.

ml of $NaNO_2$ solution (1%)	Absorbance / minute standing time					
	1	3	5	7	9	10
0.1	0.118	0.119	0.118	0.116	0.116	0.115
0.2	0.145	0.148	0.145	0.147	0.139	0.145
0.3	0.153	0.157	0.157	0.151	0.152	0.149
0.5	0.154	0.156	0.156	0.153	0.157	0.151
0.7	0.166	0.168	0.166	0.162	0.161	0.161
1.0	0.178	0.180	0.176	0.174	0.175	0.170
1.5	0.167	0.169	0.168	0.168	0.164	0.158

النتائج في الجدول (1) توضـح أن اسـتعمال 1مل من $NaNO_2$ وبزمن تفاعل ثلاث دقائق يعطي أعلى قيمة للامتصـاص لذلك تم اعتماد الحجم أعلاه في التجارب اللاحقة.

تأثير كمية حامض السلفاميك

يتم إضـافة حامض السـلفاميك (3%) للتخلص من الزيادة من نتريت الصـوديوم إذ أن بقاءهُ في المحلول يؤثر في الصـبغة المتكونة بسبب التفاعلات الجانبية، إذ أن حامض السلفاميك يعمل على اختزال NO_2 إلى غاز النتروجين كما في المعادلة[25]:

$$HNO_2 + H_2NSO_3H \longrightarrow N_2\uparrow + H_2SO_4 + H_2O$$

النتائج العملية اثبتت ان 0.5 مل من حامض السـلفاميك وبزمن 3 دقائق اعطى اعلى شـدة امتصـاص للصـبغة المتكونة وقيمة قليلة لامتصاص المحلول الصوري.

تأثير كمية الكاشف 8-هيدروكسيل كوينولين

تمت دراسـة تأثير كميات مختلفة من عامل الاقتران في شـدة امتصـاص الصـبغة المتكونة وكانت النتائج كما في الجدول (2).

الجدول (2) تأثير كمية 8-هيدروكسيل كوينولين في الامتصاص.

ml of R (0.1%)	Absorbance / min. standing time					
	0	1	3	5	7	10
0.5	0.115	0.117	0.116	0.113	0.108	0.110
1	0.132	0.132	0.130	0.129	0.129	0.125
2	0.155	0.157	0.154	0.151	0.151	0.150
3	0.178	0.180	0.179	0.176	0.169	0.168
4	0.165	0.165	0.163	0.166	0.163	0.161
5	0.149	0.146	0.148	0.149	0.145	0.147

نستنتج من نتائج الجدول(2) أن 3 مل من الكاشف يعطي أعلى امتصاص لصبغة الآزو الناتجة وزمن التفاعل دقيقة واحدة بعدها يتم إضافة القاعدة.

تأثير كمية القواعد المختلفة على الامتصاص

درس تأثير أنواع مختلفة من القواعد القوية والضعيفة وبكميات مختلفة في شدة لون الصبغة الناتجة كما موضح في الجدول(3).

الجدول (3) تأثير كمية القواعد المختلفة في الامتصاص.

Base used (1M)	Absorbance / ml of base used				
	1	2	3	4	5
NaOH	0.178	0.256	0.214	0.188	0.158
pH	9.8	11.83	11.90	11.90	12.00
Na_2CO_3	0.021	0.032	0.071	0.073	0.065
pH	6.56	7.21	0.955	10.97	11.00
$NaHCO_3$	0.049	0.052	0.077	0.098	0.087
pH	5.00	6.82	7.15	7.36	7.50
NH_4OH	0.023	0.024	0.019	0.032	0.043
pH	3.00	3.8	4.5	4.9	5.7

يلاحظ من الجدول (3) أن تكون الصبغة يصبح تاماً عندما تكون الدالة الهيدروجينية للمحلول النهائي >10 لذلك تم استعمال 2مل من هيدروكسيد الصوديوم (1M) إذ نلاحظ أنه يعطي أعلى قيمة للامتصاص وأعلى قيمة للتباين اللوني الذي تبلغ قيمته 148 نانوميتر في التجارب اللاحقة.

تأثير ترتيب الإضافة

تمت دراسة تأثير تسلسل إضافة القاعدة قبل الكاشف وبعد الكاشف حيث لوحظ أن إضافة القاعدة بعد الكاشف أي بعد حدوث الاقتران بين ملح الديازونيوم وبين الكاشف يؤدي إلى زيادة الامتصاص(A=0.256) للصبغة أما في حالة إضافة القاعدة قبل الكاشف 8-هيدروكسيل كوينولين فإن ملح الديازونيوم سيتفاعل مع الهيدروكسيد ويكون $Ar\text{-}N{=}N\text{-}O^-$ الذي يكون غير فعال تجاه عملية الاقتران مع الكاشف فيؤدي إلى تقليل الامتصاص (A=0.072) للصبغة الناتجة لذلك تم اتباع اضافة القاعدة بعد الكاشف في التجارب اللاحقة .

تأثير العوامل الفعالة سطحياً

تعرف المواد الفعالة سطحياً بأنها مركبات ذات جزيئات كبيرة تمتلك جزئين جزء يألف الماء وهو الرأس والجزء الآخر عبارة عن سلسلة هيدروكاربونية غير قطبية لا تألف الماء، ولكون هذه المواد خافضة للشد السطحي فتستعمل لزيادة حساسية الطريقة المستعملة في التقدير من خلال زيادة الطول الموجي والامتصاصية[26].

لذلك تمت دراسة تأثير أنواع مختلفة من عوامل الشد السطحي (الموجبة، السالبة، المتعادلة):

Cetyl trimethyl ammonium bromide (CTAB)
Sodium deodecyl sulphate (SDS)
iso-octylphenyl polyethoxy ethanol (Triton X-100)

بينت النتائج أن إضافة المواد الفعالة سطحياً لم يحسن من صفات الصبغة المتكونة وعليه لم يتم استعمالها في التجارب اللاحقة.

تأثير الزمن في استقرارية الصبغة المتكونة

تمت دراسة تأثير الزمن في استقرارية صبغة الآزو من خلال قياس الامتصاص للصبغة مقابل المحلول الصوري في فترات زمنية مختلفة ووجد أنها مستقرة لمدة 45 دقيقه كما موضح في الجدول (4).

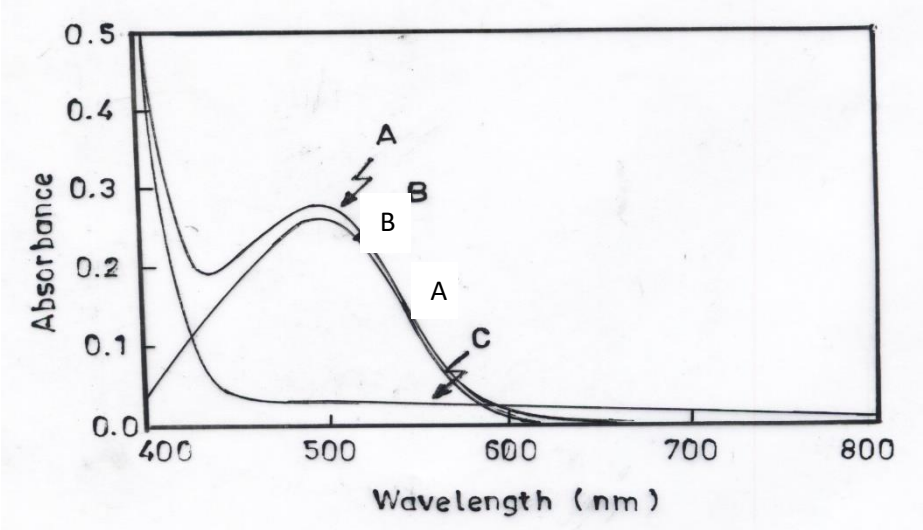
الجدول (4) تأثير الزمن في استقرارية الصبغة المتكونة.

1-NPA	Absorbance / time (min)						
µg	1	5	10	15	20	30	45
5	0.060	0.064	0.064	0.064	0.064	0.064	0.058
25	0.252	0.256	0.0256	0.256	0.256	0.256	0.251
50	0.441	0.442	0.442	0.442	0.442	0.442	0.438

طيف الامتصاص

باستعمال الظروف المثلى للتفاعل وعند إضافة كاشف 8-هيدروكسيل كوينولين إلى المحلول الحاوي على 1-نفثيل أمين بعد ازوتته ومن ثم إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم (1M) لجعل المحيط قاعدياً تكونت صبغة آزوية برتقالية اللون تعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 492.5 نانوميتر مقارنة بالمحلول الصوري الذي يعطي امتصاصاً ضئيلا عند الطول الموجي أعلاه.

والشكل (1) يبين طيف الامتصاص للصبغة الناتجة مقابل المحلول الصوري وطيف الامتصاص لمحلول الصوري مقابل الماء المقطر. لذلك تم استعمال الطول الموجي لأعلى امتصاص 492.5 نانوميتر في التجارب اللاحقة.

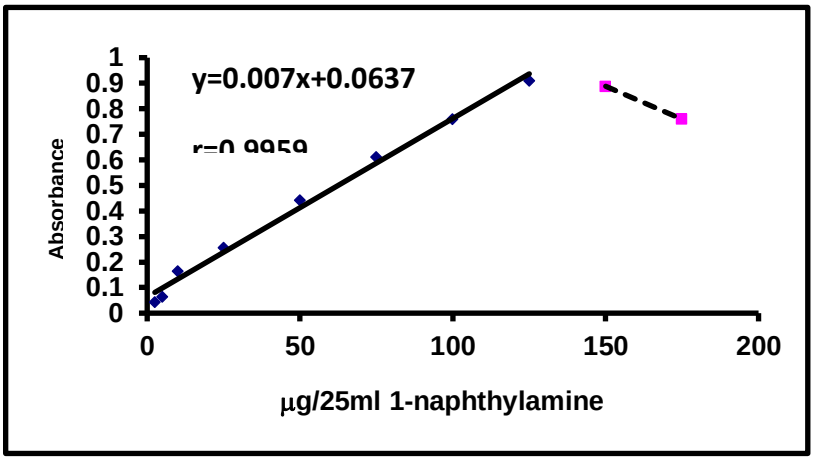


الشكل (1): طيف الامتصاص لـ 25 مايكروغرام/25مل من 1–نفثيل أمين مقاساً

(A) مقابل المحلول الصوري، (B) مقابل الماء المقطر، (C) المحلول الصوري مقابل الماء المقطر

طريقة العمل المعتمدة والمنحني القياسي

اعتماداً على الظروف المثبتة آنفاً لتقدير الـ 1–نفثيل أمين، حضر المنحني القياسي بإضافة (2.5–175) مايكروغرام من محلول 1–نفثيل أمين إلى سلسلة من القناني الحجمية سعة 25مل ثم أضيف (1مل) من محلول (1عياري) حامض الهيدروكلوريك و(1مل) من محلول نتريت الصوديوم (1%) ثم تترك المحاليل لمدة ثلاث دقائق لكي يكتمل التفاعل ثم أضيف (0.5مل) من حامض السلفاميك (3%) وتترك المحاليل لمدة ثلاث دقائق لكي يكتمل تحطيم الزيادة من النتريت، بعدها يتم إضافة (3مل) من محلول 0.1% 8–هيدروكسيل كوينولين ويترك لمدة دقيقة بعدها يتم إضافة القاعدة أي هيدروكسيد الصوديوم (1M) بحجم 2مل ثم نكمل الحجم إلى العلامة بالماء المقطر، بعدها نقيس الامتصاص مباشرة ضد المحلول الصوري عند طول موجي 492.5 نانوميتر. والشكل (2) يمثل المنحني القياسي الذي يكون موافقاً لقانون بير في مدى التركيز (2.5–125) مايكروغرام في حجم نهائي 25مل.



الشكل (2): المنحنى القياسي لتقدير 1–نفثيل أمين باستعمال الأزوتة والاقتران مع كاشف 8–هيدروكسيل كوينولين

ونلاحظ من الشكل(2) أنه بعد 125 مايكروغرام من 1–نفثيل أمين يحدث انحرافاً سلبياً عن قانون بير.

ووجد أن الامتصاصية المولارية للصبغة الناتجة تساوي (2.505×10^4) لتر. مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل تساوي (0.0057) مايكروغرام/سم^2 .

توافق الطريقة ودقتها

الدقة (accuracy) تعبر عن مدى تقارب النتائج من القيمة الحقيقية وكلما زاد التقارب بين القيمة المختبرية والقيمة الحقيقية كانت النتائج أكثر دقة.

بينما التوافق (precision) يعبر عن مدى تقارب القيم العددية للقياسات عند إعادة تكرارها تحت نفس الظروف وكلما كان الاختلاف صغيراً بين هذه القياسات كان الاتفاق كبيراً بينهما .

الجدول (5) توافق الطريقة ودقتها.

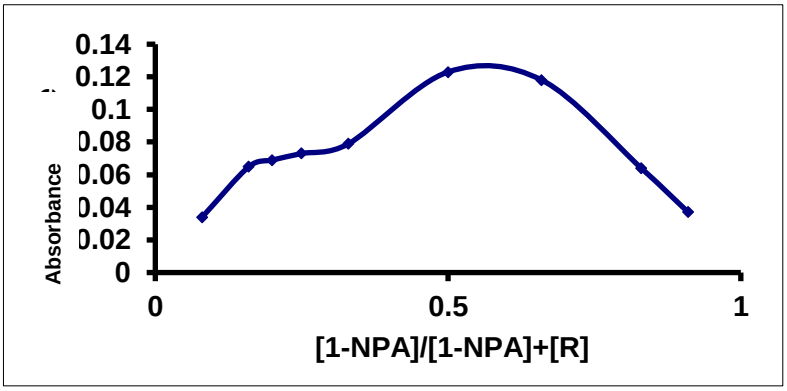
Concentration of 1-NPA (Mg)	*Relative error %	Relative standard deviation %
25	-0.39	$\pm$0.705
75	-0.16	$\pm$0.37
100	-0.65	$\pm$0.98

* المعدل لخمس قراءات

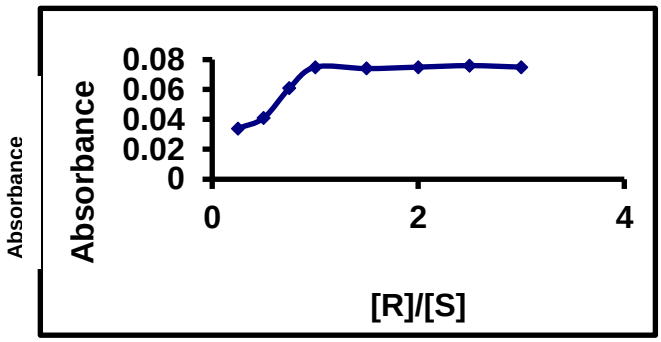
طبيعة الصبغة المتكونة

استعملت طريقة التغير المستمر (Job's Method)[27] بوصفها أكثر الطرائق تطبيقاً لمعرفة نسبة تفاعل 1-نفثيل أمين مع الكاشف إذ تؤخذ قراءات امتصاص المحاليل الحاوي على كميات من 1-نفثيل أمين (0.5-5.5) مل ومن الكاشف (5.5-0.5) مل بتركيز 1.74×10^{-4} مولاري لكل منهما، وتم إضافة بقية المحاليل تحت الظروف المثلى تجريبياً ثم قيس الامتصاص للصبغة المتكونة مقابل المحلول الصوري عند طول موجي 492.5 نانوميتر.

نلاحظ من الشكل (3) أن نسبة اقتران 1-نفثيل أمين مع الكاشف هي 1:1 ولأجل التأكد من هذه النسبة طبقت طريقة النسب المولية (mole ratio) وتتضمن الطريقة إضافة حجوم متزايدة من الكاشف (0.5-5) مل بتركيز (1.74×10^{-4}) مولاري إلى كمية ثابتة 2مل من 1-نفثيل أمين ذو تركيز (1.74×10^{-4}) مولاري بعدها تم قياس الامتصاص مقابل المحلول الصوري عند طول موجي 492.5 نانوميتر.

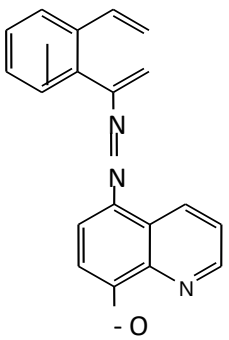


الشكل (3): طريقة التغييرات المستمرة (طريقة جوب) لصبغة الآزو الناتجة من اقتران الـ 1-نفثيل أمين المؤزوت مع كاشف 8هيدروكسيل كوينولين



الشكل (4): منحني النسب المولية لصبغة الآزو الناتجة من اقتران الـ 1 -نفثيل أمين المؤزوت مع كاشف 8هيدروكسيل كوينولين

وعليه تكون الصيغة المقترحة للصبغة المتكون كالآتي:



Orange azo-dye

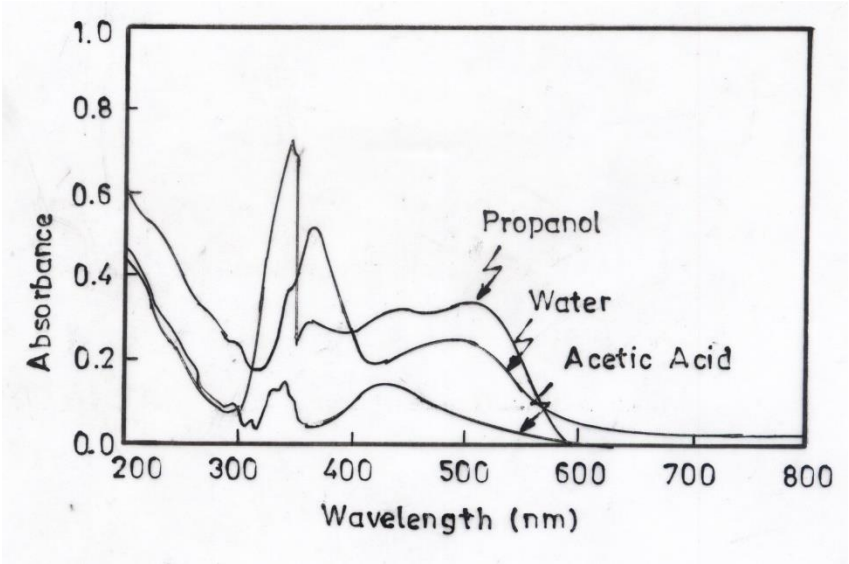
تأثير المذيبات

تمت دراسة تأثير عدد من المذيبات العضوية على الصبغة المتكونة وذلك بتخفيف محاليل التفاعل بهذه المذيبات بدلاً من الماء ثم تم قياس امتصاص هذه المحاليل:

الجدول (6) تأثير المذيبات.

Solvent	Absorbance	λ_{max} (nm)	ε, ($l.mol^{-1}.cm^{-1}$)
Propanol	0.315	466.5	4.56×10^4
Acetic acid	0.083	420.5	1.20×10^4
DMF	0.315	495.0	4.56×10^4
Water	0.256	492.5	3.71×10^4
Etanol	Turbid	–	–
Methanol	Turbid	–	–
Aceton	Turbid	–	–

من النتائج الموضحة في الجدول (6) والشكل (5) نلاحظ أن البروبانول والـ DMF أعطى أفضل النتائج لكن على الرغم من ذلك تم الاستمرار في اختيار الماء بوصفه مذيباً في التجارب اللاحقة لأن النتائج التي أعطى الماء جيدة فضلاً على أنه غير سام ورخيص الثمن ومتوفر.



الشكل (5): تأثير بعض المذيبات على طيف امتصاص الصبغة الناتجة.

تأثير المتداخلات

تمت دراسة تأثير عدد من المتداخلات العضوية واللاعضوية والتي من المحتمل تواجدها عند تطبيق الطريقة (جدول7).

الجدول (7) تأثير المتداخلات.

Interfere	Recovery (1%) of 25 μg 1-NPA/μg of interfere added			
	50	100	200	500
Sodium sulfate	100.3	100.2	99.9	99.6
Sodium iodide	102.0	102.4	105.0	104.0
Benzoic acid	100.0	99.3	98.7	94.7
EDTA	101.8	99.3	98.7	85.6
Potasium chloride	101.4	100.2	102.5	104.5
Calcium chloride	101.2	102.5	103.4	107.3
Magnesium chloride	100.6	103.2	105.2	108.0
Sodium chloride	99.3	99.8	97.3	96.7
Boric acid	100.0	100.8	101.3	102.0

من النتائج الموضحة في الجدول(7) نلاحظ أن تقدير1-نفثيل أمين لا يتأثر بالمواد المتداخلة التي تم اختيارها من قبلنا .

تطبيق الطريقة

تقدير 1-نفثيل أمين في مياه النهر

قدر 1-نفثيل أمين في مياه نهر دجلة إذ أُخذ انموذج من وسط النهر ومن أعماق مختلفة وبعدها مزج وأضيف بكميات مختلفة إلى كميات معلومة من 1-نفثيل أمين وحسبت الاستعادة النسبية وكانت النتائج كما في الجدول (8).

الجدول (8) تقدير 1–نفثيل أمين في مياه النهر

Added 1–NPA (µg)	Recovery % of 1–NPA per ml of river water			
	1	3	5	7
5	100.0	101.5	102.5	104.9
25	100.7	102.4	98.4	97.6
50	100.0	99.7	100.4	110.7

* معدل خمس قراءات

يلاحظ من الجدول أعلاه أن نسبة الاستعادة تراوحت بين (97.6–110.7%) مما يعكس دقة جيدة للطريقة باستثناء 110.7%.

الاستنتاجات

اقترحت طريقة طيفية بسيطة لتقدير 1–نفثيل أمين في المحلول المائي وتعتمد الطريقة على اقتران 1–نفثيل أمين مع كاشف 8–هيدروكسيل كوينولين في الوسط القاعدي فتتكون صبغة برتقالية اللون مستقرة لمدة 45 دقيقة، أعطت أعلى امتصاص عند الطول الموجي 492.5 نانوميتر وكانت حدود قانون بير (2.5–125) مايكروغرام في حجم نهائي 25 مل أي من (0.1–5) جزء/مليون والامتصاصية المولارية 2.505×10^4لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل (0.0057) مايكروغرام/سم^2، والخطأ النسبي يتراوح بين (0.16–0.65%) وتبين أن الطريقة ذات حساسية عالية وسريعة وطبقت بنجاح في تقدير 1–نفثيل أمين في مياه النهر.

المصادر

1. R.F. Straub, R.D. Voyksner and J.T. Keever, Anal. Chem., (1993), 65, 2131-2136.
2. J.S. Wishnok, Anal. Chem., (1992), 64, 1126-1135A.
3. Azo dyes. VEB Chemiwerk Nuenchritz Belg. 815, 159 (Cl. Co98), 16 Jul 1979, Ger. (East) Appl. 204, 589, 5Apr 1978, 11pp, Chem. Abst., (1979), 91, 159040p.
4. M.M. Macaveanu, G. Gazacu and A. Ioanild, Cellul. Chem. Technal., (1985), 19, 627-638; Chem. Abst., (1986), 105, 620469.
5. A. Ghasempour, M.R. Arshadi, and F.S. Asghari, Fresenius J. Anal. Chem., (2001), 369, 176-183, (Abst.).
6. R. Jolanki, K. Alanko, S. Vainiotalo, T. Estlander and L. Kanerva, Contact Dermatitis, (2000), 43, 122-123, (Abst.).

7. I. Steenken, I. Funken and G. Blankenbur, Taxtiluered, (1986), 21, 128-134; Chem. Abst., (1986), 105, 62045p.

8. A. Esmad, E. Al-Alfy, F. Mahmoud, A.M.R. Ibrahim and A. Hebeish, Kolor. Ert, (1984), 26, 156-174; Chem. Abst., (1986), 104, 71939.

9. J.A. Howell and L.G. Hargis, Anal. Chem., (1994), 66, 445R-461R, and references therein.

10. K.C. Chang, P. Rasyas-Duarte, E. Holm and C. McDonald, "Food", Chem. Abst., (1993), 65, 334R-363R, and references therein.

11. UK Smoke Constituents Stady. Part 12: Determination of Poly cyclic aromatic amines yield in cigarette smoke annea A-method, (March 2003), www.the.tma.Org.UK/benchnark/pdf/part12.pdf.

12. A.H. Kibbe, 3rd ed., Pharmaceutical press, New York, (2000), p. 98.

13. S. Tokuda, M. Kitamum, Y. Tomoyoshi and I. Shigeta, Kyoto. Skikogia. Semta. Nepno, (1985), 6, 44-60; Chem. Abst., (1986), 1005, 196859r.

14. M.S. Varney and M.R. Preston, J. Chromatoger, (1985), 348, 265-274; Chem. Abst., (1986), 104, 74627x.

15. Diaz, Tgaleano, MI, Acedo; dela Pena, Amunnoz; Pena, Msanchez; Salinas, "Determination of 1-naphthylamine and the related pesticides, naptalam and water by high-performance liwuid chromatography.Application to the study degradation processes of naptalam", Analyst, (1994), 119, (1151-1156).

16. X. Nicao, J. Huali, H. Hongxu, J. Rongzhan, L. Lin, K. Yamamoto, L. Tong Jin, International J., (2004), (59), (167).

17. Y. Zhu, M. Wang, H. Du, F. Wang, S. Mou and P. Haddad, J., Chromatography, (2002), 956, 215-220.

18. A. Ghassempour, M.R. Arshadi, F.S. Asghari, Fresenius's J. Anal. Chem., (2001), 369, 176-183.

19. R.G. Rancero, F. Devillena Rueda, L.M. Polo Diez and R. Perezperez, "Spectrophotometric determination of 1-naphthylamine in urine with penta cyano nitro sylmanganate (II)", Micro Chim. Acta, (1990), 102, 151-158.

20. Th.I. Younis, M.Sc. thesis, Mosul University, (1994), p. 12-35.

21. Th.I. Younis and W.A. Bashir, Talanta, (1995), 42, 1121-1126.

22. Th.I. Younis, Ph.D. Thesis, Mosul University, (1998), p. 50-83.

23. N.A. Al-Hemiry, Ph.D. Thesis, Mosul University, (2004), p. 20-36.

24. S. A. Rahim D. H. Mohammed, J. Raf. Sci.,(2009) 20(2), 84- 91.

25. J. Baldyga and J.R. Bourne, "Turbulent mixing and chemical reaction", John Wiley and Sons, Inc., New York, (1999), p. 644.

26. T. Galeano Diaz, M.I. Acedo Valenzuela and F. Salinas, J. Anal. Chem., (1999), 384, 185-191.

27. R. Delevie, "Principles of Quantitative Chemical Analysis", McGraw-Hill, International Edn., Singapore, (1997), p. 498.