الباب الثالث

النتائج والمناقشة

الفصل الأول

أولا : دراسة السلوك الطيفي وتقدير متراكب الانتقال البروتوني بين 2-أمينو-4-ميثيل بيريدين (2AMP) و6،2-ثنائي كلورو-4-نيتروفينول (DCNP) فى المذيبات المختلفة.

الباب الثالث

النتائج والمناقشة

الفصل الأول

3-1-1- دراسة السلوك الطيفي وتقدير متراكب الانتقال البروتوني بين 2-أمينو-4-ميثيل بيريدين (2AMP) و2،6-ثنائي كلورو-4-نيتروفينول (DCNP) في المذيبات المختلفة:

3-1-1-1- حزمة الامتصاص لمتراكب الانتقال البروتوني:

توضح الأشكال [(3-1)، (3-3)، (3-5)] طيف الامتصاص الجزيئي في المجال المرئي وفوق البنفسجي لمحاليل 2AMP و DCNP بتركيز 1×10^{-4} مولار لكل منها وطيف المتراكب الناتج من خلط 1×10^{-4} مولار من كل من الأمين والفينول في المذيبات المختلفة قيد الدراسة [والتي اشتملت على الأسيتونيتريل CH_3CN والميثانول CH_3OH ومخلوط من الاسيتونيتريل والميثانول بنسبة 1:1 (AN-Me)] والذي أعطى حزم امتصاص جديدة عند 422، 400، 401,5 نانومتر على التوالي، تُعزى هذه الحزم إلى حدوث انتقال $\pi\rightarrow\pi^*$ لمتراكب الانتقال البروتوني المتكون. توضح الأشكال [(3-2) ، (3-4) ، (3-6)] طيف الامتصاص الجزيئي في المجال المرئي وفوق البنفسجي لمتراكبات الانتقال البروتوني الناتجة من تفاعل 1×10^{-4} مولار من DCNP مع تراكيز مختلفة من 2AMP حيث لوحظ تكون متراكب الانتقال البروتوني ذو اللون الأصفر بمجرد إضافة الأمين إلى الفينول، ويلاحظ زيادة امتصاصية متراكب الانتقال البروتوني بزيادة تركيز الأمين حيث يتم تحديد

أعلى تركيز من ثباتية الامتصاصية عنده، وبزيادة تركيز الأمين نلاحظ أن النهاية العظمى لحزم الامتصاص (λ_{max}) ثابتة تقريبًا مما يؤكد عدم تكون متراكب انتقال بروتوني بين المذيبات و2AMP، ونلاحظ من الأشكال أيضاً أن حزم الامتصاص متماثلة وتقع في المنطقة المرئية، وقد تم استخدام محلول مرجعي يحتوي على 1×10^{-4} مولار من الفينول في المذيب وذلك لمنع التداخل بين حزم المانح البروتوني والمتراكب المتكون.

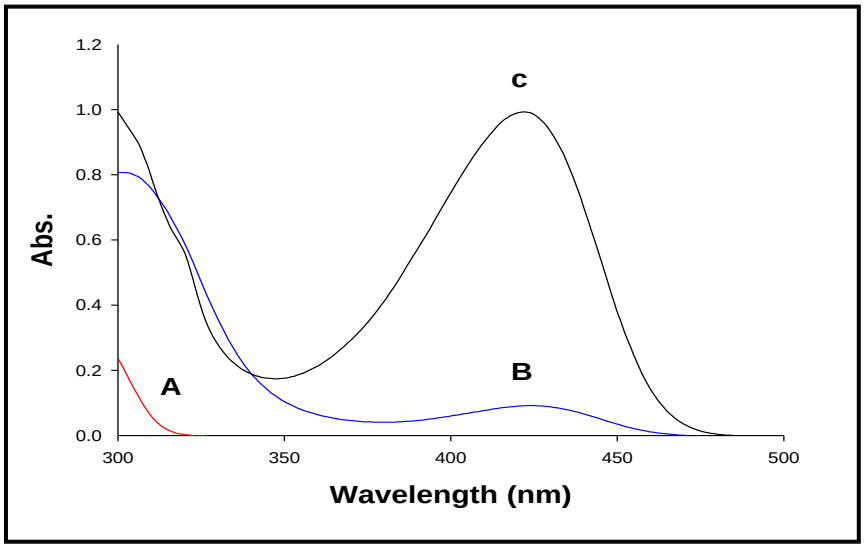


Fig. (3-1): Electronic spectra: (A) 1×10^{-4} M (2AMP), (B) 1×10^{-4} M (DCNP) and (C) [1×10^{-4} M (2AMP)+1×10^{-4} M (DCNP)] in CH_3CN.

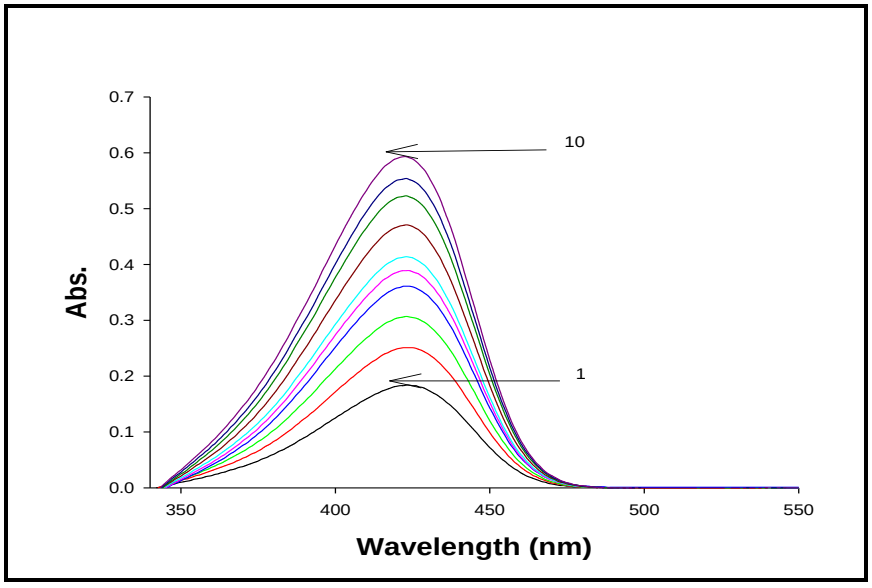


Fig. (3-2): Electronic spectra of the proton transfer complex formation between 1×10^{-4} M DCNP and various concentrations of 2AMP in CH_3CN: (1) 1×10^{-5}, (2) 1.5×10^{-5}, (3) 2×10^{-5}, (4) 2.5×10^{-5}, (5) 2.8×10^{-5}, (6) 3×10^{-5}, (7) 3.5×10^{-5}, (8) 4×10^{-5}, (9) $4.5\times10^{-5}$and (10) 5×10^{-5} M.

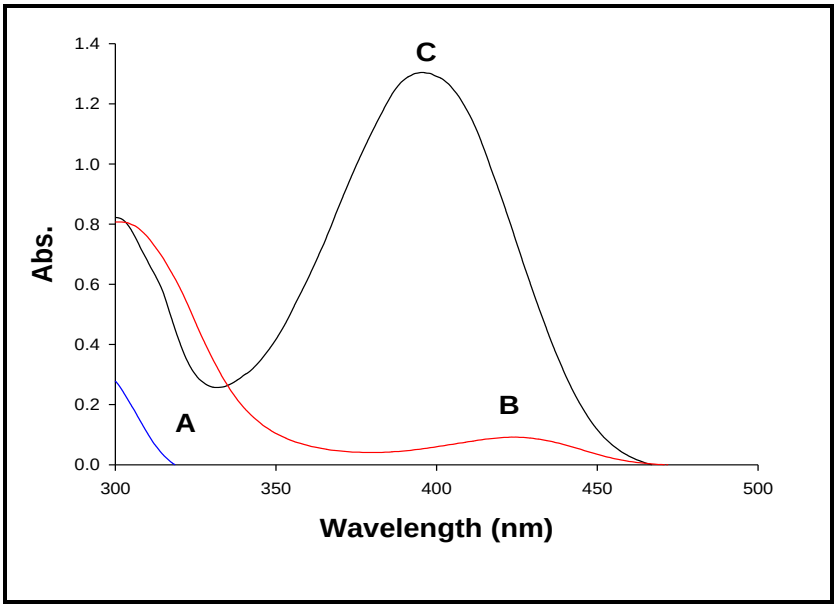


Fig. (3-3): Electronic spectra: (A) 1×10^{-4} M (2AMP), (B) 1×10^{-4} M (DCNP) and (C) [1×10^{-4} M (2AMP)+1×10^{-4} M (DCNP)] in CH_3OH.

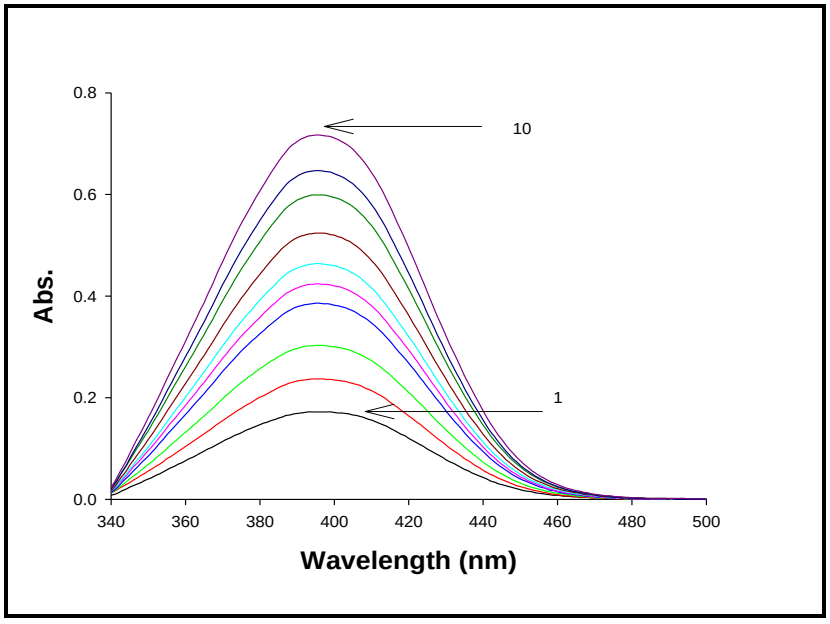


Fig. (3-4): Electronic spectra of the proton transfer complex formation between 1×10^{-4} M DCNP and various concentrations of 2AMP in CH_3OH: (1) 1×10^{-5}, (2) 1.5×10^{-5}, (3) 2×10^{-5}, (4) 2.5×10^{-5}, (5) 2.8×10^{-5}, (6) 3×10^{-5}, (7) 3.5×10^{-5}, (8) 4×10^{-5}, (9) 4.5×10^{-5} and (10) 5×10^{-5} M.

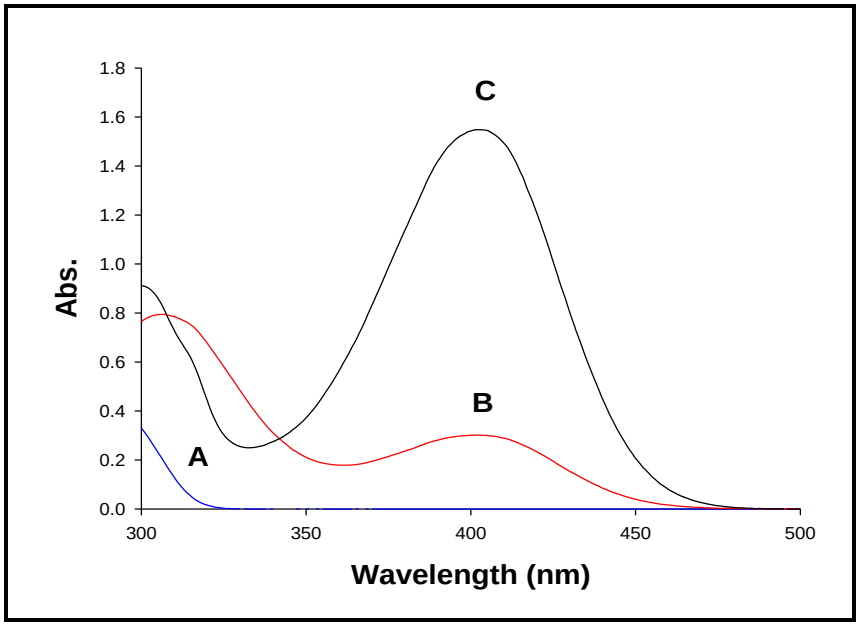


Fig. (3-5): Electronic spectra: (A) 1×10^{-4} M (2AMP), (B) 1×10^{-4} M (DCNP) and (C) [1×10^{-4} M (2AMP)+$1x10^{-4}$ M (DCNP)] in AN-Me.

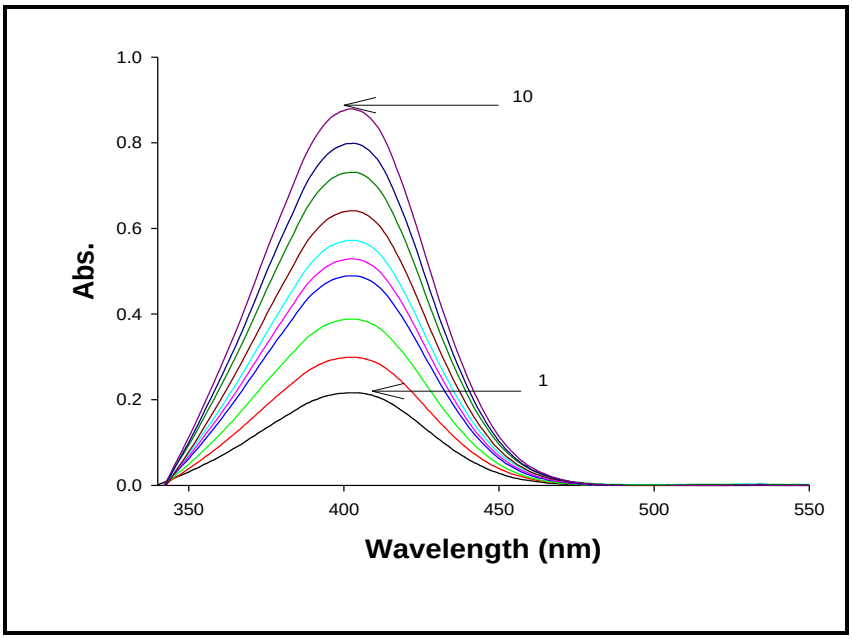


Fig. (3-6): Electronic spectra of the proton transfer complex formation between 1×10^{-4} M DCNP and various concentrations of 2AMP in AN-Me: (1) 1×10^{-5}, (2) 1.5×10^{-5}, (3) 2×10^{-5}, (4) 2.5×10^{-5}, (5) 2.8×10^{-5}, (6) 3×10^{-5}, (7) 3.5×10^{-5} , (8) 4×10^{-5}, (9) 4.5×10^{-5} and (10) 5×10^{-5} M.

3-1-1-2- الظروف المثالية لتكوين المتراكبات:

3-1-1-2-1- تأثير زمن التفاعل:

تم دراسة تأثير زمن التفاعل على ثباتية متراكب الانتقال البروتوني المتكون من تفاعل 1×10^{-4} مولار من كل من 2AMP وDCNP حيث لوحظ ثبات المتراكب الناتج خلال ساعتين من تكونه في المذيبات المختلفة قيد الدراسة كما هو مدون في الجدول (3-1) والشكل (3-7).

3-1-1-2-2- تأثير تركيز 6,2ثنائي كلورو-4- نيتروفينول (DCNP)

تم دراسة تأثير تركيزDCNP على ثباتية المتراكب المتكون من تفاعل 1×10^{-4} مولار من 2AMP مع حجوم مختلفة من DCNP بتركيز 1×10^{-4} مولار حيث لوحظ ان 1–2 مل هو الحجم اللازم من DCNP للحصول على تفاعل تام مع 2AMP في المذيبات المختلفة قيد الدراسة كما هو موضح في الجدول (3–2) والشكل(3–8).

3–1–1–2–3– تأثير درجة الحرارة:

تم دراسة تأثير درجات الحرارة على ثباتية المتراكب المتكون من تفاعل 1×10^{-4} مولار من كل من 2AMP وDCNP في المدى (20°–50°م) حيث لوحظ أن أعلى قيمة للإمتصاصية كانت عند درجة حرارة الغرفة في المذيبات المختلفة قيد الدراسة كما هو موضح في الجدول (3–3) والشكل (3–9) لذلك تم اختيار درجة حرارة الغرفة كدرجة مثالية لإجراء التجارب.

Table (3-1): Effect of time on the absorbance of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature.

Abs. / Time (min.)	CH_3CN λ_{max} = 423.00 nm	CH_3OH λ_{max} = 395.50 nm	AN-Me λ_{max} = 402.50 nm
0	0.875	1.134	1.223
10	0.884	1.137	1.223
20	0.897	1.138	1.229
30	0.909	1.142	1.231
40	0.922	1.145	1.233
50	0.934	1.149	1.238
60	0.945	1.153	1.246
70	0.956	1.157	1.255

80	0.967	1.162	1.264
90	0.978	1.164	1.271
100	0.989	1.169	1.279
110	0.999	1.174	1.286
120	1.011	1.179	1.292

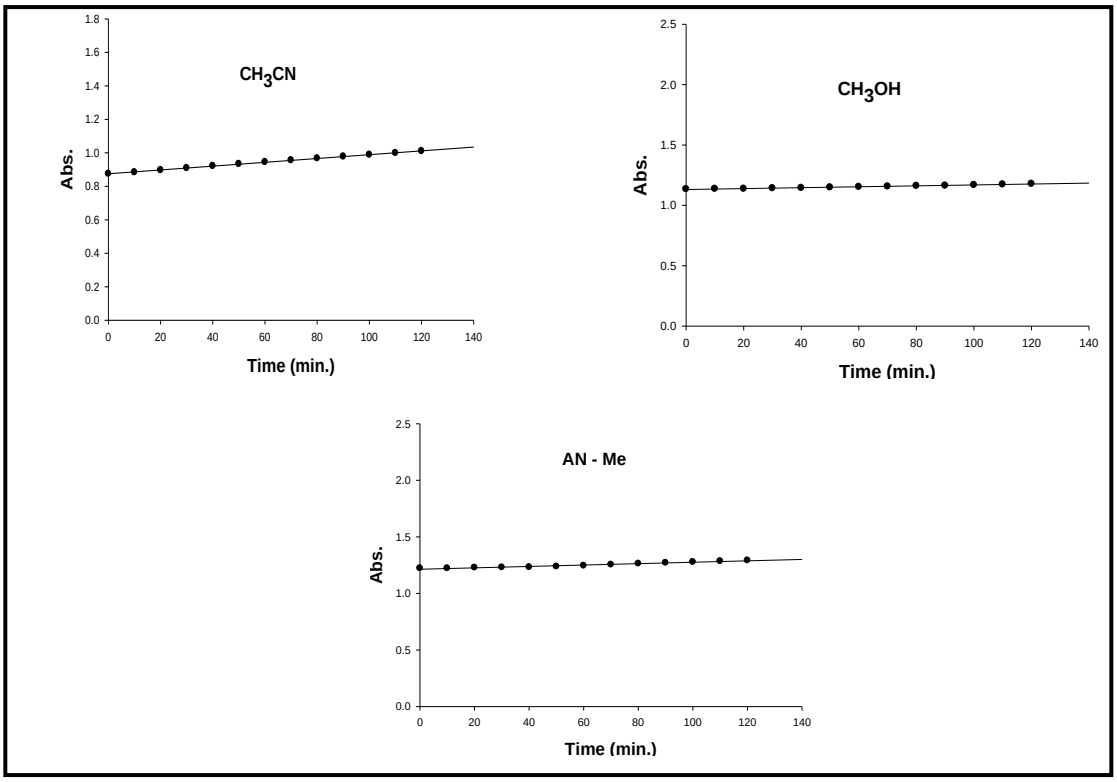


Fig. (3-7): Effect of time on the absorbance of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature.

Table (3-2): Effect of DCNP concentration on the absorbance of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature .

Abs. / Vol.(ml)of DCNP	CH_3CN λ_{max} = 423.00 nm	CH_3OH λ_{max} = 395.50 nm	AN-Me λ_{max} = 402.50 nm
0.2	0.412	0.340	0.426
0.4	0.633	0.634	0.763
0.6	0.795	0.919	1.082
0.8	0.932	1.148	1.348
1.0	1.033	1.344	1.553

1.2	1.139	1.481	1.688
1.4	1.227	1.571	1.817
	1.276		
	1.336		
	1.398		

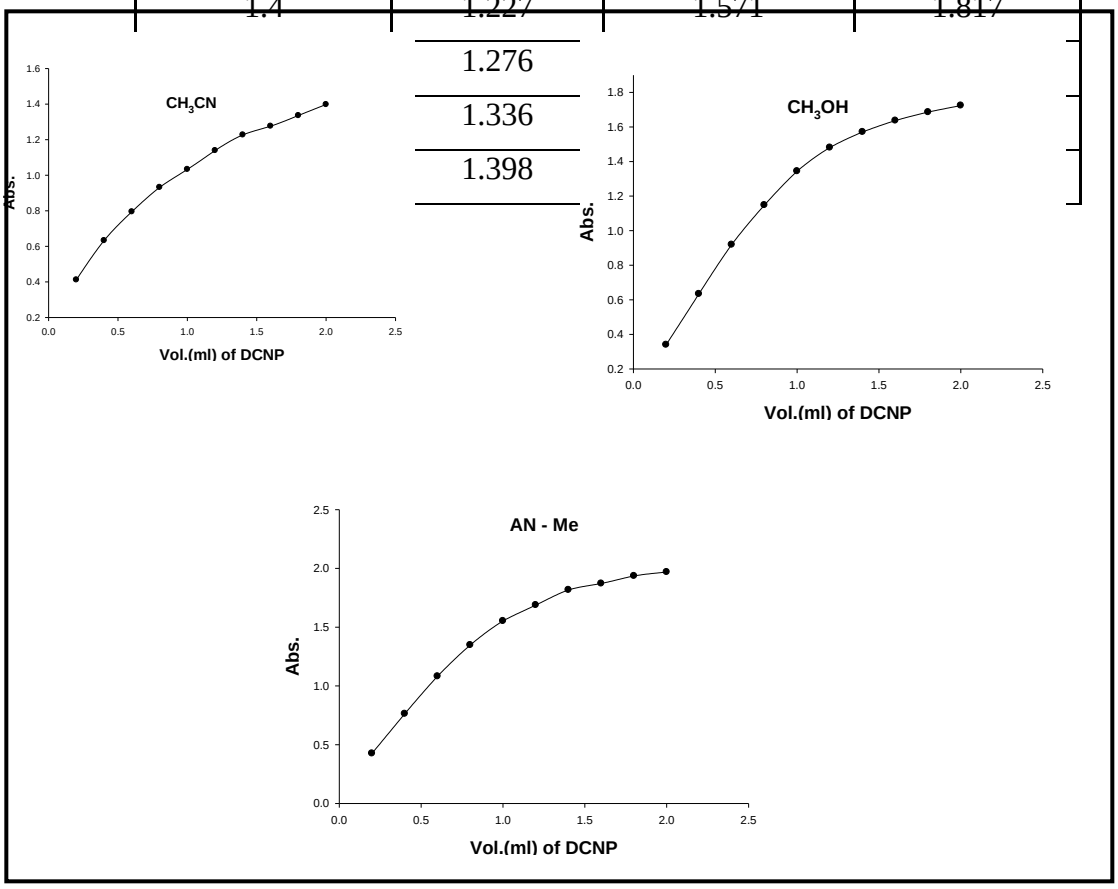


Fig. (3-8): Effect of CHA concentration on the absorbance of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature .

Table (3-3): Effect of temperature on the absorbance of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents.

Abs. / Temp. °C	CH_3CN λ_{max} = 423.00 nm	CH_3OH λ_{max} = 395.50 nm	AN-Me λ_{max} = 402.50 nm
20	0.867	1.099	1.208
25	0.880	1.091	1.197
30	0.851	1.068	1.170
35	0.791	1.034	1.147
40	0.759	1.009	1.117
45	0.706	0.969	1.077

50	0.670	0.940	1.042

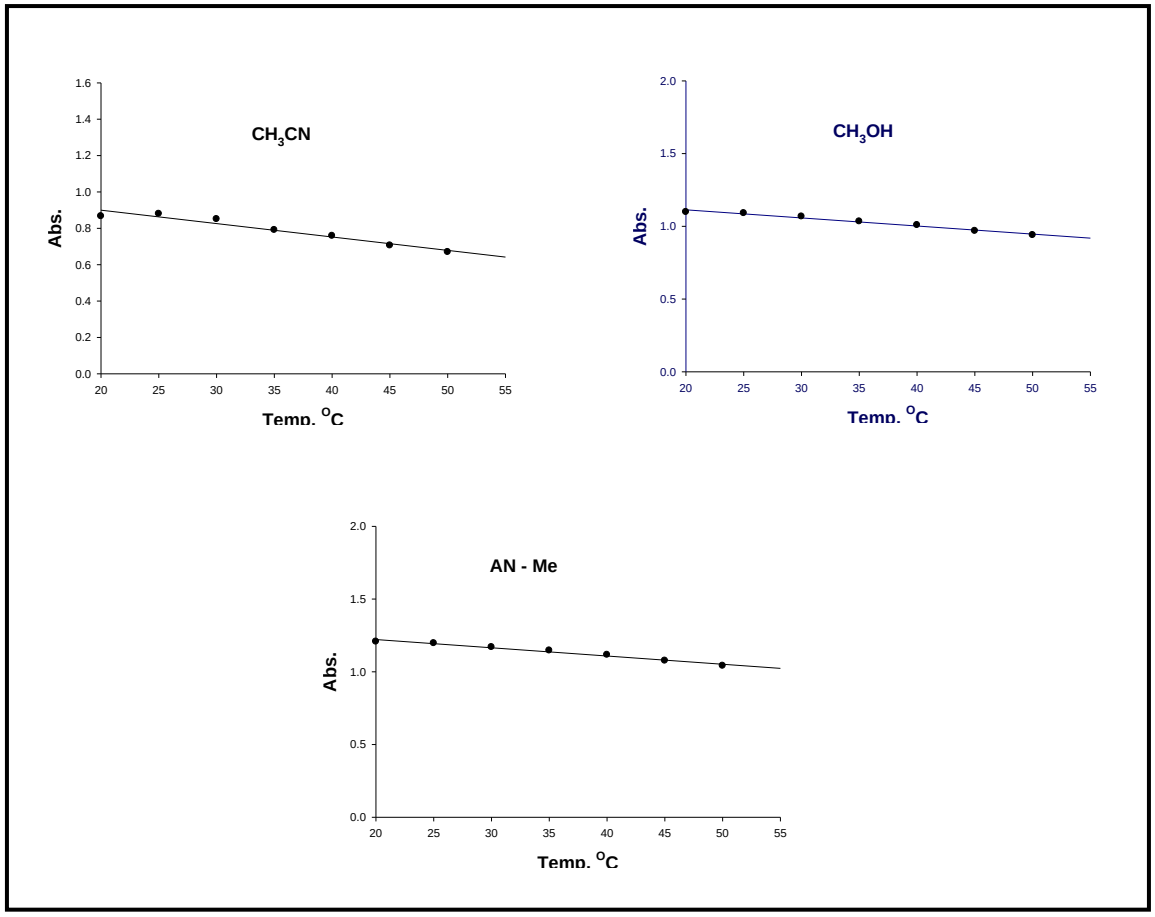


Fig. (3-9): Effect of temperature on the absorbance of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents.

3-1-1-3- دراسة تأثير تركيز 2AMP على امتصاصية متراكب الانتقال البروتوني مع DCNP عند درجات حرارة مختلفة:

تم دراسة تأثير تركيز الأمين المضاف على امتصاصية المتراكبات الناتجة من تفاعلها مع 1×10^{-4} مولار من DCNP عند درجات حرارة مختلفة في المذيبات المختلفة قيد الدراسة وذلك عند λ_{max}، ويلاحظ أنه بزيادة تركيز الأمين تزداد الامتصاصية لزيادة تركيز متراكب الانتقال البروتوني المتكون. ويتضح من الجدول (3-4) أن درجة حرارة الغرفة هي الدرجة المثالية للتفاعل.

3-1-1-4- تعيين التركيب الجزيئي للمتراكب:

3-1-1-4-1- طريقة التغيرات المستمرة (Job's method):

تم دراسة نسب التفاعل الجزيئية لمتراكبات الانتقال البروتوني المتكونة بين 2AMP وDCNP وذلك بتطبيق طريقة جوب (طريقة التغيرات المستمرة) بتحضير محلولين رئيسيين بتركيز 1×10^{-3} مولار لكل من المستقبل والمانح البروتوني في المذيبات المختلفة قيد الدراسة، ومن رسم العلاقة بين الامتصاصية والكسر الجزيئي للمانح البروتوني تم الحصول على منحنى متماثل وتمثل النقطة الواقعة عند النهاية العظمى للمنحنى النسبة الجزيئية بين المستقبل والمانح البروتوني والتي تؤكد تكون المتراكب بنسبة1:1 حيث الكسر الجزيئي عندها 0،5 كما يتضح في الشكل(3-10).

3-1-1-4-2- طريقة المعايرات الطيفية:

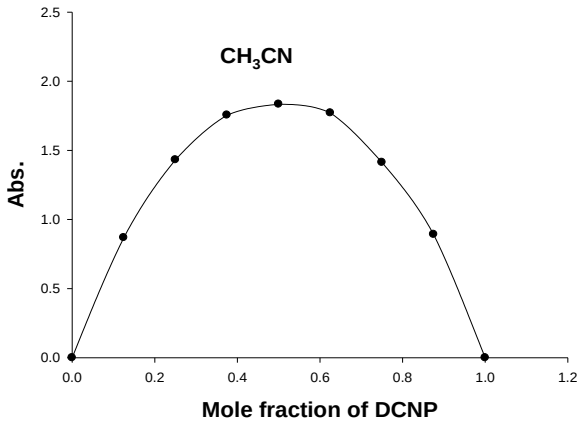
في طريقة المعايرة الطيفية تضاف حجوم مختلفة من الفينول بتركيز1×10^{-3} مولار إلى تراكيز معلومة من الأمين $7,5\times10^{-5}$ مولار في الاسيتونيتريل والمخلوط و$2,5\times10^{-5}$ مولار في الميثانول حتى نحصل على نسبة جزيئية للمانح إلى المستقبل البروتوني تبلغ 2، ومن رسم العلاقة بين قيم الامتصاصية والنسبة بين المانح إلى المستقبل البروتوني ينتج خطان مستقيمان ذو ميلين مختلفين ويتقاطعان عند النسبة 1:1 كما يظهر في الشكل (3-11)

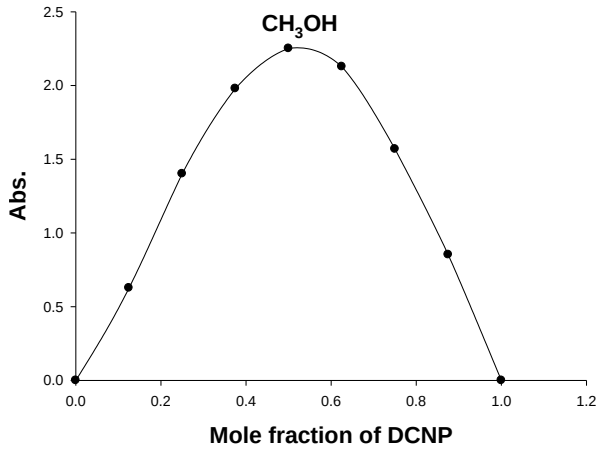
وهذا يتفق مع طريقة جوب أن المتراكب يتكون بنسبة جزيئية (1:1) [مانح بروتوني : مستقبل بروتوني].

Table (3-4): Effect of 2AMP concentration on the absorbance of its PT complex with 1×10^{-4} M DCNP at different temperatures.

Solvent	Conc.amine µg/ml	Conc.amine [M]	Abs. at λ_{max} = 423.00 nm				
			20°C	25°C	30°C	35°C	40°C
CH_3CN	1.0814	0.000010	0.115	0.075	0.105	0.172	0.157
	1.6221	0.000015	0.163	0.136	0.163	0.210	0.201
	2.1628	0.000020	0.208	0.206	0.235	0.269	0.258
	2.7035	0.000025	0.269	0.272	0.303	0.326	0.333
	3.0279	0.000028	0.283	0.299	0.333	0.347	0.340
	3.2442	0.000030	0.300	0.326	0.363	0.368	0.361
	3.7849	0.000035	0.355	0.386	0.428	0.424	0.424
	4.3256	0.000040	0.404	0.441	0.475	0.466	0.453
	4.8663	0.000045	0.431	0.476	0.508	0.493	0.501
	5.4070	0.000050	0.499	0.541	0.569	0.554	0.551
CH_3OH	Conc.amine µg/ml	Conc.amine [M]	Abs. at λmax = 395.50 nm				
			20 ºC	25 ºC	30 ºC	35 ºC	40 ºC
	1.0814	0.000010	0.169	0.201	0.266	0.291	0.286
	1.6221	0.000015	0.228	0.232	0.234	0.261	0.266
	2.1628	0.000020	0.307	0.313	0.322	0.297	0.298
	2.7035	0.000025	0.404	0.404	0.412	0.407	0.407
	3.0279	0.000028	0.431	0.423	0.422	0.413	0.423
	3.2442	0.000030	0.468	0.458	0.460	0.455	0.458
	3.7849	0.000035	0.530	0.532	0.520	0.515	0.514
	4.3256	0.000040	0.584	0.590	0.575	0.580	0.582
	4.8663	0.000045	0.657	0.656	0.642	0.634	0.628
	5.4070	0.000050	0.725	0.734	0.711	0.708	0.702
AN – Me	Conc.amine µg/ml	Conc.amine [M]	Abs. at λmax = 402.50 nm				
			20 ºC	25 ºC	30 ºC	35 ºC	40 ºC
	1.0814	0.000010	0.162	0.168	0.163	0.180	0.170
	1.6221	0.000015	0.238	0.236	0.239	0.245	0.421
	2.1628	0.000020	0.329	0.321	0.320	0.319	0.313
	2.7035	0.000025	0.412	0.416	0.411	0.415	0.411
	3.0279	0.000028	0.465	0.456	0.475	0.468	0.487

	3.2442	0.000030	0.509	0.501	0.515	0.508	0.522
	3.7849	0.000035	0.594	0.589	0.587	0.596	0.621
	4.3256	0.000040	0.658	0.654	0.637	0.631	0.649
	4.8663	0.000045	0.728	0.713	0.720	0.721	0.712
	5.4070	0.000050	0.792	0.776	0.775	0.762	0.762





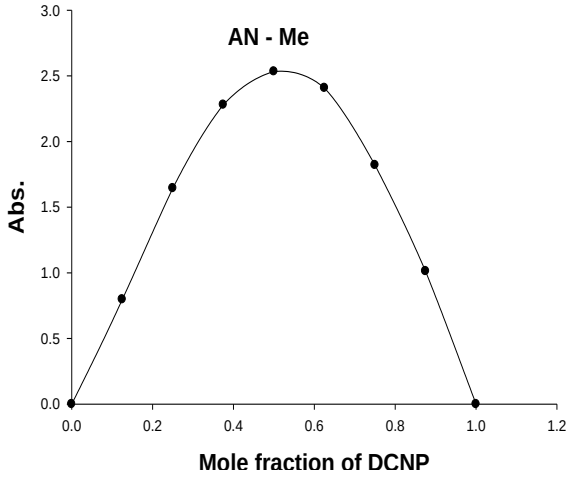
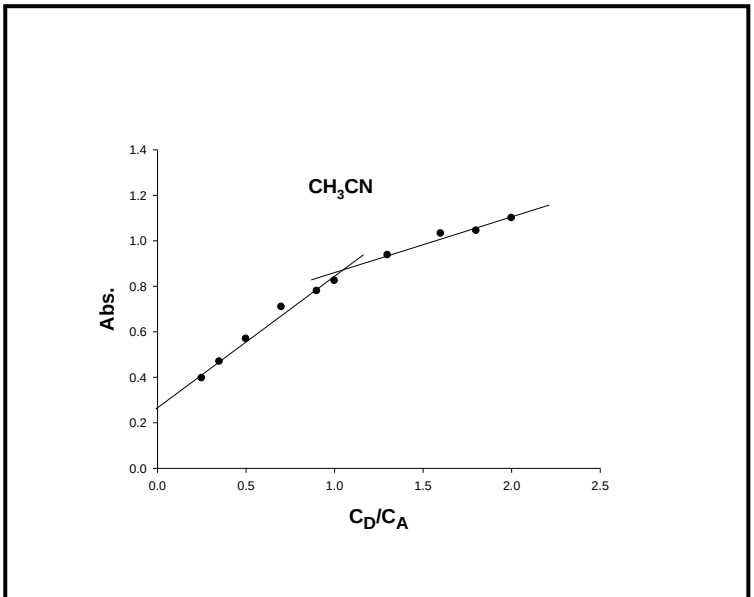


Fig. (3-10): Job's plots of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature .



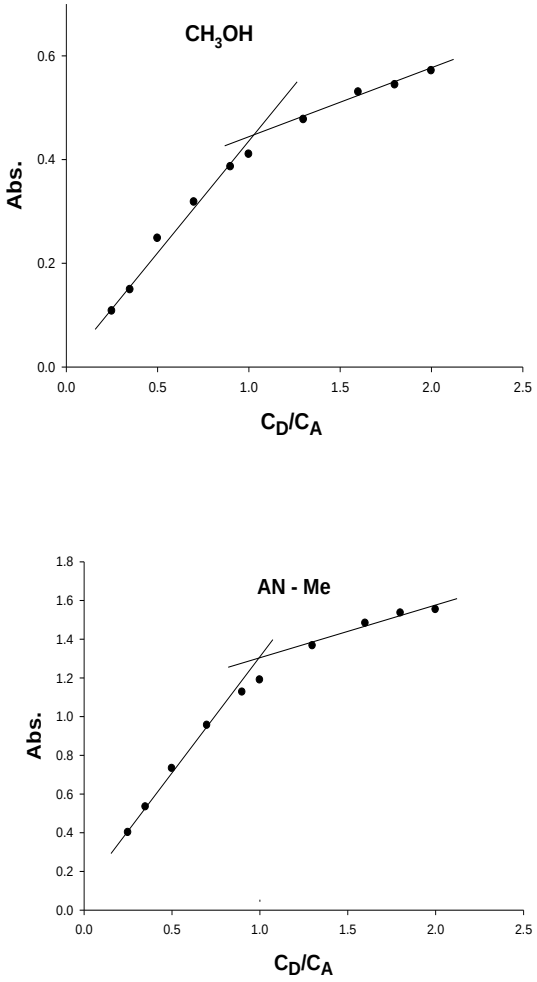


Fig. (3-11): Spectrophotometric titration plots of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature .

3-1-1-5- حساب ثابت التكوين للمتراكبات:

تم استخدام طريقة النهاية الصغرى والعظمى للامتصاصية لحساب ثابت تكوين متراكبات الانتقال البروتوني حيث تُطبق المعادلة التالية:

(Habeeb, M. M. and Al-ghanmi, R. M. 2010)

$$K_{CT} = \frac{(A_{comp.} - A_{min.})}{C_{amine}(A_{max.} - A_{comp.})}$$

حيث أن:

K_{CT} = ثابت التكوين ($L.mol^{-1}$).

$A_{max.}$ = قيمة الامتصاصية العظمى للمتراكب.

$A_{min.}$ = قيمة الامتصاصية الصغرى للمتراكب.

$A_{comp.}$ = قيمة الامتصاصية للمتراكب.

C_{amine} = تركيز الأمين بالمولار.

يوضح الجدول (3–5) القيم المرتفعة لثابت تكوين متراكبات الانتقال البروتوني بين 2AMP وDCNP وهذا يدل على أن المتراكبات المتكونة لها ثباتية مرتفعة في المذيبات المختلفة، ونلاحظ أن قيمة ثابت التكوين في مذيب الأسيتونيتريل سجلت أعلى قيمة وهذا يتفق مع عدم تداخل هذا المذيب مع المتفاعلات في ارتباط هيدروجيني مما يؤدي إلى سرعة التفاعل بين 2AMP وDCNP بالإضافة إلى قطبيته المرتفعة حيث أن قيمة ثابت العزل الكهربي ε للأسيتونيتريل=36، أما في مذيب الميثانول فقد كانت قيمة ثابت التكوين أقل من تلك في الأسيتونيتريل وذلك نتيجة لتداخل المذيب مع الأمين من خلال تكوين ارتباط هيدروجيني بين المراكز النيتروجينية في 2AMP مع مجموعة الهيدروكسيل في الميثانول بالإضافة إلى قطبيته المنخفضة حيث ε للميثانول=32، وتوضح النتائج أيضًا أن قيمة ثابت التكوين في المخلوط كانت مشابهة لتلك في الميثانول على الرغم من ارتفاع قطبية المخلوط بالمقارنة بالميثانول (ε للمخلوط=34) ويمكن الاستناد على وجود ارتباط هيدروجيني بين الميثانول والاسيتونيتريل والذي يؤدي إلى وجود زحمة فراغية تعيق تكوين المتراكب وبالتالي إنخفاض قيمة ثابت التكوين في المخلوط مقارنة بالاسيتونيتريل .

Table (3-5): Minimum-maximum absorbances data at room temperature of the [2AMP-DCNP]PT complex in different solvents.

Solvent	Λ_{max}	C_{amine}	A_{min}	A_{max}	$A_{complex}$	$K_{CT}x10^3$ (L.mol^{-1})	Average $K_{CT}x10^3$ (L.mol^{-1})
CH_3CN	423.00 nm	0.00015	0.184	0.593	0.251	1.31	6.79
		0.00020			0.307	2.15	
		0.00025			0.361	3.05	
		0.00028			0.389	3.59	
		0.00030			0.414	4.28	
		0.00035			0.471	6.72	
		0.00040			0.523	12.11	
		0.00045			0.554	21.08	
CH_3OH	395.50 nm	0.00015	0.172	0.717	0.237	0.90	5.17
		0.00020			0.303	1.58	
		0.00025			0.386	2.59	
		0.00028			0.424	3.07	
		0.00030			0.464	3.85	
		0.00035			0.524	5.21	
		0.00040			0.599	9.05	
		0.00045			0.647	15.08	
AN – Me	402.50 nm	0.00015	0.216	0.879	0.299	0.95	5.32
		0.00020			0.388	1.75	
		0.00025			0.489	2.80	
		0.00028			0.529	3.19	
		0.00030			0.572	3.87	
		0.00035			0.641	5.10	
		0.00040			0.731	8.70	
		0.00045			0.799	16.19	

3-1-1-6- حساب معامل الإمتصاصية المولارية وعزم ثنائي القطب للمتراكب [2AMP-DCNP] في المذيبات المختلفة:

تم حساب معامل الإمتصاصية المولارية عند أقصى تركيز لتكوين المتراكب ومن قيمة الإمتصاصية المولارية تم حساب عزم ثنائي القطب اعتمادا على المعادلة (Rathone, Lindeman and Kochi 1997):

$$\mu = 0.0958 [\varepsilon_{max} \Delta\nu_{1/2} / \nu_{max}]^{1/2} \quad \rightarrow (1)$$

حيث أن:

μ = عزم ثنائي القطب.

$\Delta\nu_{1/2}$ = نصف عرض حزمة الامتصاص عند أعلى تركيز.

ε_{max} = الامتصاصية الجزيئية عند λ_{max}.

ν_{max} = العدد الموجي عند λ_{max}.

يوضح الجدول (3-6) النتائج التي تم الحصول عليها. ويتضح من الجدول أن الإمتصاصية المولارية قد سجلت قيمًا مرتفعة مما يدل على ثباتية وسرعة تكوين المتراكبات ولقد كانت قيم العزم ثنائي القطب متفقة مع ذلك كما هو مبين في الجدول.

Table (3-6) : Molar extinction Coefficient ,wave number and dipole moment of the [2AMP-DCNP]PT complex in different solvents.

Solvent	$\varepsilon_{max}\times10^3$ $L.mol^{-1}.cm^{-1}$	$\nu_{max}\times10^2$ cm^{-1}	μ (Debye)
CH_3CN	9.89	236	37.88
CH_3OH	14.5	253	34.70
AN - Me	15.8	248	40.30

3-1-1-7- دراسة تأثير الكاتيونات على امتصاصية المتراكب المتكون بين 2AMP و DCNP في المذيبات المختلفة:

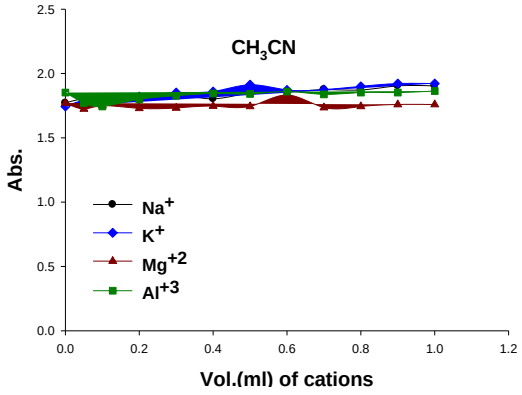
تم دراسة تأثير تداخل بعض الأيونات الفلزية مثل الصوديوم والبوتاسيوم والمغنيسيوم والألومنيوم (Na^+ , K^+ , Mg^{+2} , Al^{+3}) على امتصاصية متراكب الانتقال البروتوني عند نقطة التكافؤ من طريقة جوب حيث بينت النتائج عدم حدوث تداخل لجميع هذه الأيونات مع المتراكبات في الأسيتونيتريل أما في حالة الميثانول والمخلوط فقد حدث تداخل بين الألومنيوم والمتراكبات حيث لوحظ انخفاض واضح في قيمة الامتصاصية بالنسبة لأيون الألومنيوم الذي يحتوي على فراغات في مستوى الطاقة الرئيسي الثالث (حمض لويس) ما يؤدي إلى تكوين ارتباط تناسقي بين هذا الأيون والمراكز النيتروجينية في 2AMP وبالتالي لا تتم عملية تقدير متراكب الإنتقال البروتوني في وجود الألومنيوم كما يتضح من الجدول (3-7) والشكل (3-12).

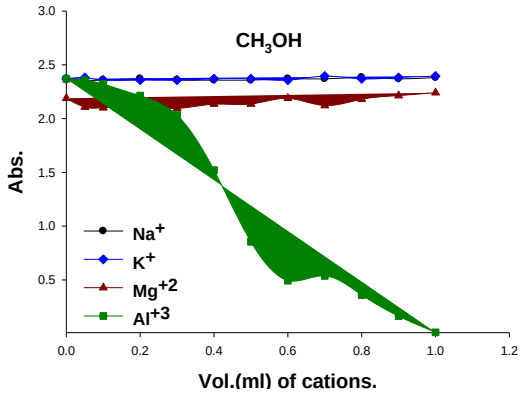
Table (3-7): Effect of interfering cations on the absorbance of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature.

Solvent	Vol. (ml) of cation*	Abs.			
		Na^{+}	K^{+}	Mg^{+2}	Al^{+3}
CH_3CN 423.00 nm	0.00	1.771	1.744	1.771	1.852
	0.05	1.803	1.790	1.724	1.771
	0.10	1.790	1.787	1.750	1.744
	0.20	1.790	1.820	1.729	1.799
	0.30	1.830	1.852	1.732	1.827
	0.40	1.803	1.860	1.747	1.845
	0.50	1.849	1.913	1.744	1.841
	0.60	1.856	1.872	1.834	1.860
	0.70	1.875	1.875	1.735	1.838
	0.80	1.872	1.900	1.744	1.852
	0.90	1.904	1.922	1.759	1.852
	1.00	1.904	1.922	1.759	1.864
CH_30H 395.50 nm	0.00	2.370	2.370	2.189	2.370
	0.05	2.358	2.382	2.107	2.358
	0.10	2.358	2.358	2.101	2.323
	0.20	2.370	2.358	2.107	2.214
	0.30	2.358	2.358	2.094	2.033
	0.40	2.358	2.370	2.135	1.521
	0.50	2.358	2.370	2.135	0.855
	0.60	2.370	2.358	2.189	0.493
	0.70	2.370	2.395	2.121	0.538
	0.80	2.382	2.370	2.181	0.359
	0.90	2.370	2.382	2.214	0.164
	1.00	2.382	2.395	2.241	0.013
AN – Me 402.50 nm	0.00	2.533	2.683	2.591	2.591
	0.05	2.533	2.552	2.533	2.659
	0.10	2.515	2.533	2.498	2.635
	0.20	2.533	2.533	2.515	2.533
	0.30	2.533	2.533	2.515	2.280
	0.40	2.515	2.709	2.498	2.114
	0.50	2.515	2.709	2.515	1.917

	0.60	2.552	2.709	2.552	1.686
	0.70	2.533	2.709	2.515	1.444
	0.80	2.552	2.709	2.552	1.150
	0.90	2.533	2.709	2.533	0.827
	1.00	2.552	2.709	2.533	0.505

*Stocke solution of cations is $1x10^{-2}$ M





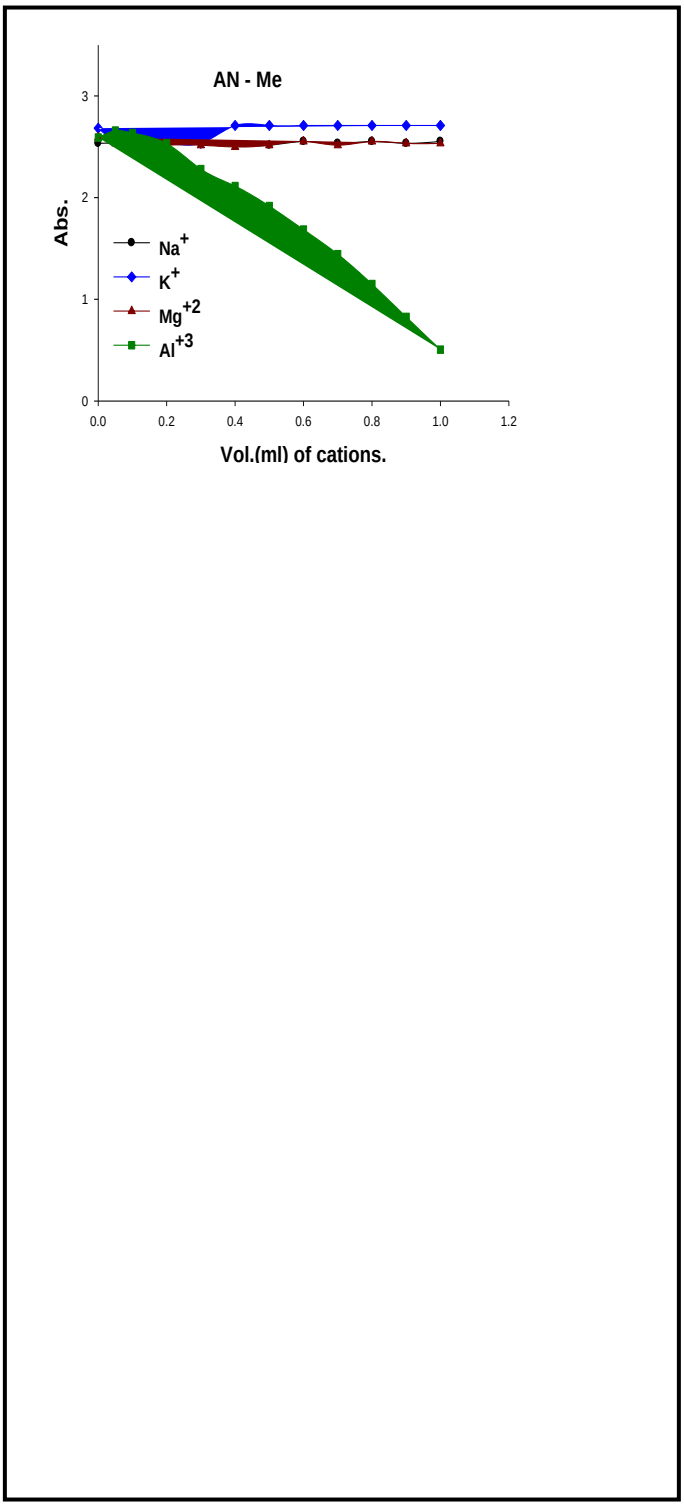


Fig. (3-12): Effect of interfering cations on the absorbance of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature.

3-1-1-8- تحقيق علاقة بيير والتحاليل الإحصائية:

تم تحقيق علاقة بيير تحت الظروف المثالية للتفاعل كما هو موضح في الشكل (3-13) وذلك برسم العلاقة بين الامتصاصية وتركيز المستقبل البروتوني بالميكروجرام/مل حيث تم الحصول على خطوط مستقيمة جيدة مما يدل على حساسية الطريقة وكذلك الحصول على مدى صغير لعلاقة بيير ما يرجح تطبيق المتراكب بطريقة الإنتقال البروتوني في المستحضرات الصيدلانية.

وقد طُبقت التحاليل الإحصائية وتم حساب المعاملات الكمية لمتراكبات الانتقال البروتوني المتكونة بين 2AMP وDCNP في الميثانول والمخلوط بنسبة 1:1 ودونت النتائج في الجدول (3-8) حيث وُجد أنه يمكن تقدير تراكيز منخفضة من الأمين في مدى من التراكيز يتراوح مابين 0,54- 8,11 ميكروجرام/مل مما يدل على دقة طريقة التقدير، وتم الحصول على قيم صغيرة للحد الأدنى للكشف والحد الكمي وهذا يدل على حساسية الطريقة، وأيضًا تم إيجاد معادلة الانحدار الخطي من رسم العلاقة بين الامتصاصية والتركيز بالميكروجرام/مل ومنها تم إيجاد الميل والجزء المقطوع من المحور الصادي وحد الثقة للميل وحد الثقة للجزء المقطوع وقد أعطت قيمًا صغيرة مما يؤكد وجود علاقة خطية قوية بين الامتصاصية والتركيز، وكذلك تم إيجاد معامل الارتباط حيث سجل قيمًا تقترب من الواحد الصحيح وهذا يؤكد أيضًا حساسية الطريقة ودقتها.

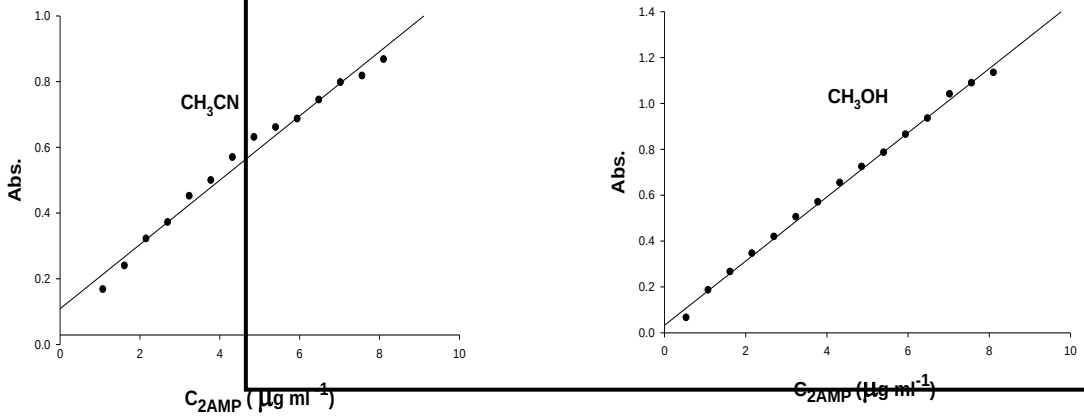


Fig. (3-13): Beer's law plots of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents at room temperature .

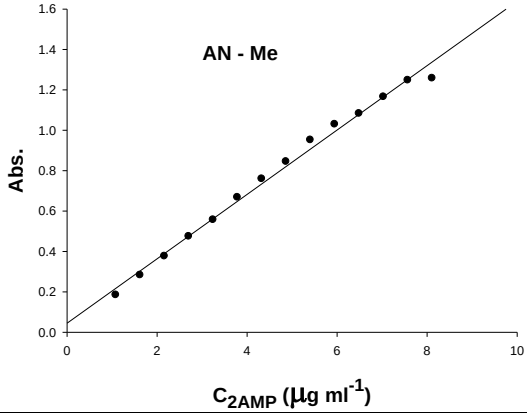


Table (3-8): Quantitative parameters of the [2AMP-DCNP] PT complex in different solvents.

Parameter	CH_3CN	CH_3OH	AN – Me
Beer's law limits, µg mL^{-1}	1.08-8.11	0.54-8.11	1.08-8.11
Limit of detection, µg mL^{-1}	0.90	0.40	0.62
Limit of quantification, µg mL^{-1}	3.00	1.33	2.07
Regression equation	Y=0.0978x+0.1087	Y=0.1399x+0.033	Y=0.1594x+0.0449
Intercept, a	0.1087	0.033	0.0449
Slope, b	0.0978	0.1399	0.1594
Confidence interval of intercept, α	0.1087±0.0183	0.033±0.0101	0.0449±0.0206
Confidence interval of slope, β	0.0978±0.0036	0.1399±0.0021	0.1594±0.004
Correlation coefficient, R^2	0.9841	0.9972	0.9923
Molar absorptivity,L mol^{-1} cm^{-1}	10581.1	15127.86	17240.88

3-1-1-9- الدقة والمصداقية:

بالرجوع إلى العلاقة الخطية لقانون بيير تم حساب معادلة الانحدار الخطي وذلك بطريقة المربعات الصغرى حيث تم تسجيل نسب الاسترداد المئوي لمتراكبات الانتقال البروتوني الناتجة من تفاعل 2AMP وDCNP وذلك باختيار عدة تراكيز مختلفة بالميكروجرام/مل من 2AMP تقع في مدى بيير كما هو موضح في الجدول (3-9)، كما تم حساب الانحراف المعياري SD، والانحراف المعياري النسبي RSD، حيث وُجد أن قيمتهما صغيرة مما يدل على دقة طريقة التحليل، كما تم تعيين المدى الذي يمكن أن تقع ضمنه القيمة الحقيقية (μ) ووُجد أن القيمة المطلقة $|\overline{X} - \mu|$ أقل من الخطأ المستقل $\pm\frac{tS}{\sqrt{n}}$ حيث (μ) القيمة الحقيقية 100٪، ($\overline{X}$) تمثل متوسط الاسترداد المئوي، ومن ذلك يتبين مصداقية الطريقة حيث لايوجد فرق بين القيمة الحقيقية ومتوسط النتائج.

Table (3-9): Precision and accuracy, from Beer's law in different solvents.

Solvent	Amount taken μg mL^{-1}	Amount found μg mL^{-1}	Rec.%	$\overline{X}$	SD	RSD	$\lvert\overline{X} - \mu\rvert$	$\pm\frac{tS}{\sqrt{n}}$	Confidence limits
CH_3OH	1.30	1.29	99.23	99.7	1.68	1.69	0.3	±4.17	99.7±4.17
	4.11	4.04	98.30						
	5.08	5.16	101.57						
AN – Me	2.21	2.19	99.1	99.75	0.99	0.99	0.25	±2.46	99.75±2.46
	4.48	4.52	100.89						
	6.66	6.61	99.25						

t = 4.303 for n = 3 at 95% confidence level

SD = standard deviation RSD = relative standard deviation