وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

كلية الزراعة ـجامعة كربلاء

قسم وقاية النبات

كفاءة المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam في مكافحة مَنْ اللهانة *Brevicoryne brassicae* (L.) Homoptera : Aphididae وتقدير متبقياتهما

رسالة مقدمة الى

مجلس كلية الزراعة – جامعة كربلاء

وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير

في العلوم الزراعية – وقاية النبات

من قبل

أحمـــــد برير أحمـــد أبو دكة

بإشراف

أ.م. د. مشتاق طالب محمد علي

1442 هـ **2021 م**

بسم الله الرحمن الرحيم

((وَظَلَّلْنَا عَلَيْكُمُ الْغَمَامَ وَأَنزَلْنَا عَلَيْكُمُ الْمَنَّ والسلوى كُلُوا مِن طَيِّبَاتِ مَا رَزَقْنَاكُمْ وَمَا ظَلَمُونَا وَلَـٰكِن كَانُوا أَنفُسَهُمْ يَظْلِمُونَ))

صدق الله العلي العظيم

سورة البقرة : آية (57).

الإهداء

الى رسول الهدى والرحمة والانسانية محمد (صلى الله عليه وعلى اله وصحبة وسلم) .

- **الى والدي الحبيب أطال الله في عمره .... لما قدمة لي طيلة حياتي ماديا ومعنويا**
- **الى والدتي الحبيبة أطال الله في عمرها .... التي وضعتني على طريق الحياة .... أمي الغالية .**
- **الى زوجتي الغالية ورفيقة عمري ودربي التي سهرت ووقفت الى جانبي في مصاعب الحياة وساندتني في عمل هذه الرسالة .**
- **الى عمي وعمتي (والدي زوجتي) لما قدماه من يد العون والمساعدة**
- **الى أبنائي فلذتي كبدي (طه و محمد) سندي وعوني في المستقبل .**
- **الى إخوة زوجتي (تحسين و عصام) لوقوفهم الى جانبي في تزويدي بمستلزمات العمل وتقديم يد العون والمساعدة .**
- **الى جميع أخوتي واصدقائي**

اليهم جميعاً أهدي هذا الجهد المتواضع سائلا الله العلي القدير أن يُنتفع به ، إنه سميع مجيب .

الشكر والتقدير

الحمد لله الذي جعل الحمد مفتاحا لذكره وخلق الاشياء ناطقة بحمده وشكره ، والصلاة والسلام على نبيه محمد المشتق اسمه من اسمه المحمود ، وعلى آله الطاهرين أولي المكارم والجود .

أتوجه بجزيل الشكر والتقدير الى :

- **جامعة كربلاء المتمثلة برئيس الجامعة أ.د. باسم خليل نايل السعيدي وكلية الزراعة المتمثلة بالعميد أ.د. ثامر كريم خضير الجنابي وقسم الدراسات العليا وقسم وقاية النبات المتمثلة برئيس القسم أ.م. د. ياسر ناصر الحميري وجميع الملاك التدريسي والعاملين في الكلية .**
- **السيد المشرف أ.م. د. مشتاق طالب محمد علي لاقتراحه موضوع الرسالة و ما قدمه لي من النصح والمساعدة طيلة مدة الدراسة .**
- **أعضاء الهيئة التدريسية والمتمثلة بـ :**

أ.د. رجاء غازي عبد المحسن و أ.م. د. علي عبد الحسين كريم و د. محمد هادي و أ.د. حميد عبد خشان و أ.د. عباس علي حسين و أ.د. رزاق لفتة اعطيه و م.د. احمد جبار عباس و م. زينب عبد الامير حسين .

- **السيد علي محمد جواد التميمي (م. رئيس كيماويين / وزارة العلوم والتكنلوجيا) لتحليل النماذج بواسطة جهاز HPLC .**
- **جميع من مد يد العون والمساعدة والنصيحة من الساده التدريسيين والزملاء والاصدقاء.**

أحمد أبو دكة

الخلاصة

نفذت تجربة حقلية لدراسة كفاءة المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam التابعين لمجموعة Neonicotinoids المصنعة لمكافحة حشرة مَنْ اللهانة *Brevicoryne brassicae* L. على محصول اللهانة في حقول كلية الزراعة ـ جامعة كربلاء ـ قسم وقاية النبات ، للموسم الزراعي 2019 - 2020 ، بينت النتائج تفوق مبيد Acetamiprid بفرق معنوي في إحداث أعلى نسب القتل على بالغات وحوريات حشرة المَنْ مقارنة مع المبيد Thiamethoxam وبنسبة قتل بلغت 86.72 و 83.64 % على التوالي .

لوحظ من دراسة تلاشي مبيد Acetamiprid لمدة 21 يوما وبالتركيزين الموصى به 0.5 غم / لتر وضعف التركيز 1 غم / لتر احتواء الاوراق على تركيز عالٍ من المبيد بعد المعاملة بساعة واحدة وهو 88.93 ملغم / كغم للتركيز الموصى بفرق معنوي عن ضعف التركيز والبالغة 113.90 ملغم / كغم ، ثم بدأ تركيز المبيد بالانخفاض وبمرور الايام قيد الدراسة لحين الوصول الى 3.70 و 11.23 ملغم / كغم على التوالي للتركيزين الموصى وضعف الموصى به في اليوم العاشر ، بعدها لم يتحسس جهاز HPLC لأي تركيز للأوراق المعاملة بالتركيز الموصى في حين انخفض تركيز المبيد الى 3.13 ملغم / كغم بعد 14 يوما من رش الأوراق المعاملة بضعف التركيز بعدها لم يتحسس الجهاز لأي تركيز بعد 21 يوما من المعاملة .

وجد من دراسة تلاشي مبيد Thiamethoxam لمدة 21 يوما وبالتركيزين الموصى 0.3 غم / لتر وضعف التركيز 0.6 غم / لتر وجد احتواء الاوراق على تركيز عالٍ من المبيد بعد المعاملة بساعة واحدة وهو 80.23 ملغم / كغم للتركيز الموصى بفرق معنوي عن ضعف التركيز والبالغ 105.50 ملغم / كغم ، وبعدها بدأ الانخفاض بتركيز المبيد للفترات الزمنية التالية اذ وصلت كمية المبيد وللتركيزين لليوم السابع الى 23.23 ملغم / كغم 13.90 ملغم / كغم على التوالي ، بعدها لم يتحسس جهاز HPLC لأي كمية للمبيد ولكلا التركيزين .

أظهرت نتائج بعض العمليات الغذائية والمواد الكيميائية المستخدمة لإزالة بقايا المبيدين في الاوراق اختلافات متباينة ، فوجد من إزالة المبيد Acetamiprid من أوراق اللهانة تفوق الغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي (تركيز 100 غم / لتر لمدة عشرة ايام ومن ثم بالخل الصناعي لمدة 5 أيام) بنسبة ازالة بلغت 88.41 % اذ وصل تركيزه الى 10.30 ملغم / كغم بعد أن كان 88.93 ملغم /كغم ، وبعدها الغمر بالمحلول الملحي بتركيز 10 % بنسبة ازالة بلغت

Abstract

85.83 % ، ولم تكن هناك أية فروق معنوية من استخدام المواد الكيميائية (برمنغنات البوتاسيوم و بيكربونات الصوديوم) حيث أزالت المبيد بنسبة 85.77 و 84.67 % على التوالي ، ومن ثم حقق الغمر بالمحلول الملحي والخل الصناعي (تركيز 50 غم / لتر لمدة 5 أيام ومن ثم بالخل الصناعي لمدة عشرة أيام) نسبة ازالة بلغت 82.23 % حيث وصل تركيزه الى 15.80 ملغم / كغم ، بينما كانت اقل نسبة ازالة من اوراق اللهانة وهي الغسل بماء الحنفية فقط ، الغمر بالخل الصناعي (حامض الخليك) لمدة 5 أيام والغسل بماء الحنفية والصابون السائل بنسب بلغت 67.50 ، 69.79 و 69.97 % على التوالي .

تكرر الحصول على النتائج نفسها مع المبيد Thiamethoxam بعد استخدام العمليات الغذائية فوجد أيضا تفوق عملية الغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي (بتركيز 100 غم / لتر لمدة عشرة ايام ومن ثم بالخل الصناعي لمدة 5 أيام) بنسبة ازالة بلغت 70.17 % اذ وصل تركيزه الى23.93 ملغم / كغم بعد أن كان 80.23 ملغم / كغم ، وبعدها الغمر بالمواد الكيميائية (برمنغنات البوتاسيوم و بيكربونات الصوديوم) حيث ازالت المبيد بنسبة 69.21 و 60.94 % على التوالي ، بينما كانت اقل نسبة ازالة من أوراق اللهانة وهي الغمر بالخل الصناعي (حامض الخليك) لمدة 5 أيام ، الغسل بماء الحنفية فقط والغسل بماء الحنفية والصابون السائل بنسب بلغت 29.95 ، 47.15 و 49.64 % على التوالي .

قائمة المحتويات

التسلسل	الموضوع	رقم الصفحة
اولا	المقدمة	1
ثانيا	مراجعة المصادر	3
1-2	محصول اللهانة	3
2-2	حشرة من اللهانة	4
1-2-2	تصنيف وتسمية الحشرة	4
2-2-2	الموطن الاصلي والانتشار للحشرة	4
3-2-2	وصف الحشرة	5
4-2-2	دورة حياة الحشرة	6
5-2-2	أضرار حشرة من اللهانة *Brevicoryne brassicae* (L.) على الأجزاء الخضرية والتكاثرية للنبات	6
6-2-2	المكافحة الكيميائية	8
3-2	مجموعة مبيدات النيونكوتنويد Neonicotinoid المصنعة	9
1-3-2	مبيد Acetamiprid	10
1-1-3-2	الصفات الكيميائية والفيزيائية للمبيد	10
2-1-3-2	طريقة عمل المبيد	12
3-1-3-2	كفاءة المبيد في مكافحة الآفات	12
4-1-3-2	الحدود القصوى المسموح بها (MRL) Maximum Residue Limit	13
5-1-3-2	التأثيرات السمية للمبيد	14
6-1-3-2	تحلل المبيد	15
2-3-2	مبيد Thiamethoxam	16
1-2-3-2	الصفات الكيميائية والفيزيائية للمبيد	16
2-2-3-2	طريقة عمل المبيد	17
3-2-3-2	كفاءة المبيد في مكافحه الآفات	18
4-2-3-2	الحدود القصوى المسموح بها (MRL) Maximum Residue Limit	19

5-2-3-2	التأثيرات السمية للمبيد	19
6-3-3-2	تحلل المبيد	20
4-2	طرائق استخلاص وتنقية متبقيات المبيدات	22
5-2	كروماتوغرافيا السائل ذات الاداء العالي High Performance Liquid Chromatography (HPLC)	24
6-2	تأثير العمليات الغذائية في تقليل او إزالة متبقيات المبيدات	25
1-6-2	عملية الغسل Washing	26
2-6-2	الغمر بالمحلول الملحي Dipping in Saline Solution	27
3-6-2	الغمر بالمحاليل الكيميائية Dipping with Chemical Solution	27
4-6-2	الغمر بالخل الصناعي (حامض الخليك) Acetic Acid CH_3COOH	28
ثالثا	مواد وطرق العمل	29
1-3	قياس فاعلية المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam ضد حشرة مَنْ اللهانة	31
2-3	تحضير المادة القياسية ومنحني المعايرة للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam	31
3-3	دراسة تلاشي المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam على اوراق اللهانة في ظروف الحقل المكشوف	32
1-3-3	التقدير الكمي والنوعي لبقايا المبيد Acetamiprid	33
2-3-3	التقدير الكمي والنوعي لبقايا المبيد Thiamethoxam	35
4-3	كفاءة الاسترجاع	37
5-3	العمليات الغذائية المستخدمة لتقليل او إزالة بقايا المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam .	38
5-3-أ	الغسل بماء الحنفية والصابون	38
5-3-ب	الغمر بالمحاليل الملحية NaCl	38
5-3-ج	الغمر بالمحاليل الكيميائية	39
5-3-د	الغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي	39
6-3	التحليل الاحصائي للتجارب	40
رابعا	النتائج والمناقشة	41
1-4	تقييم فاعلية المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam ضد حشرة مَنْ اللهانة	41

2-4	تحضير المنحني القياسي	43
3-4	دراسة تلاشي متبقيات مبيد Acetamiprid في اوراق محصول اللهانه	44
4-4	كفاءة الاسترجاع	47
5-4	تأثير استخدام العمليات الغذائية على إزالة مبيد Acetamiprid	47
1-5-4	الغسل بماء الحنفية والصابون	47
2-5-4	الغمر بالمحاليل الملحية Nacl	47
3-5-4	الغمر بالمحاليل الكيمائية	48
4-5-4	الغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي	48
6-4	دراسة تلاشي متبقيات مبيد Thiamethoxam في اوراق محصول اللهانه	49
7-4	تأثير استخدام العمليات الغذائية على إزالة مبيد Thiamethoxam	52
1-7-4	الغسل بماء الحنفية والصابون	52
2-7-4	الغمر بالمحاليل الملحية Nacl	52
3-7-4	الغمر بالمحاليل الكيمائية	52
4-7-4	الغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي	53
خامسا	الاستنتاجات و التوصيات	54
سادسا	المصادر	55
1-6	المصادر العربية	55
2-6	المصادر الاجنبية	57
سابعا	الملاحق	81

قائمة الجداول

التسلسل	العنـــــوان	رقم الصفحة
1	المبيدات الكيميائية وتراكيزها المستخدمة في التجربة الحقلية .	30
2	تواريخ وأوقات جمع عينات اوراق اللهانة بعد معاملته بالمبيد Acetamiprid وبالتركيز الموصى به (0.5 غم / لتر) وضعف التركيز (1 غم / لتر) وللمبيد Thiamethoxam بالتركيز الموصى به (0.3 غم / لتر ماء) وضعف التركيز (0.6 غم / لتر ماء) .	33
3	الكفاءة النسبية للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam ضد بالغات حشرة من اللهانة .	42
4	الكفاءة النسبية للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam ضد حوريات حشرة من اللهانة .	42
5	تلاشي كميات المبيد Acetamiprid (ملغم / كغم) من اوراق اللهانة المعاملة باستعمال التركيز الموصى به وضعف التركيز .	46
6	كفاءة طرق التخلص من متبقيات مبيد Acetamiprid من اوراق اللهانة باستعمال التركيز الموصى 0.5 غم / لتر .	49
7	تلاشي كميات المبيد Thiamethoxam (ملغم / كغم) من اوراق اللهانة المعاملة باستعمال التركيز الموصى به وضعف التركيز .	51
8	كفاءة طرق التخلص من متبقيات مبيد Thiamethoxamمن اوراق اللهانة باستعمال التركيز الموصى 0.3 غم / لتر .	53

قائمة الأشكال

التسلسل	العنـــوان	رقم الصفحة
1	أضرار حشرة من اللهانة *B. brassicae* على محصول اللهانة .	8
2	التركيب الكيميائي لمبيد Acetamiprid .	11
3	المركب IM2-1 الناتج من تحلل المبيد Aetamiprid .	15
4	التركيب الكيميائي لمبيد Thiamethoxam .	16
5	النواتج الأيضية الناتجة من تحلل مبيد Thiamethoxam ليتحول الى مادة Clothianidin .	21
6	التركيب الكيمياوي لمادة Clothianidin .	21
7	خطوات عمل طريقة QuEChERS في استخلاص متبقيات المبيدات .	23
8	شكل توضيحي لمكونات جهاز (HPLC) .	25
9	صورة تقسيم الحقل الى ثلاثة مكررات وموزعة عليها جميع المعاملات .	30
10	خطوات عمل طريقة QuEChERS في استخلاص وتنقية مبيد Acetamiprid	35
11	خطوات عمل طريقة QuEChERS في استخلاص وتنقية مبيد Thiamethoxam.	37
12	المنحني القياسي للمبيد Acetamiprid .	43
13	المنحني القياسي للمبيد Thiamethoxam .	44
14	منحني المادة القياسية للمبيد Acetamiprid بتركيز 50 ملغم / لتر .	45
15	منحني المادة القياسية للمبيد Thiamethoxam بتركيز 20 ملغم / لتر .	50

قائمة الملاحق

التسلسل	العنـــوان	رقم الصفحة
1	درجات الحرارة الصغرى والعظمى والرطوبة النسبية لمحافظة كربلاء المقدسة خلال شهر أيار لسنة 2020 .	81
2	جمع عينات اوراق اللهانه المعاملة بالمبيدين وتعليمها وحفظها بالمجمدة لحين اجراء التحاليل عليها	82
3	جهاز الموجات الصوتية	82
4	جهاز الطرد المركزي	83
5	فلتر ترشيح دقيق بحجم (0.45 µm)	83
6	جهاز المبخر الدوار	84
7	جهاز HPLC SYKAMN ألماني المنشأ	84
8	جهاز Vortex	85
9	المنحني القياسي للمبيد Acetamiprid .	86
10	المنحني القياسي للمبيد Thiamethoxam .	87
11	منحني المادة القياسية للمبيد Acetamiprid بتركيز 50 ملغم / لتر .	88
12	المدة الزمنية لتلاشي كميات المبيد Acetamiprid من اوراق اللهانة المعاملة به (ملغم / كغم) باستخدام التركيز الموصى به وضعف التركيز	89
13	منحني المادة القياسية للمبيد Thiamethoxam بتركيز 20 ملغم / لتر .	90
14	المدة الزمنية لتلاشي كميات المبيد Thiamethoxam من اوراق اللهانة المعاملة به (ملغم / كغم) باستخدام التركيز الموصى به وضعف التركيز	91

المختصرات

المختصر	دلالته
ADI	Acceptable Daily Intake
AC	Acetyl Choline
ARFD	Acute Reference Dose
ANZFS	Australia New Zealand Food Authority
CAC/PR	Codex Alimentarius Commission for Pesticide Residues
EPA	Environmental Pesticides Agency
EFSA	European Food Safety Authority
FAO	Food Agriculture Organization
HPLC	High Performance Liquid Chromatography
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
JMPR	Joint FAO/WHO Meeting on Pesticide Residues
LC50	Lethal concentration 50
LC90	Lethal concentration 90
MRLs	Maximum Residue Limits
OPC	Oregano Phosphorus pesticide
PPm	Part per million
Psi	Pounds Per Square Inch
PSA	Primary Secondary Amen
QuEChERS	**Qu**ick**, E**asy**, Ch**eap**, E**ffective**, R**ugged**, and S**afe
SL	Soluble Liquid
USEPA	United States Environmental Protection Agency
WG	Water dispersible granules
SP	Water soluble powder
WHO	World Health Organization

اولا : المقدمة Introduction

على الرغم من الدور البارز والكبير الذي تؤديه المبيدات الكيميائية في المجال الزراعي والصحي ، الا أن معظم الدراسات والابحاث تتفق أن الاستخدام الواسع وغير العقلاني لتلك المبيدات يؤدي الى تلويث البيئة وينعكس ذلك سلبا على الانسان والحيوان والكائنات الحية الاخرى (عبد الحميد ، 1999 ; العادل ، 2006) . اذ ان نسبة 0,1 % فقط من مبيدات الآفات تؤثر على الانواع المستهدفة أما بقية المبيد فيتوزع في الهواء والتربة والمياه مما ينتج عنه تأثيرات سلبية على كائنات حية اخرى غير مستهدفة والتي بدورها تشكل أحد متطلبات التوازن الاحيائي في البيئة (Carriger و Rand، 2008 ; Aktar واخرون، 2009 ; Katagi، 2010). تعد دراسة متبقيات المبيدات الكيميائية من المواضيع المهمة في جميع الدول النامية ومن ضمنها العراق لان بعض المزارعين لا يلتزمون بالمدة ما بعد معاملة المبيد وكذلك بالجرعات الموصى بها من قبل الشركة المنتجة لضمان جاهزية المنتج للاستهلاك البشري (الغزي وآخرون،2011). اذ حرصت دول العالم والمنظمات الدولية كمنظمة الصحة العالمية (WHO) World Health Organization ومنظمة الغذاء والزراعة (FAO) Food Agriculture Organization ووكالة حماية البيئة الأمريكية (USEPA) United States Environmental Protection Agency وهيئة سلامة الأغذية الأوربية (EFSA) European Food Safety Authority بإصدار الحدود القصوى للمتبقيات Maximum Residue Limits (MRLs) (Damalas و Eleftherohorinos، 2011). ان قيم (MRL) و Acceptable Daily Intake (ADI) تتباين كثيرا لمبيد تم اختياره بين الدول وذلك اعتمادا على النظام الذي تعتمده كل دولة في تحديد هذه القيم حيث ان القانون او النظام المتبع في الدول الاوربية وامريكا يمتاز بعدم شدته من حيث القيم المسموح بها لكل مبيد ثم يليه القانون الاسترالي و النيوزلندي اكثر التزاما بينما نجد القانون الذي تتبعه الدول الاسكندنافية أكثر تشدداً والتزاماً من حيث هذه القيم (Walter وآخرون،2001). نتيجة الاستعمال المفرط وغير العقلاني للمبيدات ادى الى اتساع الامراض السرطانية والمخاطر البيئية الاخرى كنتيجة طردية لمتبقيات المبيدات وبهذا يتطلب الاستعمال الامثل للمبيدات والتقيد بشروط استعمال وتصنيع وتداول المبيدات من الجهات ذات العلاقة من الامور المهمة لتقليل الاضرار الناجمة عن متبقياتها (المشهداني،2010). كذلك تعد المبيدات السبب الرئيسي لا حداث حالات الربو المزمن وتشوه الأجنة (Gilden واخرون ،2010).

وجد ان معالجة الاغذية وبعض الاجراءات المتبعة في تجهيز الطعام في المنزل مثل الغسل والتقشير وكذلك الطهي يمكن ان تقلل او تعمل على ازالة بقايا المبيدات المتبقية على المحاصيل الغذائية (Chavarri واخرون،2005 ; Keikotlhaile واخرون،2010). ونتيجة لذلك يعقد الاجتماع المشترك (JMPR) الذي يعنى بمتبقيات مبيدات الآفات والذي يمثل فريق علمي من الخبراء الذي تديره كل من منظمة الغذاء والزراعة (FAO) ومنظمة الصحة العالمية (WHO) وذلك لاستعراض تأثير عمليات اعداد الطعام على بقايا مبيدات الآفات (Rodrigues واخرون،2017).

ولزيادة الاهتمام العالمي للإنتاج النباتي كمصدر اساسي للغذاء وخاصة انتاج الخضر لما تتمتع به محاصيل الخضار من اهمية كبيرة جعلتها في المراتب الاولى من بين المحاصيل الغذائية كمصدر للأحماض العضوية والفيتامينات حيث تحتل الخضار الملفوفة بشكل خاص اهمية غذائية كبيرة لما تحوية من مغذيات هامة اذ صنفت منظمة الاغذية والزراعة العالمية (FAO) الملفوف من بين المحاصيل النباتية العشرين الهامة كمصدر غذائي هام عالميا (FAO، 1988). اذ تزرع في العراق محاصيل خضر شتوية تعود الى العائلة الصليبية (Cruciferae) منها اللهانة *Brassica olearacea* var. *Capitata* نظرا لاحتوائها على المواد الغذائية من كاربوهيدرات وكالسيوم وفسفور وحديد وفيتامين C اضافة لاحتوائها على البروتين (مطلوب واخرون،1985).

هدفت الدراسة الحالية الى :

1- التقييم الحقلي لفاعلية المبيدين Acetamiprid 20 % SP و Thiamethoxam 25 % WG في مكافحة بالغات و حوريات المَنْ *Brevicoryne brassicae* والتي تهاجم محصول اللهانة .
2- قياس متبقيات المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam باستعمال جهاز الكروموتوغرافي السائل عالي الكفاءة (HPLC) .
3- استعمال بعض طرق العمليات الغذائية لتقليل بقايا كل مبيد في اوراق اللهانة كغسل الاوراق بالماء فقط أو بالماء والصابون أو الغمر بالمحلول الملحي والغمر بالمواد الكيميائية مثل مادتي بيكربونات الصوديوم و برمنغنات البوتاسيوم والغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي.

ثانياً: مراجعة المصادر Literature of Review

2-1- محصول اللهانة :

أستخدم محصول اللهانة *Brassica oleracea* var. *cabitata* L. والذي يعود الى العائلة الصليبية Cruciferae كغذاء لأكثر من 3000 عام حيث كانت تعنى بأهمية كبيرة من قبل سكان الاغريق القدامى (Hui واخرون،2004 ; Murison و Napier،2006). تحتوي كل 100 غم من اوراق اللهانة على 1.8 غم بروتين ، 4.6 غم كربوهيدرات ، 0.6 غم معادن ، 29 ملغم كالسيوم ،0.8 ملغم حديد ، 14.1 ملغم صوديوم وعلى البوتاسيوم القابل للذوبان بالإضافة الى فيتامين A و C ، ويعد خالياً من الدهون والكولسترول (Rao،1994 ; Lucier و Lin ،2002) .

يحتوي محصول اللهانة على مضادات للأكسدة مثل مادة polyphenolics ومضادات للالتهابات (Steinbrecher و Linseisen،2009) . ذكر Kusznierewicz واخرون (2008) أن اللهانة لها تأثير في ازالة السموم من جسم الانسان بسبب احتوائها على نسبة عالية من الكبريت وفيتامين C . يمكن زراعة محصول اللهانة بجميع انواع الترب الزراعية التي تتراوح درجة حموضتها 5.5 -6.5 (Chadha،2006). اشار Ayaz واخرون (2006) الى أن درجة الحرارة المثلى لنمو نبات اللهانة تتراوح بين (15- 18) مْ . بين بوارس واخرون (2006) ان اللهانة تستطيع النمو في كل من المناطق الاستوائية والمعتدلة في العالم وعلى نطاق واسع ، اذ تبدأ بذوره في الانبات عند درجة حرارة (2-5) مْ لكن الحرارة المثلى للإنبات تتراوح (15- 20) مْ وبعد (3 – 5) ايام من زراعة البذور تظهر البادرات وتتحمل انخفاض درجة الحرارة الى درجة (-2 و-3) مْ اما النباتات الكبيرة فتتحمل حتى -5 مْ اذ تعد اللهانة من الخضراوات الاكثر تحملا لانخفاض درجة الحرارة اذ ان درجات الحرارة والتي تميل الى الدفء تكون كافية لنمو نبات اللهانة في مراحله الاولى ولكن درجات الحرارة التي تتراوح بين (15 - 20) مْ تكون كافية في مرحلة التفاف الاوراق وتكون الرأس . قدرت المساحة المزروعة لمحصول اللهانة لسنة 2019 في العراق حوالي 3270 دونم حيث بلغت الانتاجية 1779 كغم / دونم والتي تقدر بحوالي 5817330 طن (وزارة التخطيط العراقية،2019).

2-2- حشرة من اللهانة :

2-2-1- تصنيف وتسمية الحشرة :

Kingdoum : Animalia

Phylum : Arthropoda

Class : Insecta

Order : Hemiptera

Family : Aphididae

Genus : *Brevicoryne*

Species : *brassicae* L.

(Gill واخرون،2013 ; Mersha واخرون،2014)

وجاءت هذه التسمية لان أسم الجنس مشتق من كلمتين لاتينيتين هما " brevi" و " coryne " والتي تعني الانابيب الصغيرة (small pipes) (Mersha واخرون،2014). اذ تمتلك حشرات هذه العائلة نوعين من الانابيب الصغيرة والتي تسمى القرينين " cornicles " او " siphunculi " والتي يمكن مشاهدتها في النهاية الخلفية للحشرة باستخدام عدسة مكبرة يدوية ، وبهذا يمكن تمييز حشرة من اللهانة عن باقي الانواع الاخرى وذلك لكون هذه الحشرة تمتلك قرينين " cornicles " اقصر نسبيا عن باقي الانواع ما عدا حشرة من الشلغم *Lipaphis erysimi* (Carter و Sorensen،2013). هذا وذكرOpfer و McGranth (2013) بأنه يمكن عد الصفتين التصنيفتين وهما القرينان القصيران وكذلك وجود الطلاء الشمعي على حشرات من اللهانة ، يمكن عد ذلك صفات مميزة لتمييزها عن حشرات المن الاخرى التي تهاجم نفس النبات المضيف (العائل).

2-2-2- الموطن الاصلي والانتشار للحشرة :

الموطن الاصلي لحشرة *B. brassicae* هو أوربا و من ثم انتشرت في جميع انحاء العالم (Gabrys واخرون،1997 ; Opfer و McGranth،2013). ذكر الباحثان Ahmad و Akhtar (2013) بأن حشرة من اللهانة موجوده في اسيا وكندا وافريقيا

واستراليا وكذلك امريكا والصين والهند وهولندا وكذلك متواجدة في البلدان الافريقية. كما اشار الباحثان Carter و Sorensen (2013) الى ان حشرة من اللهانة تنتشر على نطاق واسع في جميع انحاء الولايات المتحدة وقد وجد أنه يمكن اعتبارها آفة رئيسية في الولايات الجنوبية للولايات المتحدة.

2-2-3-وصف الحشرة :

B. brassicae صغيرة الحجم وإن جسمها رخو وذات شكل بيضوي او كمثري مع وجود زوج خلفي من الانابيب والتي تسمى القرينين (Cornicles) متجهه الى الخلف ، لها أجزاء فم ثاقبة ماصة وأفرادها إما مجنحة أو غير مجنحة (Herrick و Huntgate،1911). ذكر Natwick (2009) و Hines و Hutchison (2013) ان الاناث غير مجنحة ذات شكل بيضوي وتظهر باللون الرمادي والاخضر او الرمادي والابيض حسب الغطاء الشمعي الخاص بها . يوجد على السطح العلوي للبطن ثماني بقع غامقة بنية او سوداء موقع هذه البقع تحت الغطاء الشمعي ، تزداد هذه البقع في الحجم باتجاه النهاية الخلفية ،أما الاناث المجنحة فتكون أصغر حجما ولا تحتوي على الغطاء الشمعي مقارنة بالإناث غير المجنحة (Natwick،2009). بين Kessing و Mau (1991) أن الاناث المجنحة تمتلك أجنحة قصيرة ذات عروق بارزه وذات رأس وصدر بني داكن الى أسود أما قرون الاستشعار فهي ذات لون بني داكن وذات بطن اصفر مع وجود نقطتين داكنتين على حلقات البطن الامامية من الجهة الظهرية ، تندمج هاتان البقعتان لتصبح كشريط غامق يغطي الجزء الاخير من حلقات البطن . اشار العزاوي واخرون (1990) الى أن طول الانثى غير المجنحة 1.8 الى 2.4 ملم ذات لون اخضر فاتح الى اخضر رمادي والجسم مغطى بطبقة من مسحوق شمعي ابيض يعطي للحشرة لونا ابيض ، لون الرأس اغمق من الجسم وقرون الاستشعار اقصر من طول الجسم ذات لون بني غامق ، أما القرينان البطنيان فهما بنيان غامقان يستدقان للخلف اما الذنب فهو بطول القرينين البطنيين ، اما الانثى المجنحة فيبلغ طولها 1.6 -2.3 ملم الرأس والصدر اسودان والبطن اصفر مخضر الى أخضر وعلى كل جهة منها بقع سود واشرطة عرضية غامقة في الوسط قرون الاستشعار ذات لون بني غامق وطولها بقدر طول الجسم والقرينان البطنيان غامقان وقصيران منتفخان في الوسط وضيقان عند القاعدة الذنب بطول القرينين البطنيين او اطول بقليل ذو لون أخضر غامق .

2-2-4- دورة حياة الحشرة :

تتكاثر *B. brassicae* بطريقتين اعتمادا على درجة الحرارة ففي المناخ الدافئ يتكاثر عذريا (Thelyotoky) وعلى سبيل المثال ففي فلوريدا وهواي تضع الاناث الحوريات بدون التزاوج ونتيجة لذلك تتكون مستعمرة المَنْ من الاناث فقط ، ولكن في فصل الخريف يتغير وضع التكاثر اذ تبدأ درجات الحرارة بالانخفاض واستجابة لدرجات الحرارة المنخفضة او لانخفاض او قصر المدة الضوئية بالنهار سوف يتم انتاج الذكور أيضا (Blackman وEastop ،2000). نتيجة لذلك يحدث التزاوج بين الذكور والاناث وبدورها تقوم الانثى بوضع البيض وهذه تمثل الطريقة الثانية لطرق تكاثر حشرة مَنْ اللهانة وهي طريقة التكاثر الجنسي (Holocylic) مرحلة البيض تكون في فصل الشتاء ، تتداخل الاجيال مع بعضها مع ما يصل الى 15 جيلا خلال موسم المحاصيل (Hines و Hutchison،2013). اشار Kessing و Mau (1991) الى ان مده دورة حياة حشرة مَنْ اللهانة الاجمالية هي ما بين 16-50 يوماً حسب درجة الحرارة ولكن تكون دورة حياتها اقصر عند درجات الحرارة المرتفعة . بينما ذكر العزاوي واخرون (1990) بأن حشرة المَنْ تتكاثر عذريا طوال السنه ، ولكون عتبة التكاثر 4,3 مْ فإن هذه الافة تستطيع العيش والتكاثر خلال فصل الشتاء في العراق ولكن سرعة التكاثر تتغير تبعا لدرجات الحرارة ففي الشتاء ينخفض التكاثر عند البرودة الشديدة وكذلك بالصيف عند الحرارة العالية بينما يزداد التكاثر في الاوقات الاخرى هذا وعرف ان هذه الحشرة موجوده على القرنابيط واللهانة وتتكاثر عليهما طوال مدة زراعة هذين المحصولين وتزداد كثافتها خلال تشرين الاول وشباط .

2-2-5-أضرار حشرة من اللهانة *Brevicoryne brassicae* (L.) على الأجزاء الخضرية والتكاثرية للنبات :

B. brassicae تهاجم في الغالب الاجزاء النامية من النبات كالقمة النامية والازهار والاوراق وعند ارتفاع اعدادها مباشرة على محصول اللهانة . الاضرار المباشرة تتمثل في امتصاص عصارة الاوراق وبأجزاء فمها الثاقبة الماصة في النبات العائل تغطي النبات بالكامل (Blackman و Eastop،2000). اذ تسبب هذه الحشرة أضراراً كثيرة ومتعددة منها مباشرة واخرى غير وافراز الندوة العسلية التي ينتج عنها تكوين العفن على الاوراق والبراعم أما التأثير

غير المباشر فيتمثل بكونها ناقلاً جيداً لعشرين مرضا فايروسياً لمجموعة واسعة من النباتات (Lashkari واخرون،2007 ; Elwakil و Mossler،2016). ذكر Safar و Bakr (1975) ان اخطر حشرة تصيب محصول السلجم في العراق هي المَنْ اذ تمتص العصارة النباتية فتؤدي الى اصفرار النباتات واحياناً ذبولها ، كما اكد بأن الزراعة المتأخرة لهذا المحصول تؤدي الى نضجه في درجات حرارة ملائمة لنمو المَنْ فتزداد اضراره ويؤدي الى تلف البذور الناتجة وانخفاض الحاصل . لاحظ Boyed و Lentz (1994) أن من أثار تغذية مَنْ اللهانة على السلجم حصول حالة تقزم النبات وضعف تكوين الخردلات وعدم انتظام نضج البذور، وأشارا إلى أن ادراج البيانات الخاصة بالخسائر النوعية للحاصل امر ضروري لوضع برامج المقاومة المتكاملة التي تستفيد من ظروف المقاومة الطبيعية واجراء المقاومة الكيمياوية لمحصول السلجم . أشار Foster (1995) الى أن من اضرار مَنْ اللهانة هو تجعد الاوراق والتفافها وتشوهها واعاقة نمو النبات بأكمله وقد تؤدي الى تلف الشتلات المعدة للزراعة فتغدو عديمة الفائدة . إن للتأثير غير المباشر الذي ينتج عن الحشرة على العائل النباتي والمتمثل بقيام الحشرة ولحاجتها الضرورية للبروتين بامتصاص عصارة النبات الذي يحتوي على كميات قليلة من البروتين ونسبة عالية من الكربوهيدرات يؤدي الى إفراز كمية كبيرة من الندوة العسلية والتي بدورها تتجمع على سطح الورقة مما يؤثر على وظائفها الحيوية كالبناء الضوئي والنتح والتنفس فضلا عن كونها مادة غذائية مناسبة لنمو الفطريات الرمية التي تسبب العفن السخامي (Sooty mold) و المتسبب عن *Cladosporium* spp. , *Capnodium* spp. , *Fumago* spp. (Hillocks و Brettell ، 1993 ; Capinera،2005).

من خلال الدراسات الحقلية التي اجريت في المانيا وجد أن حشرة *B. brassicae* تسببت بخسائر اقتصادية قدرت من 20-30 % خاصة في فصل الخريف عندما كانت الكثافة السكانية للحشرة عالية (Allema واخرون،2017). وقد سُجلت هذه الحشرة كآفة خطرة على القرنابيط في باكستان إذ أكد Younas وآخرون (2004) ان مَنْ اللهانة يؤدي دوراً اساسياً في خفض معدلات الانتاج بمقدار 50-80 % ، ونظراً للتكاثر السريع للحشرة فان النباتات المصابة تصبح مغطاة كلياً بالمن و الندوة العسلية وان تأثيرها في رؤوس نبات اللهانة وعلى السلجم يكون كبيراً لكونها تؤدي الى عدم اكتمال النمو واحياناً ذبول النبات كما ان حوامل الازهار تلتف على نفسها فتصبح ازهارها مشوهة ، فضلاً عن نمو الفطريات على مناطق انتشار الندوة العسلية الذي يغطي الاجزاء المصابة. كما في الصورة (1) .

صورة رقم (1) أضرار حشرة من اللهانة *B. brassicae* على محصول اللهانة .

تنقل حشرة مَنْ اللهانة العديد من الفايروسات الضارة للنباتات منها فايروس التفاف اوراق البطاطا (Potato Leaf Roll Virus) والفايروسات التابعة للجنس Poty viruses مثل فايروس موزاييك فول الصويا ، فايروس البطاطا (X و Y) ، فايروس الاصفرار الغربي للبنجر السكري (BWYV) ، فايروس اصفرار البنجر السكري (Beet yellow) ، فايروس موزاييك القرنابيط (Cauliflower Mosaic) ، فايروس موزاييك الخيار CMV ، فايروس موزاييك الخس (Lettuce Mosaic) ، فايروس موزاييك الشلغم (Turnip Mosaic) ، فايروس موزاييك البطيخ (Water Melon Mosaic) (Valenzuela و Hoffman ،2015). تتسب الفايروسات التي تنقلها حشرة مَنْ اللهانة الى ظهور الاعراض المتمثلة بتجعد وتشوية الاوراق واصفرارها وتقزم في نمو النبات وتشوه الرؤوس وتلف الازهار وتغيير في اللون في مرحلة من مراحل النمو لأجزاء النباتات (Carter وSorensen ،2013 ; Ahmad و Akhtar،2013).

2-2-6-المكافحة الكيميائية :

غالبا ما توجد حشرات المَنْ في بداية الموسم على نباتات متفرقة وبشكل تجمعي لذلك يجب على العاملين في مكافحة الآفات الزراعية ومن ضمنها حشرات المن عدم الاستعمال غير

الضروري والمفرط للمبيدات الكيميائية الزراعية ، بل الاعتماد على المزارع في مراقبة بداية نشوء نواة المجتمع السكاني من أجل التخلص من تلك النباتات لضمان عدم حصول الضرر الكبير في نهاية الموسم (Capinera،2005). هناك العديد من المبيدات الحشرية الفعالة ضد حشرات المَنْ ، وكذلك يجب الاخذ بنظر الاعتبار طريقة رش النبات يجب ان تكون جيده وذلك بسبب الطبقة الشمعية للافه ولمحصول اللهانة لتحقيق اقصى قدر للتحكم وبأقل جهد مع استخدام معدات رش مناسبة (Kessing و Mau،1991).

في تجربة حقلية قام بها الباحثان Shah و Abdullah (2000) استعملت المبيدات المحببة disulfoton و Disyston بنسبة 15 كغم /هكتار ومبيد Chlorpyrifos بنسبة 20 كغم / هكتار في المروز وقت الزراعة لتثبيط نمو حشرة من اللهانة *B. brassicae* على صنف اللهانة المعتمد في باكستان RR-7 سجلت المشاهدات بعد مرور خمسة عشر يوماً على ظهور المن وبمدة بين مشاهدة واخرى بلغت خمسة عشر يوماً، وأوضحت النتائج أن جميع المبيدات المستعملة قد خفضت وبشكل معنوي النسبة المئوية للإصابة بمَنْ اللهانة قياساً على معاملة المقارنة ، بلغت نسبة الاصابة في الحقلين المعاملين بـ Solvirex و Disyston 17.87 و 19.14 % على التوالي وهما نسبتان منخفضتان معنوياً عن الاصابة في الحقل المعامل بـ Chlorpyrifos والبالغة 26.68 % في حين كانت نسبة الاصابة 36.09 % في معاملة المقارنة. في دراسة أجريت في باكستان حول مقاومة حشرة مَنْ اللهانه للمبيدات الحشرية حيث وجد بأن حشرات المَنْ قد طورت مقاومة ضد فعل المبيدات الكيميائية ميثوميل (Methomyl) ، بنزوات ايمامكتين (Emamectin Benzoate) ، والبايروثريدات (Pyrethroides) مثل (Cypermethrin , Lambdacyhalothrin ,Bifenthrin ,Deltamethrin) وكذلك مجموعة النيونيكوتينويدات (Neonicotinoids) مثل (Imidacloprid , Actamiprid , Thiamethoxa) اذ وجد أن مستوى مقاومتها يزداد تدريجياً بالتزامن مع الاستخدام المفرط و غير المنتظم لهذه المبيدات على الخضراوات **(**Ahmad و Akhtar،2013**).**

3-2 مجموعة مبيدات النيونكوتنويد Neonicotinoid المصنعة :

تعد مجموعة مبيدات Neonicotinoid من مجاميع المبيدات الحشرية الجهازية التي يتم امتصاصها ونقلها في جميع اجزاء النبات والتي تعمل على توفير الحماية للنبات من الآفات الزراعية خلال مدة نمو النبات (Kuhar واخرون،2002). حيث تنتقل مبيدات هذه المجموعة وبشكل اساسي عبر نسيج الخشب Xylem وبذلك توفر هذه الخاصية الجهازية للمادة

الكيميائية بان تتوزع بالتساوي في جميع اجزاء النبات (Elbert واخرون،1998 ؛ Grewal واخرون،2001). أدى التنوع في طرق تطبيقها بالإضافة الى صفاتها النظامية وسميتها المنخفضة للثديات الفقرية الى استخدامها بشكل واسع النطاق لحماية المحاصيل الزراعية (Hopwood واخرون،2012). اذ ترتبط مبيدات هذه المجموعة بمستقبلات Acetyl Choline (AC) بقوة في الحشرات اكثر مما عليه في الفقريات ومن ثم تكون اكثر سمية للحشرات وبصفة انتقائية (Goulson، 2013) وحاليا يتم استخدام سبعة مبيدات تابعة لهذه المجموعة وهي (Clothianidin , Imidaclopride Thiamethoxam, Acetamiprid Thiacloprid , Dinotefuran , Nitenpyram) في الانتاج الزراعي (Jeschke واخرون،2011). ولكن من بين جميع مركبات هذه المجموعة الاكثر دراسة واكثرها فهما هو مبيد Imidaclopride والذي يعد نشاطه اعلى بما يقارب 10000 مره من النيكوتين الطبيعي ، كما ويعد هذا المبيد وكذلك المبيدان Thiamethoxam و Acetamiprid من المبيدات ذات الفعالية العالية في مكافحة الآفات التابعة لرتبة Hemiptera من ضمنها المَنْ ونطاطات الاوراق والثربس وكذلك الذبابة البيضاء ،كما انها فعالة ضد بعض الانواع التابعة للرتب الحشرية كرتبة ثنائية الاجنحة وغمديه الاجنحة وحرشفية الاجنحة وعلى النقيض من ذلك فأنها غير كفؤة ضد النيماتودا والحلم (Meister،1995 ; Kanna،2006) تعد المبيدات الحشرية Neonicotinoid قابلة للذوبان في الماء مما يجعلها مرشحة لتلوث المياه السطحية (Phillips و Bode،2004 ; Van Dijk واخرون،2013). كما وثبت بانها تبقى ثابته في الماء والتربة تحت بعض الظروف البيئية (Bonmatin واخرون،2015).

2-3-1 مبيد Acetamiprid :

2-1-3-1 الصفات الكيميائية والفيزيائية للمبيد :

الصيغة الجزيئية (Molecular formula) : $C_{10}H_{11}C_1N_4$

المجموعة الكيميائية (Chemical group) : Neonicotinoid Insecticides

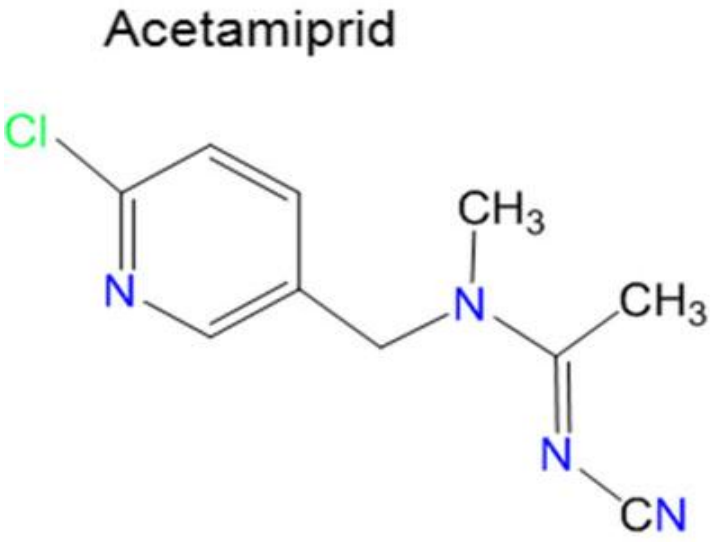
إنتاج الشركة : NIPPON SODA

الاسماء التجارية : Mospilan SP ، Conquest ، Beticol .

الصيغة الكيميائية (Chemical formula) :

(E)-N_1-[(6-chloro-3-pyridyl)methyl]-N_2-cyano-N_1- methyl acetamidine

التركيب الكيميائي (Chemical structure) : كما في الشكل (2)



شكل (2) التركيب الكيميائي لمبيد Acetamiprid (Brook و Cutts، 2019).

الوزن الجزيئي : 222.68 غم / مول

الحالة الفيزيائية والمادية : مسحوق بلوري صلب

اللون : رمادي فاتح الى أبيض

الرائحة : ليس له رائحة مميزة

نقطة الانصهار : 98.9 مْ

الذوبانية في الماء :4.25 غم / لتر عند 25 مْ

قابلية ذوبانه في المذيبات العضوية المختلفة **:** له قابلية للذوبان في acetone, methanol, ethanol chloroform, acetonitrile, tetrahydrofuran , dichloromethane

الكثافة : 1.17 غم / سم^3

الرقم الهيدروجيني PH : لا يتأثر بالرقم الهيدروجيني من 4-7

استقرار التخزين : مستقر في جميع الظروف البيئية

(Kanna، 2006 ; Brook و Cutts، 2019).

2-1-3-2 طريقة عمل المبيد :

المبيد الحشري Acetamiprid هو مبيد جهازي يمتاز بتأثيره المعدي وكذلك يوثر على مستقبلات Acetyl choline في الجهاز العصبي المركزي للحشرات (Cordova واخرون،2006 ; Simon-Delso واخرون،2015). ذكر Buchholz و Nauen (2002) أن المبيدين Acetamiprid و Imidacloprid يمتلكان نفس الخصائص الكيميائية والفيزيائية ولكن مبيد ال Acetamiprid يمتاز بكونه محباً للماء (Hydrophilic) اكثر من ال Imidacloprid . تم تصنيع المبيد بواسطة شركة Aventis (حاليا Bayer) وسجل للاستخدام على الخضراوات الورقية والخضراوات المثمرة والحمضيات والتفاح والقطن ونباتات الزينة لمكافحة انواع كثيرة من الحشرات (Ambrose، 2003). ذكر Nakayama و اخرون (1997) ; EFSA (2010) أن مبيد Acetamiprid يحتوي على مركب N-Cyano Acetamidine والذي يمتاز بتأثيره الفعال ضد الآفات الماصة (ذات اجزاء فم ثاقب ماصة) . صفة الانتقال الموضعي Translaminar هي سمة من سمات المبيد والتي تسمح له بمكافحة الآفات على كل من جانبي الورقة جانب او سطح الورقة المرشوش بالمبيد والجانب الاخر ، والتي تعد صفة مهمة عند مكافحة الآفات مثل حشرات المن والذباب الابيض التي تعيش وتتغذى في الغالب على الجانب السفلي من الاوراق ، وبذلك يؤخذ بنظر الاعتبار عند تصنيع مبيدات Neonicotinoid امتلاكها بعض الصفات مثل الانشطة النظامية وال Translaminar الفاعلة وبشكل خاص في الآفات الماصة مثل المَنْ ونطاطات الاوراق والذباب الابيض (Natwick، 2001 ; Parrish واخرون،2001).

3-1-3-2 كفاءة المبيد في مكافحة الآفات :

يتميز مبيد Acetamiprid بنشاطه الفعال ضد حشرات الذباب الابيض (White Fly) والمَنْ (Aphid) وقفازات الاوراق (Leaf Jumping) والثربس (Thrips) وبعض الانواع التابعة لرتبتي حرشفية الاجنحة وغمديه الأجنحة (Domenichini و Tiraferri، 1998 ; Nollet و

Rathore،2016). ذكر الباحثان Pasqualini و Vergnani (1997) في دراستهما للمبيدين Acetamiprid (NI25) و Imidacloprid (confidor) انهما كانا اكثر فعالية ضد حشرات المَنْ على التفاح وتميزا ببقائهما لمدد أطول . أجريت دراسة من قبل الباحثين Mungroo و Abeeluck (1999) باستخدام المبيدين Imidacloprid (confidor 200 SL) و Acetamiprid (Mospilan 20 SP) ضد حشرة حفار اوراق الحمضيات *Phyllocnistis citrella* stainton أوضحت النتائج أن الرش الورقي لمبيد Acetamiprid كان فعالا ولمدة اسبوعين في مكافحة الحشرة .اشار Baskaran واخرون (2003) من خلال دراسة لمقارنة فعالية المبيدات (Acetamiprid ، Diafenthiuron ، Monocrotophos ، Amitraz ، Triazophos ، Imidacloprid) ضد حشرة الذبابة البيضاء *Aleurodicus disperses* على نبات السفرجل ، بان المبيد Acetamiprid عند التركيز 40 غم / هكتار كان الاكثر فعالية للسيطرة على حوريات وبالغات الحشرة. كما وجد بان المبيد Acetamiprid 20 SP عند التركيزين (80 و 40 غم مادة فعالة / هكتار) كانتا اكثر فعالية ضد الحشرات الماصة التي تصيب نبات الفلفل ومن ثم تلاها تركيز 20 غم ونتيجة لذلك سجلت اقصى انتاجية من الفلفل الاخضر (Jayewar واخرون،2003). ذكر Abbas واخرون (2020) عن كفاءة مبيد Acetamiprid (Aster 20 SL) في احداث اعلى معدل لنسب موت حوريات حشرة الذبابة البيضاء والتي بلغت 93.33 % بعد سبعة أيام من رش المبيد على محصول الطماطم .كما ونشر العديد من الباحثين عن فعالية المبيدات Aetamiprid و Thiamethoxam و Imidacloprid ضد حشرة من اللهانة .*Brevicoryne brassica* L تحت الظروف الحقلية والمختبرية بجميع دول العالم (Schroeder واخرون،2001 ; Khattak واخرون،2002 ; Arif واخرون،2012 ; Abdu-Allah،2012).

4-1-3-2 الحدود القصوى المسموح بها (Maximum Residue Limit (MRL :

تساعد الحدود القصوى لمبيدات الآفات على ضمان الاستخدام السليم للمبيدات من خلال الترخيص والتسجيل متضمنة بذلك معدل التطبيق وفترات ما قبل الحصاد وكذلك السماح بتداول منتجات المبيدات العلاجية في الاسواق الحرة (Knežević و Serdar،2009 ; Kmellar واخرون،2010). ذكر Anderson (2017) بأن الحدود القصوى المسموح بها لمبيد Acetamiprid على محصول اللهانه هو 0.5 ملغم /كغم . بينما أشارت سلطة السلامة الغذائية

الاوربية European Food Safety Authority (2010 ; 2015) بأن قيمة MRL لمحصول اللهانة بما فيها الحمراء والبيضاء وكذلك اللهانة الصينية هي 0.01 ملغرام / كغم .

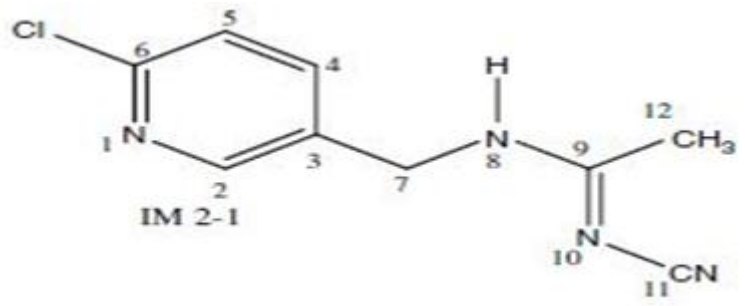
2-3-1-5 التأثيرات السمية للمبيد :

ان المعلومات المتوافرة فيما يخص سمية Aetamiprid للكائنات غير المستهدفة هي محدودة للغاية لحد الان ، وذلك لان معظم البيانات المتعلقة بسمية مركبات Neonicotnoid تقتصر على المركبين Imidacloprid و Clothianidin (Morrissey واخرون،2015). في الدراسة التي أجريت في الصين لمعرفة تأثير سمية مبيد Aetamiprid على الكائنات الحية المائية وبالأخص على أجنة سمك الزرد Zebra fish وجد أنه عند استخدام المبيد وبتركيز أعلى من 263 ملغم / لتر لوحظ حدوث معدل كبير في الموت وأثار تشوه عديدة وبالأخص انحناء العمود الفقري (Ma واخرون،2019). في دراسة اخرى أجريت على فئران Wistar وجد انه عند اعطاء المبيد Aetamiprid عن طريق الفم وبالجرع (27.5 ، 55 ، 110 ملغم / كغم) لوحظ بأن هناك انخفاضاً في وزن الجسم واستهلاك الغذاء لكلا الجنسين عندما تتعرض لجرعات عالية فضلا عن زيادة في الكوليسترول الكلي وتضخم في الخلايا الكبدية وغيرها من العلامات السريرية الاخرى ولكن تبين بان الجرعة الاقل من 55 ملغم / كغم لم يلاحظ عليها اي تأثير ضار للفئران تحت ظروف التجربة المستخدمة (Devan واخرون،2015). اذ ذكر Lacombe (1999) ان المبيد له سمية منخفضة للثديات والكائنات المائية والحيوانات البرية ، ولم تظهر أثار ضارة على نحل العسل او النحل الطنان. اما في البشر تم الابلاغ بان المبيد يؤدي أو يسبب أعراض تسمم مشابهة لا عراض التسمم الحاد لمبيدات الفسفور العضوية (OPC) Oregano Phosphorus pesticide (Imamura واخرون،2010) . ذكرت سلطة السلامة الغذائية الاوربية European Food Safety Authority (2015) الى أن قيمة ما مسموح اخذه يوميا Acceptable Daily Intake (ADI) للإنسان لمبيد Acetamiprid هو 0.07 ملغم /كغم من وزن الجسم في اليوم الواحد بينما تبلغ قيمة الجرعة الحادة (ARFD) Acute Reference Dose 0.1 ملغم /كغم من وزن الجسم . وجد Kanna (2006) من خلال الدراسة التي اجريت لمعرفة حساسية افراد من القطن *Aphis gossypii* والتي تم تربيتها في البيوت الزجاجية ولمدة سبعة اجيال متواصلة الى ان الحساسية زادت تدريجيا مع الجيل الثاني ، حيث وصل انخفاض قيم LC_{50} و LC_{90} عند الجيل الخامس لمبيد Acetamiprid 0.164 و

3.355 جزء بالمليون على التوالي مقارنته بمبيد Thiamethoxam 0.884 و 10.318 جزء بالمليون على التوالي.

6-1-3-2 تحلل المبيد :

درس العديد من الباحثين تحلل مبيد Acetamiprid في المختبر بواسطة الكائنات المجهرية ، ففي دراسة لأيض هذا المبيد بواسطة بكتريا *Pigmentiphaga* sp. AAP-1 المعزولة من التربة والتي تعمل على ازالة مجموعة (N-deacetylation) مكونة نتيجة لذلك مركب N-methyl-(6-choloro-3-pyridyl) methylamine (Wang واخرون،2013). وفي دراسة اخرى وجد الباحثون Yang واخرون (2013) ; Wang واخرون (2016) بأن تأييض المبيد يتم من خلال ازالة الكلور (Dechlorination) و أثبتوا ذلك من خلال الكشف عن تحرر ايون الكلور من الوسط . أما فيما يخص دور الفطريات فوجد بان الفطر *Phanerochaete sordida* YK-624 يمتاز بدوره الهام في ازالة مجموعة مثيل (N-demthylation) من مبيد Acetamiprid والذي يتم بواسطة انزيم Cytochrome (Wang واخرون،2012). يطلق على المركب الناتج من التحلل بإزالة المثيل ب (IM2-1) كما في الشكل (3) والذي يتكون بفعل بعض الاحياء المجهرية كما في *stenotrophomonas maltophilia* CGMCC ، حيث يعد المركب IM2-1 اقل سمية من المركب الاصلي للمبيد (Chen واخرون،2008 ; Wang واخرون،2012).



شكل (3) المركب IM2-1 الناتج من تحلل المبيد Acetamiprid (Wang واخرون،2012).

2-3-2-مبيد Thiamethoxam :

2-3-2-1- الصفات الكيميائية والفيزيائية للمبيد :

الصيغة الجزيئية (Molecular formula) : $C_8H_{10}C_1N_5O_3S$

المجموعة الكيميائية (Chemical group) : Neonicotinoid Insecticides

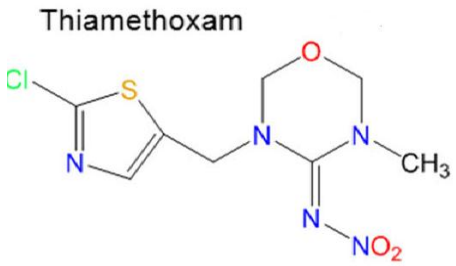
إنتاج الشركة الاسترالية : Agrochem Australia

الاسماء التجارية : Actara ، Cruiser ، Tiam.

الصيغة الكيميائية (Chemical formula) :

3-[(2-Chloro-1,3-thiazol-5-yl)methyl]-5-methyl-N-nitro-1,3,5-oxadiazinan-4-imine

التركيب الكيميائي (Chemical structure) : الشكل (4)



شكل (4) التركيب الكيميائي لمبيد Thiamethoxam (Brook و Cutts،2019).

الوزن الجزيئي : 291.7 غم / مول .

الحالة الفيزيائية والمادية : مسحوق بلوري ناعم

اللون : كريمي طفيف

الرائحة : عديم الرائحة

نقطة الانصهار :139.1 مْ

الذوبانية في الماء :4.1 غم / لتر عند 25 مْ

قابلية ذوبانه في المذيبات العضوية المختلفة عند 25 مْ :

Acetone : 48 غم / لتر

Ethyl acetate : 7 غم / لتر

Dichloromethane : 110 غم / لتر

Hexane : 0.18 ملغم / لتر .

Methanol : 13 غم / لتر

Octanol : 620 ملغم / لتر

Toluene : 680 ملغم / لتر

الرقم الهيدروجيني PH لمحلول مائي 1% من المواد التقنية : 4.8 عند درجة حرارة 25 مْ

استقرار التخزين : مستقر لمده تخزين لا تقل عن 12 شهراً عند درجة حرارة 30 مْ (Robinson، 2001 ; Brook و Cutts، 2019).

2-3-2-2- طريقة عمل المبيد :

تمتص النباتات المبيد Thiamethoxan بسهولة وتنتقل عن طريق الخشب إلى جميع أجزائه بسرعة عالية، ومن ثم تؤثر على الحشرات المتغذية على النبات المعامل. حيث يكون تاثير المبيد عن طريق الملامسة والمعدة ، ولهذا المبيد الكفاءة في مكافحة مدى واسع من الآفات الحشرية والتابعة لرتب مختلفة ، ويستخدم على عوائل نباتية كثيرة من الخضر والفاكهة والحبوب والمحاصيل الصناعية ونباتات الزينة. يعد مبيد Thiamethoxam من مركبات الجيل الثاني لمجموعة مبيدات Neonicotinoid والتي تمتاز بتأثيرها على مستقبلات ال Acetyl Choline في الجهاز العصبي للحشرات (Maiensfish واخرون،2001). حيث يعمل ال Thiamethoxam على تعطيل عمل مستقبلات ال Acetyl Choline فلا تعطي ايعاز باستلام المنبه العصبي فيستمر الناقل (AC) مما

يـؤدي الـى الشـلل والمـوت (Goulson،2013). يعـد Thiamethoxam مبيـداً حشـرياً متعـدد الاستخدام اذ يطبق حقليا إما رشا على الاجزاء الهوائية Foliar application او من خـلال معاملـة التربة Soil application او من خلال حقن المبيد في جذوع الاشجار Injection application و كـذلك يسـتخدم فـي معاملـة البـذور Seed treatment وبمعـدل نسـبي مـنخفض ، وينتمـي ال Thiamethoxam الـى فئـة المبيـدات الحشـرية الجهازيـة بسـبب قابليتـه العاليـة للـذوبان فـي المـاء (IUPAC،2014). ذكر Rouhani واخرون (2013) ; Elbert واخرون (2008) بـأن التركيب الكيميائي لهذا المبيد يختلف قليلا عن المبيدات الحشرية ال Neonicotinoid الاخرى والتـي تجعلـه اكثر قابلية على الذوبان في الماء من مبيدات هذه المجموعة اذ ينتقل بسـهولة الـى الانسـجة النباتيـة . اذ تبلغ قيمة ذوبانه بالمـاء (4.1 غم / لتر) عند درجـة حـرارة 20 مْ ممـا يسـهل امتصاصـه وانتقالـه فـي اجزاء النباتات بعد اجراء المعاملة (Camargo واخرون،2019 ; Wang واخرون،2019). كما تم وصفه بأنـه مركب قطبـي يميل الـى الصـعود عبر الخشـب (Xylem) (Briggs واخرون،1982 ; Gao واخرون،2014) .

2-3-2-3- كفاءة المبيد في مكافحه الآفات :

أجريت الكثير من الدراسات والبحوث لتحديد كفاءة مبيد Thiamethoxam لمكافحة الآفات الزراعية المختلفة وعلى محاصيل مختلفة سواء خضراً كانت ام فاكهة ، وهذا ما أشار اليه الجمالي واخرون (2009) في أن مبيد Thiamethoxam حقق نتائج متميزة في مكافحة حشرة خنفساء كولورادو (*Leptinotarsa decelineata* Coleoptera :Chrysomilidae) في حقول البطاطا شمال العراق . بين Kalaf واخرون (2011) في دراسة اجريت لتقييم كفاءة بعض المبيدات الحشرية ضد حشرة مَنْ الفاصوليا الاسود *Aphis fabae* اذ تفوق المبيدين Thiamethoxam (Actara) و Pymetrozine (Chess) عند التركيز الموصى به في تأثيرهما على الحوريات وبنسبة موت بلغت 68.20 و 55.26 % على التوالي بعد ثلاثة ايام من المعاملة . أشارت دراسة أخرى كفاءة مبيد Thiamethoxam في خفض كثافة حشره الثربس وبنسبة بلغت 88.06 % و 81.5 % للعامين 2010 و2011 على التوالي (El-Naggar و Zidan،2013). بين Mohamed واخرون (2015) في دراسة أجريت لتحديد كفاءة مبيد Thiamethoxam و Dinotefuran في مكافحة بالغات حشرة *Brevicoryne brassica* L. على محصول اللهانة ضمن الظروف المختبرية سمية عالية لمبيد Thiamethoxam وبقيم

تراكيز LC50 (84.10 ، 6.60 و 3.21 ملغم /لتر) بعد 24 ، 48 و72 ساعة على التوالي من التعرض . هذا ويمتاز الـ Thiamethoxam بفعاليته العالية لمكافحة حشرة القفاز وخاصة الحوريات ولمدة 30 يوماً (Isaacs واخرون،2006).

2-3-2-4- الحدود القصوى المسموح بها (Maximum Residue Limit (MRL :

ذكرت هيئة الدستور الغذائي Codex Alimemtarius تعريفا للحدود القصوى للمبيدات (MRL) بأنه اعلى مستوى من متبقيات المبيدات والمسموح بها قانونا بالأغذية والاعلاف عند استعمال المبيدات بالشكل الصحيح متوافقا مع الطرق الزراعية المناسبة (Mpumi واخرون،2016). حيث تقدر قيمة ال MRL لهذا المبيد بحوالي 0.02 جزء بالمليون حسب مقياس سلطة السلامة الغذائية الاسترالية النيوزلندية (ANZFS)

Australia New Zealand Food Authority و (FAO/ WHO) بينما مقياس الصحة الكندية قدرت قيمته بحوالي 0.2 جزء بالمليون و 0.3 حسب مقياس سلطة السلامة الغذائية الاوربية (EFSA،2010). اشارت هيئة الدستور الغذائي لمتبقيات المبيدات Codex Alimentarius Commission for Pesticide Residues (CAC/PR) (2009) الى أن الحد الاقصى المسموح به لمبيد Thiamethoxam على محصول الفلفل هو 0.7 ملغم / كغم . لوحظ أن بقايا مبيد Thiamethoxam انخفض في ثمار الفلفل الى 1.27 ملغم /كغم مع فقدان 7.97 % بعد 24 ساعة من الرش ، واستمر التلاشي او الانخفاض ليصل الى 0.72 ملغم /كغم مع فقدان 47.82 % في اليوم الثالث من الرش هذا واستمر التدهور ليصل 0.061 ملغم /كغم مع فقدان 95.57 % بعد 10 ايام بعدها انخفضت بقايا المبيد الى 0.034 ملغم/كغم بنسبة فقدان 97.31 % و0.01 ملغم /كغم مع فقدان بنسبة 99.27 بعد 15 و 21 يوما من اجراء المكافحة (Rabie واخرون،2018). ذكر (Anderson،2017) بأن الحدود القصوى المسموح بها لمبيد Thiamethoxam على محصول اللهانة هو 0.2 ملغم / كغم .

2-3-2-5- التأثيرات السمية للمبيد :

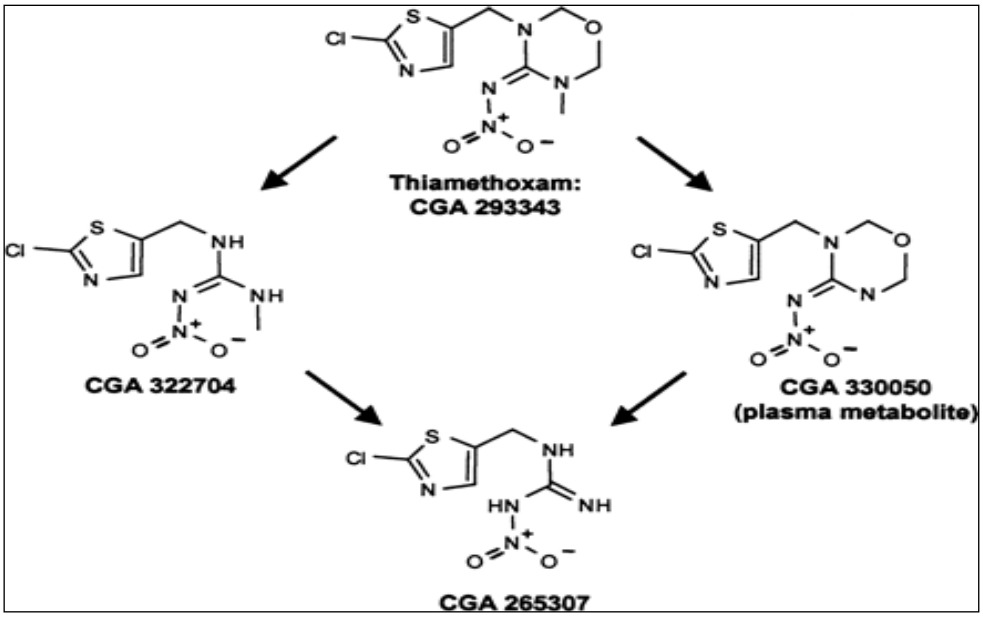
تباينت الدراسات في مدى سمية Thiamethoxam على الكائنات الحية غير المستهدفة ، اذ أشارت دراسة اجريت لمعرفة تأثير بعض من المبيدات الكيميائية Acteamiprid , Oxamyl

Thiamethoxam , Dicrotophos على العدو الحيوي.*Trichopda pennipes* L المتطفل على حشرة البقه الخضراء .*Nazara viridula* L ، ان Thiamethoxam كان اقلهم تأثيرا على العدو الحيوي (Tillman،2006). أوضحت دراسة أخرى من قبل Toscano وآخرون (2005) أن لمبيد الـ Thiamethoxam تأثيراً ساماً على العدو الحيوي *Aphytis melinus* المتطفل داخليا على حشرة Armored scale . اوضح عواد وآخرون (2002) أن التركيز المسموح اخذه يوميا هو 0.004 ملغم / كغم من وزن الجسم . ذكرت سلطة السلامة الغذائية الاوربية EFSA (2010) بأن قيمة ما مسموح اخذه يوميا Acceptable Daily Intake (ADI) للإنسان لمبيد Thiamethoxam هو 0.026 ملغم /كغم من وزن الجسم في اليوم الواحد بينما تبلغ قيمة الجرعة الحادة (Acute Reference Dose (ARFD 0.5 ملغم /كغم من وزن الجسم. ذكر Anderson (2017) بأن قيمة ما مسموح أخذه يوميا ADI لهذا المبيد هو 0.08 ملغم / كغم من وزن الجسم. تبلغ الجرعة النصفية القاتلة للجرذان عن طريق الفم 5000 ملغم / كغم (عواد واخرون،2002). أن للتراكم الداخلي لمبيد Thiamethoxam الموجودة في المحاصيل الصالحة للأكل سيزيد بلا شك من صعوبة ازالة المتبقيات من خلال عمليات الغسل للمواد الغذائية قبل الاستهلاك او الطبخ ، اذ ثبت بأن التعرض لهذا المبيد مرتبط بالعديد من المشاكل الصحية خاصة تلف الكبد وقلة الكولسترول وتطور الاورام السرطانية وموت الخلايا (Green واخرون،2005 ; Han واخرون،2018).

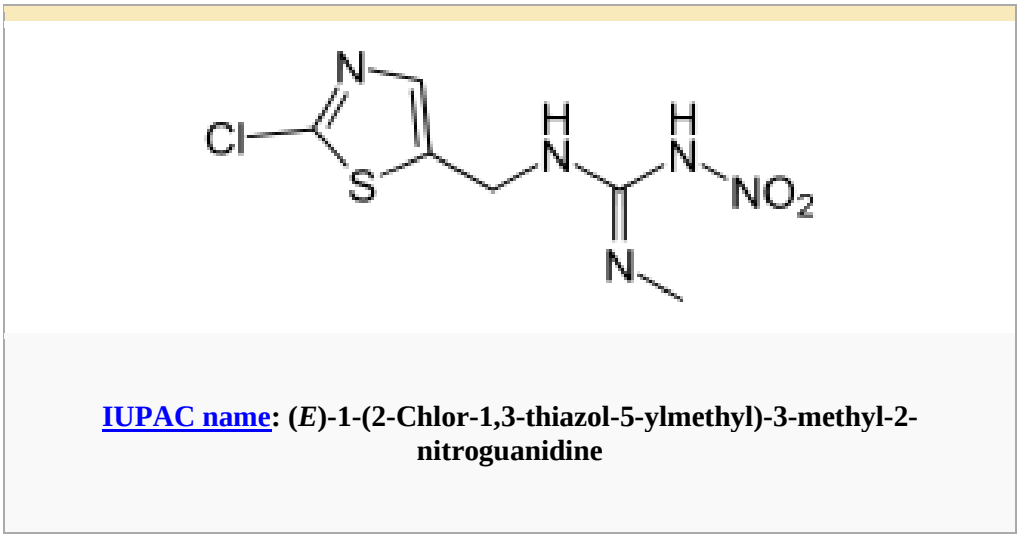
2-3-2-6- تحلل المبيد :

تشير مجموعة من البيانات التي ذكرت في الوثيقة الارشادية للمفوضية الاوربية الخاصة بتقرير مجموعة العمل FOCUS (2006) الى ان مبيد Thiamethoxam يتحلل ببطيء تحت الظروف المختبرية ولكنة يتحلل بسرعة اكبر تحت ظروف الحقل وقد يكون السبب في هذا بأن الظروف المختبرية غير مناسبة وغير واقعية من حيث درجات الحرارة او في ما يتعلق برطوبة التربة المنخفضة مقارنة بتلك التي تحدث بالحقل والتي قد تضعف قدرة التربة في الحفاظ على المجاميع السكانية للميكروبات المتخصصة بتحليل المبيد طوال مدة الدراسة. كما وتوجد القليل من الدراسات المتاحة فيما يتعلق بمسار تدهور او تحلل ال Thiamethoxam ولكن من المعروف انه يتحلل في الدراسات المختبرية والحقلية ليكون المركب المعروف باسم Clothianidin (Tomizawa و Casida،2005 ; Hilton واخرون،2016 ; Jeschke،2016). ذكرت بعض المصادر Ramesh و اخرون (2007) ; Soliman (2011) ; Hilton واخرون

(2019) ان مبيد Thiamethoxam يتحول الى ماده الكلوثيانيدين Clothianidin في النبات ، وتم تطوير هذه المادة من قبل شركتي تأكيدا اليابانية وشركة باير الالمانية لتسجل كمبيد حشري كما في المخطط (5 و 6).



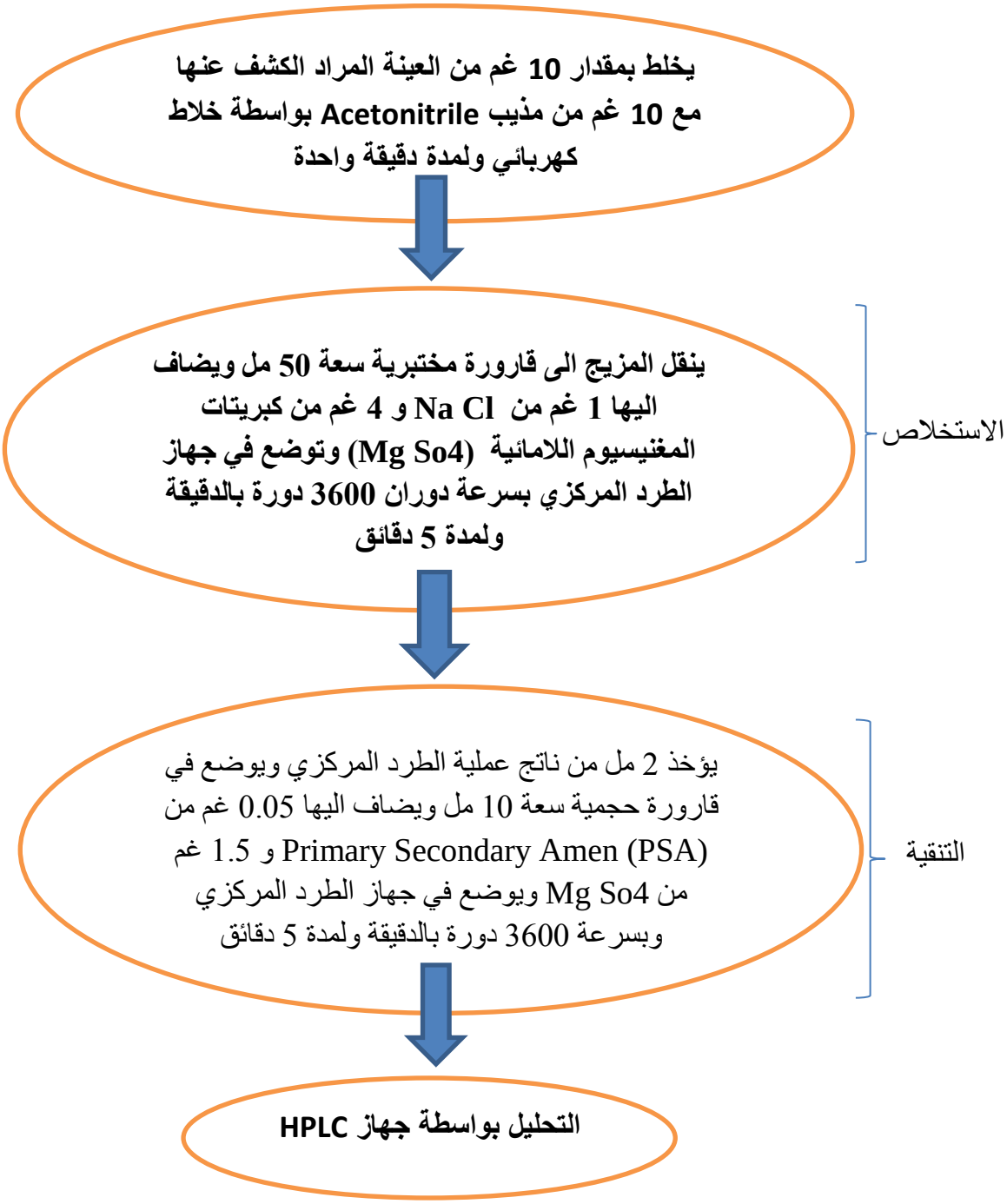
مخطط (5) يوضح النواتج الأيضية الناتجة من تحلل مبيد Thiamethoxam ليتحول الى مادة Clothianidin (Soliman، 2011).



مخطط (6) التركيب الكيمياوي لمادة Clothianidin (Soliman، 2011).

2-4- طرائق استخلاص وتنقية متبقيات المبيدات :

استخدمت طرائق عديدة في استخلاص بقايا المبيدات من أوراق وثمار المحاصيل الزراعية مثل الاستخلاص بالمذيب المسرع Accelerated Solvent Extraction ، الاستخلاص بالميكروويف Microwave-assisted extraction ، الاستخلاص بالسوائل فوق الدرجات الحرجة Supercritical Fluid Extraction والاستخلاص بالسكسوليت Soxhlet (Lee،2003). وفي وقتنا الحاضر تعد طريقة QuEChERS من أكثر الطرق استخداما في استخلاص بقايا المبيدات من المنتجات الزراعية اذ ان هذه الطريقة مشتقة من العبارات التالية **Qu**ick, **E**asy, **Ch**eap, **E**ffective, **R**ugged, **and S**afe والتي تتميز بدقة نتائجها وبحد ادنى لخطوات العمل مع استعمال قليل جدا للأواني المختبرية فضلا عن انخفاض مستوى التعرض للمذيبات لكونها تستخدم مذيبات قليلة جدا ولا تستخدم المذيبات المكلورة (Anastassiades واخرون،2003 ; Lehotay،2006 ; Shamsipur واخرون،2016 ; Al Kraawi، 2018). في العراق اجريت العديد من الدراسات التي تناولت دراسة متبقيات و تلاشي المبيدات الكيميائية واجراء بعض العمليات الغذائية في معالجة المركبات الثانوية العائدة لمتبقيات المبيدات لبعض انواع المحاصيل الزراعية (Mahdi و Mohammed،2017 ; المشهداني،2010 ; حسين،2018 ; العبيدي،2018 ; حسن،2018 ; علي،2018 ; المرسومي،2019). ذكر Momčilović (2012) خطوات عمل لهذه الطريقة كما في الشكل (7) :



شكل (7) : خطوات عمل طريقة QuEChERS في استخلاص متبقيات المبيدات (Momčilović، 2012).

ويعرف الكشف والتحليل عن متبقيات المبيدات بانه الاستجابة النوعية او الكمية لوجود المبيد في الاغذية والمنتجات الزراعية ، ونتيجة لذلك تستخدم انواع مختلفة من اجهزة التحليل والتي تعتمد في فصلها للمبيدات بصورتها الفردية كجهاز التحليل الكروماتوغرافي السائل عالي الكفاءة (HPLC) او جهاز التحليل الكروماتوغرافي الغازي GC ولقد استخدمت طرق الاستخلاص

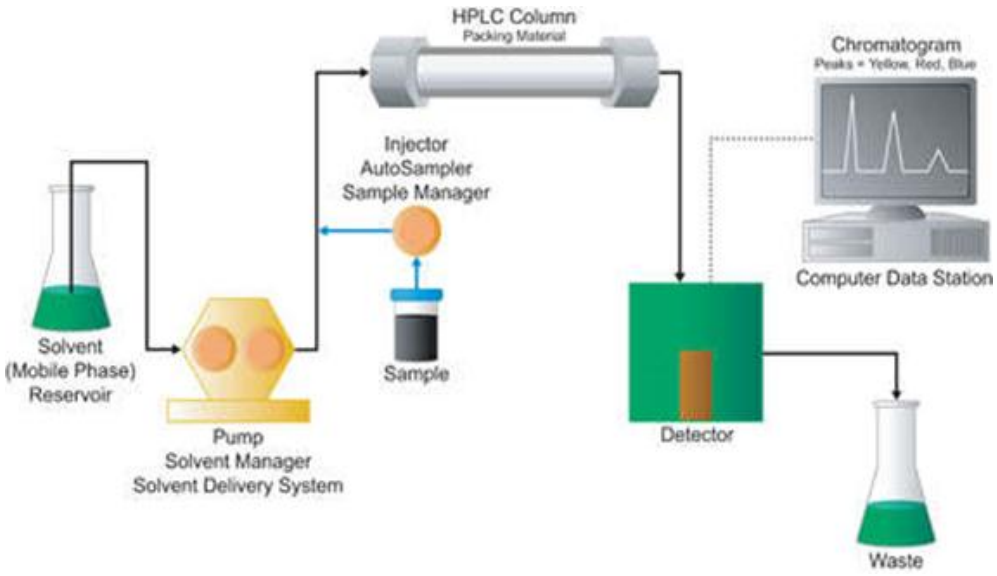
المذكورة سابقا مع كاشف مطياف الكتلة (Di Muccio واخرون،2006 ; Bridi واخرون،2018).

2- 5- كروماتوغرافيا السائل ذات الاداء العالي High Performance Liquid Chromatography (HPLC) :

تقنية تحليلية حساسة جدا ودقيقة لتحليل المخاليط ، اذ يتم ادخال العينة في عمود الكروماتوغرافيا تحت تأثير الضغط . وتستخدم لفصل مكونات مزيج ما كل على حدة وعادة ما تفضل طرق (HPLC) على كثير من الطرق الاخرى في التحليل الكمي ، اذ تستخدم هذه التقنية في تحليل مبيدات الآفات لتقدير متبقياتها في الاغذية اذ يحصل فصل كمي ونوعي دقيق لمكونات الخليط المراد التعرف عليه ، هذا واستخدمت كذلك وعلى نطاق واسع في مجال الطب الحيوي لتحليل وفصل مكونات الادوية والاحماض النووية والامينية وكذلك البروتينات والانزيمات (Kern، 2005 ; Kupiec،2004). تعتمد هذه التقنية على عمود الفصل الذي يحتوي على المادة الثابتة (الطور الثابت) Stationary Phase ومضخة تحرك المادة المتنقلة المراد تحليلها (الطور المتحرك) Mobile Phase اذ تعتمد هذه التقنية على الطورين ولكل منهما خصائصه التي تستخدم في عملية الفصل مثلا القطبية Polarity او القدرة على الادمصاص Adsorption او على التبادل الايوني Ion exchange Characteristics وغيرها من الخصائص (Pomeranz، 2013 ; Meyer،2010). ويتكون هذا الجهاز وكما في الشكل (8) من الاجزاء التالية :

أ- خزان المذيب Solvent Reservoir
ب- نظام الضخ Pumping System
ت- وحدة تفريغ الغازات Degassing Unit
ث- أنابيب توصيل Connecting Tubes
ج- نظام حقن النماذج Sample Injection System
ح- العمود Column
خ- فرن العمود Column Oven
د- المكشاف Detectors

(Bélanger وآخرون، 1997 ; Matuszewski واخرون، 2003).



شكل (8) مخطط توضيحي لمكونات جهاز (HPLC) (Muhammad، 2017).

ذكر Nielsen (2010) ملخص بسيط لخطوات العمل حيث يضاف المذيب (الطور المتحرك) ويضخ داخل عمود الفصل باستخدام المضخة والتي تستطيع تحمل ضغط أعلى من 5000 Pounds Per Square Inch (psi) وبعد ذلك تحقن العينة المطلوب فصلها بواسطة الحاقن لتنتقل الى العمود والتي تحدث عملية الفصل فيه أما المكشاف فيقوم بإعطاء إشارة لكل مكون من مكونات العينة لتحديد زمن الاحتجاز لكل مادة ويختلف زمن الاحتجاز من مادة لأخرى بسبب الاختلاف في الروابط البينية بين المادة المراد تحليلها والمادة الثابتة في العمود مما يؤخر ظهور المادة على المكشاف .

2- 6- تأثير العمليات الغذائية في تقليل او إزالة متبقيات المبيدات :

زاد الاهتمام في الآونة الاخيرة بموضوع سلامة الغذاء اذ يعد من المواضيع المهمة التي تسعى لها جميع دول العالم وذلك للمحافظة على صحة الانسان والتأكد من خلو غذائه من المواد الكيميائية الضارة ، اذ ان هذه المواد والتي تمثل بقايا المبيدات في الغذاء هي مصدر قلق للباحثين في هذا المجال ، نتيجة لذلك انبثقت فكرة الاعتماد على الزراعة العضوية من أجل تقليل استخدام المبيدات والمواد الكيميائية الخاصة بالزراعة الا أنها لم تلاقِ القبول والاهتمام وخاصة في الدول النامية فضلا عن ذلك فإن كلفة هكذا مشاريع تقع لاحقاً على كاهل المستهلك ، وتتضمن عمليات

التصنيع أو التحضير الغذائي هذه الغسل والتعليب والطبخ والتقشير في خفض كبير لنسبة بقايا المبيدات في الغذاء (Kaushik واخرون،2009). اذ أن لهذه العمليات وخاصة عمليات التصنيع الغذائي (التقشير والتخليل) وكذلك عمليات الغسل (كالغسل بالماء فقط أو الغسل بالماء والصابون والغمر بالمحاليل الملحية) أهمية كبيرة في المساعدة على التخلص أو تقليل متبقيات المبيدات في أجزاء النباتات الصالحة للأكل . اذ تؤدي هذه العمليات دوراً في تقليل نسبة متبقيات المبيدات للعينات المأخوذة بعد المعاملة مباشرة أسرع من ترك بقايا المبيدات للعينات المأخوذة بعد مدة من المعاملة وقد يعود السبب في ذلك لاحتمال دخول المبيد داخل الاجزاء النباتية اذ يصبح المبيد أو نواتجه الايضية كجزء من النسيج النباتي (Wu واخرون،2007 ; Rodrigues واخرون 2017). ذكر Rawn واخرون (2008) ; Lozowicka واخرون (2016) دور بعض عمليات الطبخ النموذجية مثل التنظيف والتبخير والتقشير والتجفيف والتخليل والخبز والغلي والقلي والتعقيم وكذلك التخمير في تقليل أثر المبيدات ، وغالبا ما تقلل عمليات التنظيف والتقشير من مستوى متبقيات المبيدات الى حد كبير في الطعام .

العمليات الغذائية المستخدمة لتقليل أو إزالة بقايا المبيدات من الغذاء المستهلك :

1- عملية الغسل Washing :

ذكر Wallis واخرون (1957) أن غسل الفواكه والخضروات بالماء فقط يؤدي الى تقليل من نسبة تركيز المبيد في الغذاء . اذ تعد عملية الغسل من العمليات الاساسية للتخلص أو لتقليل بقايا المبيدات في الثمار والخضراوات الورقية التي تم معاملتها بالمبيدات مسبقا وبذلك تعد خطوة اساسية واولية والاكثر شيوعا حتى من المعالجة نفسها سواء كانت على المستوى التجاري ام المنزلي (Street،1969). أشار Geisman (1975) الى أن احدى عمليات التحضير الغذائي هي عملية الغسل بالماء والتي تعمل على التخلص من بقايا المبيدات وبالأخص المبيدات الفسفورية العضوية السريعة التدهور كما في مبيد Fenitrothion اذ توجد معظم بقايا المبيد على السطح الخارجي ولكن يصعب التخلص من المبيد عند نفاذة الى الداخل وبذلك فإن عملية الغسل تكون غير مجدية وغير نافعة . وجد Kumari (2008) بأن الغسل بماء الحنفية الجاري فقط وبعد دقيقة واحدة من الدعك والتحريك المستمر ادى الى خفض بقايا المبيدات الحشرية بنسبة 50 % و74% و77 % والمستخدمة على خضروات الباميا والقرنبيط والباذنجان على التوالي. ترتبط كفاءة عملية الغسل على نوع المحصول للتخلص من بقايا المبيدات ، اذ وجد أن غسل

محصول الباميا المعامل بمبيد Fenitrothion سبب في ازالته بنسبة 48.9 % في حين أن نسبة ازالة بقايا المبيد نفسه قلت عند غسل ازهار القرنابيط اذ بلغت 20.5 % (Sarode،a 1982 ; Sarode،b 1982).

2- الغمر بالمحلول الملحي Dipping in Saline Solution :

يساهم غمر الخضروات والفواكه بمحلول كلوريد الصوديوم NaCl والمعروف محليا بملح الطعام في التخلص من الملوثات وبقايا المبيدات فضلا عن كونها طريقة سهلة وغير مكلفة يمكن استخدامها في المنزل اذ وجد في احدى الدراسات انه عند نقع أو غمر القرنابيط الصيني والمعروف محليا بالقرنابيط ذي الاوراق الخضراء المعاملة بالمبيد Chlorothalonil بالمحلول الملحي 1% ولمدة خمس دقائق في ازالة جزء كبير من هذا المبيد (Chavarri واخرون،2004 ; Keikotlhaile واخرون،2010).

اشار Kumar و اخرون (2000) عند دراسة مقارنة بين استخدام الغسل بالماء المالح فقط والغمر بالمحلول الملحي 2% ولمدة عشر دقائق لثمار الفلفل الحار المعامل بالمبيدين Acephate و Triazophos الى أن الغمر ازال نسبة كبيرة من بقايا المبيدين بالمقارنة مع الغسل بالماء المالح فقط والذي لا تختلف نتائجه عن الغسل بماء الحنفية.

3- الغمر بالمحاليل الكيميائية Dipping with Chemical Solution :

أ- بيكربونات الصوديوم ($NaHco_3$ Sodium Bicarbonate) :

يعمل بيكربونات الصوديوم او ما يعرف بصودا الخبز على تقليل أو ازالة متبقيات المبيدات ، اذ وجد عند غمر ثمار التفاح بمحلول 10 ملغم / لتر من بيكربونات الصوديوم ولمده 15 دقيقة بأنه تم التخلص تماما من بقايا مبيد Thiapendazole الموجود على سطح الثمار مقارنة باستخدام ماء الحنفية وكلوروكس Clorox التنظيف والتبييض (Yang واخرون،2017). ذكر العبيدي (2018) بأنه عند غمر ثمار الخيار المعاملة بالمبيد الفطري ثايوفينايت وبالتركيز الموصى به 1.5 غم / لتر بعد ساعة من المعاملة بمحلول بيكربونات الصوديوم $NaHco_3$ ولمده 10 دقائق ، ادى الى إزالة بقايا المبيد بنسبة 98% اذ وصل تركيز المبيد الى 0.6 ملغم / كغم.

ب- برمنغنات البوتاسيوم ($KMno_4$) Potassium Permanganate :

في الدراسة التي اجريت من قبل الباحث Radwan واخرون (2005) لمقارنه استخدام ماء الحنفية والصابون ومادة برمنغنات البوتاسيوم وحامض الخليك في إزالة متبقيات مبيد Selecron 72% EC من ثمار الفلفل الحار والحلو ، تبين أن جميع العمليات المذكورة سابقاً ساهمت في ازالة كمية كبيرة من بقايا المبيد. ذكر حسين (2018) ان استخدام محلول مادة برمنغنات البوتاسيوم $KMno_4$ في غمر ثمار الخيار المعاملة بمبيد Imidacloprid أزالت بنسبة 95.74 % من بقايا المبيد اذ وصل تركيزه الى 2.43 ملغم / كغم بعد ما كان تركيزه 57.11 ملغم / كغم .

4- الغمر بالخل الصناعي (حامض الخليك) CH_3COOH Acetic Acid :

ذكر Chandra واخرون (2015) ان غسل ثمار الباذنجان والباميا بحامض الخليك بنسبة 0.05 % ادى الى خفض بقايا المبيدات المستخدمة , Cypermethrin ,Monocrotophos Chlorpyrifos وبالنسب الاتية 65.2 - 69.4 % ، 74.6- 78.0 % و 65.6- 69.8 % في ثمار الباميا على التوالي وبنسب 67.9 - 68.5 % ، 78.8 - 79.2 % و 65.6 - 67.3 في الباذنجان على التوالي . اوضح المشهداني (2010) ان المبيد Thiamethoxam انخفض تركيزه عند استخدام عملية التخليل بنسبة كبيرة بلغت 72% في عينات موعد الرشة الاولى لثمار الخيار عن تركيزه في الثمار بدون إجراء عملية تخليل، اذ وصل الانخفاض الى أدنى مستوى له بعد 14 يوماً من المعاملة ليبلغ التركيز عندها 0.02 ملغم / كغم وقد يعزى السبب الى ارتباط جزيئات المبيد مع الاحماض لتتحول الى مركبات اخرى.

ثالثا : مواد وطرق العمل Materials and Methods

نفذت التجربة في إحدى الحقول الزراعية التابعة لكلية الزراعة / جامعة كربلاء على محصول اللهانة *Brassica oleracea var*. capitata L. صنف Globe Master الصورة (9) ، اذ بلغت مساحة الارض المعدة للزراعة 25 × 5 م² ، تم تحضير التربة وفتحت السواقي ، ونقلت البادرات الى موقع التجربة بتاريخ 26 /12/ 2019 وبواقع ثلاثة خطوط (مروز) حيث بلغ طول الخط الواحد 23 م² أما المسافة بين خط واخر فبلغت 90 سم والمسافة بين بادرة واخرى 60 سم وأجريت جميع العمليات الزراعية من حراثة وتنظيف الحقل و إزاله الادغال والحشائش والتسميد الورقي. تم معاملة محصول اللهانة بالمبيدين Acetamiprid 20 % SP و Thiamethoxam 25 % WG جدول (1) بتاريخ 2020/5/4 بعد حدوث الاصابة الشديدة بحشرة مَنْ اللهانة ، اذ استعملت ثلاث مكررات وكل مكرر قسم الى خمس معاملات أربع منها للمبيدين وواحد للمقارنة (رشت بالماء المقطر فقط) ، تضمنت معاملات المبيدين : التركيز الموصى ، وضعف التركيز. تم اعتماد درجات الحرارة الصغرى والعظمى والرطوبة النسبية خلال شهر أيار سنة 2020 من قبل وزارة النقل ، الهياة العامة للأنواء الجوية (2021) كما في الملحق (1) .

استخدمت في عملية المكافحة (مرشة صغيرة سعة 2 لتر) لتجنب التداخل بين المبيدين في المعاملات الاخرى وكذلك السيطرة الدقيقة على معاملة أوراق النباتات المستهدفة ، وتم تعيير المرشة اذ كانت حصة كل معاملة (1 لتر) ، وزعت المعاملات بصورة عشوائية وعلى ثلاثة مكررات للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam وكالاتي :

A1 = المعاملة بمبيد Acetamiprid وبتركيز 0.5 غم / لتر وهي تمثل معاملة التركيز الموصى من قبل الشركة المنتجة .

A2 = المعاملة بمبيد Acetamiprid وبتركيز 1 غم / لتر وهي تمثل معاملة التركيز المضاعف (ضعف التركيز الموصى) .

A3= المعاملة بمبيد Thiamethoxam وبتركيز 0.3 غم / لتر وهي تمثل معاملة التركيز الموصى من قبل الشركة المنتجة .

A4 = المعاملة بمبيد Thiamethoxam وبتركيز 0.6 غم / لتر وهي تمثل معاملة التركيز المضاعف (ضعف التركيز الموصى) .

A5 = معاملة المقارنة (رشت بالماء المقطر فقط) .

صورة رقم (9) : تقسيم الحقل الى ثلاثة مكررات وموزعة عليها جميع المعاملات .

جدول (1) **المبيدات الكيميائية وتراكيزها المستخدمة في التجربة الحقلية**

Company	Dosage Rate / L.	Common Name	Trade Name	Codex Alimentrius MRL (mg/kg)
NIPON SODA Japan	0.5 g. 1.0 g.	Acetamiprid	Mospilan 20% SP	0.7
Agrochem Australia	0.3 g. 0.6 g.	Thiamethoxam	Tiam 25 % WG	5

3-1- قياس فاعلية المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam ضد حشرة مَنْ اللهانة :

شخصت حشرة مَنْ اللهانة من قبل الاستاذ المساعد الدكتور عقيل عدنان اليوسف اختصاص حشرات كلية الزراعة / جامعة البصرة ، تمت متابعة تطور الإصابة عن طريق تعليم 30 ورقة في ثلاثة مكررات وبواقع معاملتين للمبيدين وبالتركيز الموصى لكل مكرر وواحدة للمقارنة (ماء مقطر) (Palumbo،2006). وبعد حدوث الإصابة أجريت معاملة رش المبيدين حيث تمت عملية رش المبيدين في الصباح بتاريخ 2020/5/4 باستعمال مرشة يدوية سعة 2 لتر وتم حساب عدد حشرات مَنْ اللهانة من حوريات وبالغات مجنحة وغير مجنحة عن طريق المشاهدة العينية في الحقل قبل المعاملة وبعد (1 ، 3 ، 5) أيام من معاملة الرش . قدرت الكفاءة النسبية للمبيدين وفق معادلة Telton و Henderson،1955 :

$$\% \text{ لفاعلية المبيد} = 100\left(1 - \frac{\text{عدد أفراد الآفة بعد المعاملة} \times \text{عدد أفراد الآفة في المقارنة قبل المعاملة}}{\text{عدد أفراد الآفة قبل المعاملة} \times \text{عدد أفراد الآفة في المقارنة بعد المعاملة}}\right)$$

3-2- تحضير المادة القياسية ومنحني المعايرة للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam :

أخذ وزن 10 ملغم من المادة القياسية ووضعها في قنينة حجمية سعة 25 مل و إذابة المادة القياسية بالميثانول عالي النقاوة وإملاء القنينة الحجمية لحد العلامة حيث أصبح التركيز الابتدائي 400 ppm وباستخدام قانون التخفيف $C_1V_1 = C_2V_2$ حضرت أربعة تراكيز لكل مبيد حيث بلغت التراكيز المحضرة لمبيد Acetamiprid (50 ,75 ,100 , 125 ppm) أما التراكيز المحضرة لمبيد Thiamethoxam فهي (40 , 60 , 80 ppm , 20) وبعدها حُقنت هذه التراكيز في جهاز HPLC. استعملت ثلاثة مكررات في استخراج المعدل ورسم المنحني البياني للمحلول القياسي Calibration Curve والذي يمثل العلاقة بين تركيز المبيد ومساحة المثلث Peak area. و لمعرفة دقة الجهاز تم حقن

النموذج لتشخيص بقايا المبيد فيه ثم الاعتماد على زمن احتجاز المادة القياسية بعد مقارنتها مع الزمن الذي ظهر في النموذج (FDA،2018).

3-3- دراسة تلاشي المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam على اوراق اللهانة في ظروف الحقل المكشوف :

لأجل التحري عن بقايا المبيدين في أوراق اللهانة ، أخذت نماذج من الاوراق وفق ما مبين في الجدول (2) اذ يمثل النموذج في الموعد الواحد والمبيد الواحد 10 أوراق من كل معاملة ومن مستويات مختلفة من النبات وبأحجام مختلفة من أعلى ووسط وأسفل النبات من كل مكرر (EPA، 1998) . وضعت العينات المجموعة في اكياس بلاستيكية سوداء من البولي اثلين ، وأحكم غلقها وتم تعليمها ثم حفظت بالمجمدة بدرجة حرارة - 4 مْ ملحق (2) وذلك لتجنب أي عامل يؤثر على متبقيات كلا المبيدين ولحين أجراء التحاليل الخاصة بكشف وتقدير المبيدات بواسطة جهاز HPLC وكذلك اجراء العمليات الغذائية لأجل خفض تراكيزها (Chavarri وآخرون،2005 ; Sivaperumal واخرون،2015).

جدول (2) تواريخ وأوقات جمع عينات اوراق اللهانة بعد معاملته بالمبيد Acetamiprid وبالتركيز الموصى به (0.5 غم / لتر) وضعف التركيز (1 غم / لتر) وللمبيد Thiamethoxam بالتركيز الموصى به (0.3 غم / لتر ماء) وضعف التركيز (0.6 غم / لتر ماء) .

رقم العينة	أوقات ما بعد المعاملة (الوقت)	تأريخ جمع العينة
1	بعد المعاملة بساعة واحده	2020/5/4
2	بعد المعاملة بيوم واحد	2020/5/5
3	بعد المعاملة بيومين	2020/5/6
4	بعد المعاملة بثلاثة أيام	2020/5/7
5	بعد المعاملة بخمسة أيام	2020/5/9
6	بعد المعاملة بأسبوع	2020/5/11
7	بعد المعاملة بعشرة أيام	2020/5/14
8	بعد المعاملة بأسبوعين	2020/5/18
9	بعد المعاملة بثلاثة أسابيع	2020/5/25

3-3-1- التقدير الكمي والنوعي لبقايا المبيد Acetamiprid:

أخذ العينة Sampling :

استخرجت عينات اوراق اللهانة من المجمدة ثم تم تقطيعها من اجل الحصول على مزيج متجانس من كل عينة . وزن 10 غم من كل عينة متجانسة وخلطت جيدا . استعملت طريقة الباحث Nwasa واخرون (2015) للاستخلاص والتنقية وتتلخص الطريقة كالاتي :

1- الاستخلاص Extraction :

تم استخلاص النموذج بواسطة مزيج من المذيبات وهي

(Ethyl acetate + Dichloromethane + Acetone) وحسب النسب (2 : 8 : 10 مل) على التوالي وللتخلص من اللون استخدمت مواد ماصة مختلفة مثل الكاربون (الفحم) المنشط وال (florisil) سلكيات المغنسيوم المنشط . ومن ثم نقلت العينات الى جهاز الموجات الصوتية لغرض تكسير النموذج ملحق (3) لمدة 5 دقائق قبل ان تنقل الى جهاز الطرد المركزي ملحق (

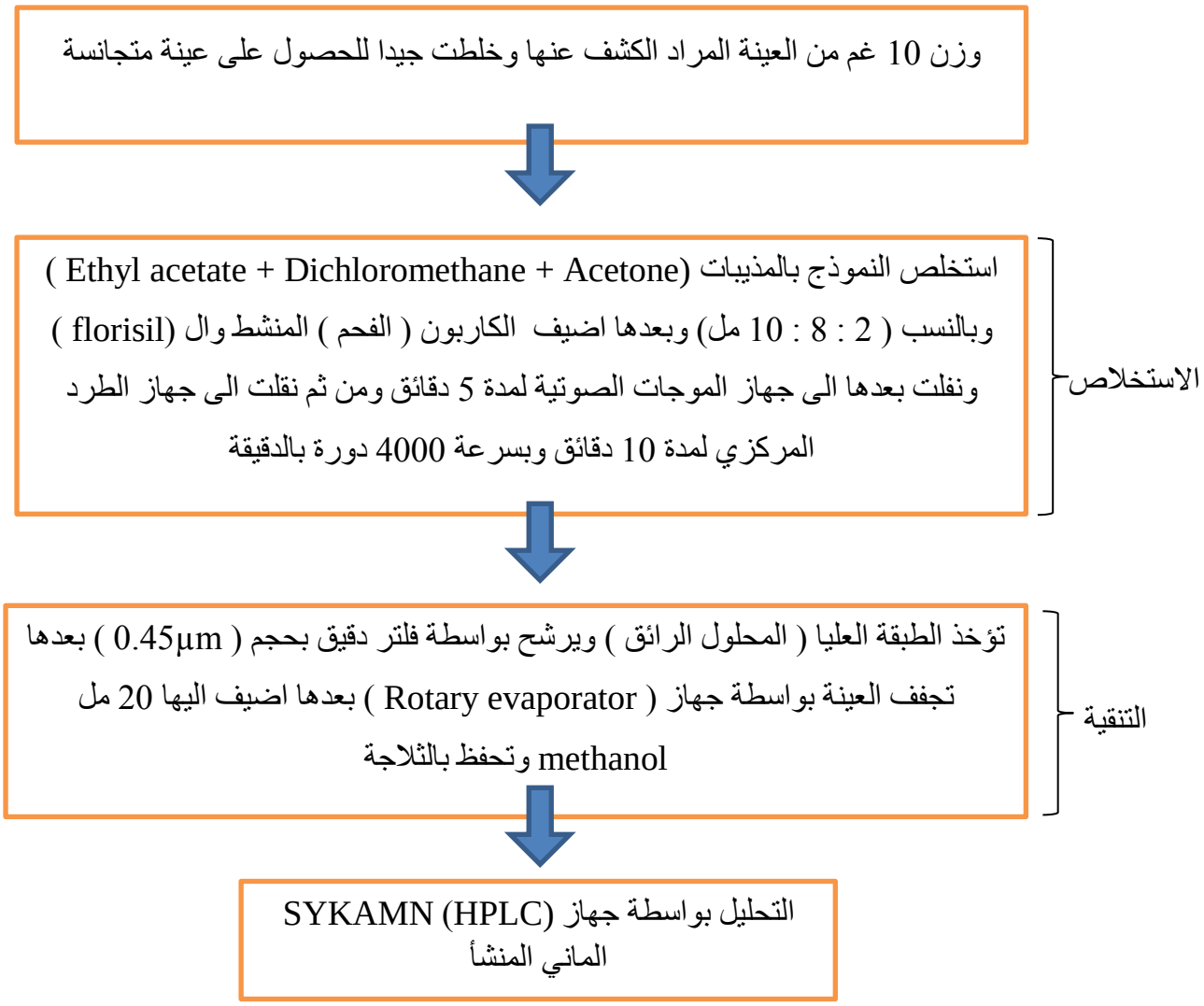
4) لمدة 10 دقائق وبمعدل سرعة 4000 دورة بالدقيقة نتج عن عملية الطرد المركزي ثلاث طبقات الطبقة العليا تمثل المبيد مع المذيب (محلول رائق) اما الطبقة الوسطى فتمثل الالياف والطبقة المترسبة السفلى تمثل بقايا انسجة الاوراق .

2- التنقية Purification :

أخذت الطبقة العليا من المحلول الناتج من العملية السابقة وتم ترشيحه بإمراره خلال فلتر دقيق بحجم (0.45µm) لإزالة الشوائب ملحق (5) ومن ثم جففت العينة باستخدام جهاز المبخر الدوار (Rotary evaporator) للتخلص من جميع المذيبات ملحق (6) بعدها أضيف اليها 20 مل methanol وحفظت بالثلاجة لحين اجراء التحليل (Nwasa واخرون،2015).

3- الكشف والتحليل Detection And Analyses :

أجري الكشف و التحليل بمختبرات وزارة العلوم والتكنلوجيا / دائرة البيئة والمياه للكشف عن بقايا مبيد Acetamiprid في عينات الاوراق وتربة المحصول باستخدام جهاز كروموتوغرافيا السائل عالي الكفاءة (HPLC SYKAMN) الماني المنشأ ملحق (7) . حيث استخدم الطور الناقل ميثانول : ماء مقطر بنسبة 90 : 10 مل بمعدل جريان 1.2 مل / دقيقة واستخدم عمود الفصل C_{18} – ODS 25 cm * 4.6 mm بينما استعمل كاشف الاشعة فوق البنفسجية بطول موجي 254 نانومتر . بينما كانت درجة الحموضة (PH) هي 7.0 . ودرجة حرارة الفرن 37 مْ ، اما كمية العينة المحقونة 100 مايكرو ليتير . والشكل (10) يوضح تلخيص خطوات عمل طريقة QuEChERS في استخلاص وتنقية المبيد .



شكل (10) خطوات عمل طريقة QuEChERS في استخلاص وتنقية مبيد Acetamiprid
(Nawas واخرون،2015)

3-3-2- التقدير الكمي والنوعي لبقايا المبيد Thiamethoxam :

أخذ العينة Sampling :

أجريت نفس العملية في الفقرة أعلاه الخاصة بمبيد Acetamiprid من أجل الحصول على مزيج متجانس من كل عينة . استعملت طريقة الباحث Suganthi واخرون (2018) للاستخلاص والتنقية وتتلخص الطريقة كالاتي :

1- الاستخلاص Extraction :

خلطت (10 غم) من النموذج مع 10 مل من (CH_3CN) اسيتونايترول Acitonitrol بواسطة جهاز ال Vortex لرج المحلول ملحق (8) ولمدة 20 دقيقة من اجل تجانس العينة . وضعت العينة في قارورة حجمية (Volumetric flask) سعة 50 مل وأضيف اليها 4 غم من كبريتات المغنسيوم الإمائية $MgSo_4$ و 1 غم من (NaCl) كلوريد الصوديوم لسحب الماء الزائد ولتعديل حموضة الخليط واستعمل جهاز ال Vortex من اجل امتزاج العينة مع المركبات الكيميائية المضافة وبعدها نقل الخليط الى جهاز الطرد المركزي لمدة 10 دقيقة وبمعدل 6000 دورة بالدقيقة لغرض عملية الفصل ، نتج عن عملية الطرد المركزي ثلاث طبقات الطبقة العليا تمثل المبيد مع المذيب (محلول رائق) اما الطبقة الوسطى فتمثل الالياف والطبقة المترسبة السفلى تمثل بقايا انسجة الاوراق . نقل 6 مل من المحلول الرائق (المبيد مع المذيب) الى انبوبة اختبار test tube سعة 15 مل تحتوي على 100 ملغرام من (PSA) Primary Secondary Amen لسحب الرطوبة من المحلول و 600 ملغرام من كبريتات المغنسيوم الإمائية $MgSo_4$ لإزالة الاحماض والسكريات والدهون واستعمل جهاز ال Vortex لمدة دقيقة واحدة وبعدها عرض الخليط لجهاز الطرد المركزي لمدة 10 دقائق وبمعدل 3000 دورة في الدقيقة .

2- التنقية Purification :

أخذ 2 مل من المحلول الناتج من العملية السابقة وتم ترشيحه بإمراره خلال قرص فلترة دقيق(Syringe filter 0.2 µm HPLC) ومن ثم نقل الى قوارير مختبرية صغيرة Vial tube سعة 1.5 مل خاصة بجهاز كروموتوغرافيا السائل عالي الكفاءة وتحفظ بالثلاجة لحين اجراء الكشف والتحليل فيما بعد (Suganthi واخرون،2018).

3- الكشف والتحليل Detection And Analyses :

استعمل جهاز كروموتوغرافي السائل عالي الكفاءة (HPLC) SYKAMN الماني المنشأ للتحليل والكشف عن مبيد Thiamethoxam في الاوراق اضافة الى تربة المحصول ، حيث الطور الناقل ماء مقطر : اسيتونترايل 30 : 70 مل وبمعدل جريان 0.7 مل / دقيقة بينما كانت درجة الحموضة (PH)هي 7.0 ، استعمل عمود الفصل C_{18} – ODS (25 cm * 4.6 mm) عند الطول الموجي لكاشف الجهاز (كاشف للأشعة فوق البنفسجية) 290 نانومتر . ودرجة حرارة الفرن هي 37 مْ ، اما كمية العينة المحقونة هي 100 مايكرو ليتر . والشكل (11) يوضح تلخيص خطوات عمل طريقة QuEChERS في استخلاص وتنقية المبيد .

شكل (11) خطوات عمل طريقة QuEChERS في استخلاص وتنقية مبيد Thiamethoxam (Suganthi واخرون،2018)

3-4- كفاءة الاسترجاع :

وزن 10 غم من أوراق اللهانة خالية من المبيد وأضيف اليه مبيد بتركيز (50 ppm) وأجريت عليه عملية الاستخلاص حسب الطريقة المذكورة في عملية الاستخلاص واجريت عملية التحليل حسب الظروف الموصوفة . وجد احتواء النموذج على تركيز (46 ppm) لمبيد

Acetamiprid و (44.2 ppm) لمبيد Thiamethoxam (Anastassiades واخرون،2003).

3-5- العمليات الغذائية المستخدمة لتقليل أو إزالة بقايا المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam :

استخدمت بعض الطرق من العمليات الغذائية من أجل تقليل بقايا المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam في عينات أوراق اللهانة وبالتركيزين الموصى بهما (0.5 غم / لتر ماء ،0.3 غم / لتر ماء) على التوالي بعد ساعة واحده من المعاملة وكالاتي :

أ :- الغسل بماء الحنفية والصابون :

1- غسلت أوراق اللهانة بماء الحنفية فقط ولمدة دقيقة واحده وبعدها وضعت بأكياس البولي أثلين (نايلون) وحفظت بالمجمدة بدرجة – 4 مْ حتى أجراء التحليل فيما بعد .
2- غسلت أوراق اللهانة بماء الحنفية لمدة دقيقة واحدة ومن ثم بالصابون السائل (سائل غسل الاواني) أيضا لمدة دقيقة واحدة مع الدعك المستمر وبعدها وضعت بأكياس البولي أثلين (نايلون) وحفظت بالمجمدة بدرجة – 4 مْ حتى أجريت التحاليل فيما بعد.
3- وضعت أوراق اللهانة المعاملة بكلا المبيدين وبالتركيزين الموصى بهما بدون إجراء عملية غسل وحفظت بالمجمدة حتى إجراء التحليل فيما بعد
(العزاوي،1988 و Randhawa واخرون،2008).
4- وضعت أوراق اللهانة بدون إجراء معاملة لها بالمبيدين (معاملة مقارنة) وحفظت بالمجمدة حتى أجراء التحليل فيما بعد .

ب :- الغمر بالمحاليل الملحية NaCl

1- غمرت أوراق اللهانة بمحلول ملحي تركيز 5 % ولمدة نصف ساعة ومن ثم غسلت بماء الحنفية ووضعت بأكياس وحفظت بالمجمدة .
2- غمرت أوراق اللهانة بمحلول ملحي بتركيز 10 % ولمدة ساعة ومن ثم غسلت بماء الحنفية ووضعت بأكياس وحفظت بالمجمدة .
3- وضعت أوراق اللهانة المعاملة بكلا المبيدين والتركيزين الموصى بهما بدون إجراء عملية غسل وحفظت بالمجمدة حتى إجراء التحليل فيما بعد

(Randhawa واخرون،2008 و Geetanjali, واخرون،2009).

4- وضعت أوراق اللهانة بدون إجراء معاملة لها بالمبيدين (معاملة مقارنة) وحفظت بالمجمدة حتى إجراء التحليل فيما بعد .

ج :- الغمر بالمحاليل الكيميائية

1- مادة بيكاربونات الصوديوم :- غمرت أوراق اللهانة المعاملة بالمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam وبالتركيزين الموصى بهما (0.5 غم / لتر ماء و0.3 غم / لتر ماء) على التوالي لمدة 10 دقائق بمادة بيكاربونات الصوديوم ($NaHco_3$) والمعروفة بصودا الخبز .
تم تحضير المحلول من إذابة 10 ملغم من بيكاربونات الصوديوم في لتر ماء ومن ثم غسلت الاوراق بماء الحنفية ووضع في اكياس وحفظت بالمجمدة (Cui واخرون،2007).

2- مادة برمنغنات البوتاسيوم :- غمرت أوراق اللهانة المعاملة بالمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam وبالتركيزين الموصى بهما (0.5 غم / لتر ماء و0.3 غم / لتر ماء) على التوالي لمدة 5 دقائق بمادة برمنغنات البوتاسيوم ($KMno_4$) وبتركيز 200 نانو غرام / لتر ماء تم تحضير المحلول من إذابة 0.0002 ملغم من ($KMno_4$) في لتر ماء ومن ثم غسلت الاوراق بماء الحنفية ووضع في اكياس وحفظت بالمجمدة
(Keikotlhaile واخرون،2010) .

د :- الغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي

1- غمرت أوراق اللهانة بمحلول الخل الصناعي (حامض الخليك) ولمدة خمسة أيام وبعدها وضعت بأكياس النايلون وحفظت بالمجمدة لحين إجراء التحليل .

2- غمرت أوراق اللهناة بالمحلول الملحي (NaCl) تركيز 50 غم / لتر ماء ولمدة 5 أيام ومن ثم غمرت بالخل الصناعي (حامض الخليك) ولمدة 10 أيام وبعدها وضعت بأكياس نايلون وحفظت بالمجمدة (العزاوي، 1988).

3- غمرت أوراق اللهانة بالمحلول الملحي (NaCl) تركيز 100 غم / لتر ماء ولمدة 10 أيام ومن ثم غمرت بالخل الصناعي (حامض الخليك) ولمدة 5 أيام وبعدها وضعت بأكياس نايلون وحفظت بالمجمدة (العزاوي، 1988).

4- وضعت أوراق اللهانة بدون إجراء معاملة لها بالمبيدين (معاملة مقارنة) وحفظت بالمجمدة حتى إجراء التحليل فيما بعد .

3-6- التحليل الاحصائي للتجارب :

صممت التجارب المختبرية على وفق التصميم العشوائي الكامل Complete Randomized Design (CRD) بينما نفذت تجربة عامليه باستخدام تصميم القطاعات العشوائية الكاملة Factorial Experiment Conducted in a R.C.B.D للتجارب الحقلية ، وتم مقارنة النتائج باستعمال أقل فرق معنوي LSD عند مستوى احتمالية 0.05 ، واستعمل لغرض التحليل الاحصائي برنامج Statistical Analysis System (SAS) . (Arthur، 2013) .

رابعا : النتائج والمناقشة Results and Discussion :

4-1- تقييم فاعلية المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam ضد حشرة مَنْ اللهانة :

يتضح من الجدول (3) ان للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam تأثيرا في نسبة القتل لبالغات حشرة مَنْ اللهانة ، اذ تفوق المبيد الاول معنويا على المبيد الثاني وبنسبة قتل بلغت 86.72 % . وتحققت أعلى نسبة قتل والبالغة 99.91 % بعد اليوم الخامس من المعاملة والتي لم تختلف معنويا عن اليوم الثالث والبالغة 99.34 % . أشارت نتائج دراسات قياس الفعالية على حوريات حشرة مَنْ اللهانة تفوق مبيد Acetamiprid في احداث اعلى نسب القتل 83.64 % . كما ويلاحظ ان نسبة القتل زادت بعد اليوم الخامس من المعاملة اذ بلغت 99.94 % متفوقة معنويا على نسبة القتل بعد يوم واحد من المعاملة والبالغة 45.78 % جدول (4). بينت الدراسة التي اجريت من قبل Arif واخرون (2012) لمقارنة خمسة مبيدات (Acetamiprid , Carbosulfan , Imiadacloprid , Nitenpyram, Profenofos) ضد حشرات المَنْ على نبات السلجم (*Brassica napus*) خلال العامين 2010 و 2011 ، اذ اظهرت نتائج السنة الاولى تفوق المبيدين Acetamiprid و Carbosulfan حيث سببا اعلى انخفاض بنسبة 97 % يليهما Nitenpyram بنسبة 92.6 % ، بينما كان Profenofos و Imiadacloprid اقل فعالية نسبيا وبنسب 82.6 و 81.3 % على التوالي ، مع ذلك تسببت جميع المبيدات بنسبة قتل بلغت 80 % في اعداد حشرات المن بعد 72 ساعة من المعاملة ، هذا وتفوق المبيدان Acetamiprid و Carbosulfan ايضا في السنة الثانية على بقية المبيدات قيد الدراسة. وجد الباحثين Mohmmadali واخرون (2019) عند دراسة مقارنة عدد من المبيدات التابعة لمجموعة النيونكوتينويد (Imiadacloprid , Thiamethoxam , Thiacloprid و Diafenthuron) ضد حشرة الذبابة البيضاء *Bemisia tabaci* على نبات الباذنجان تحت ظروف البيوت البلاستيكية فعالية المبيدات حسب طريقة المعاملة اذ تفوقت المعالجة الورقية لمبيد Thiamethoxam و Thiacloprid بكفاءة بلغت 79.24 % و 76.11 % على التوالي تليها معالجة التربة بمبيد Thiamethoxam بنسبة 46.13 %. على الرغم من ذلك فان فعالية المبيدات الحشرية زادت بعد 14 يوما من المعاملة وتفوقت المعاملة الورقية لمبيد Thiamethoxam بإحداث أعلى كفاءة قتل بلغت 89.06 % .

جدول (3) الكفاءة النسبية للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam ضد بالغات حشرة مَنْ اللهانة.

المعاملات	تركيز المبيد غم / لتر	الكفاءة النسبية			معدل المعاملات
		بعد يوم واحد	بعد ثلاثة أيام	بعد خمسة أيام	
Acetamiprid	0.5	61.10	99.23	99.84	86.72
Thiamethoxam	0.3	47.31	99.45	99.97	82.24
معدل الايام		54.21	99.34	99.91	
L.S.Dα0.05		المعاملات	الايام	التداخل	
		1.5002	1.8373	2.5984	

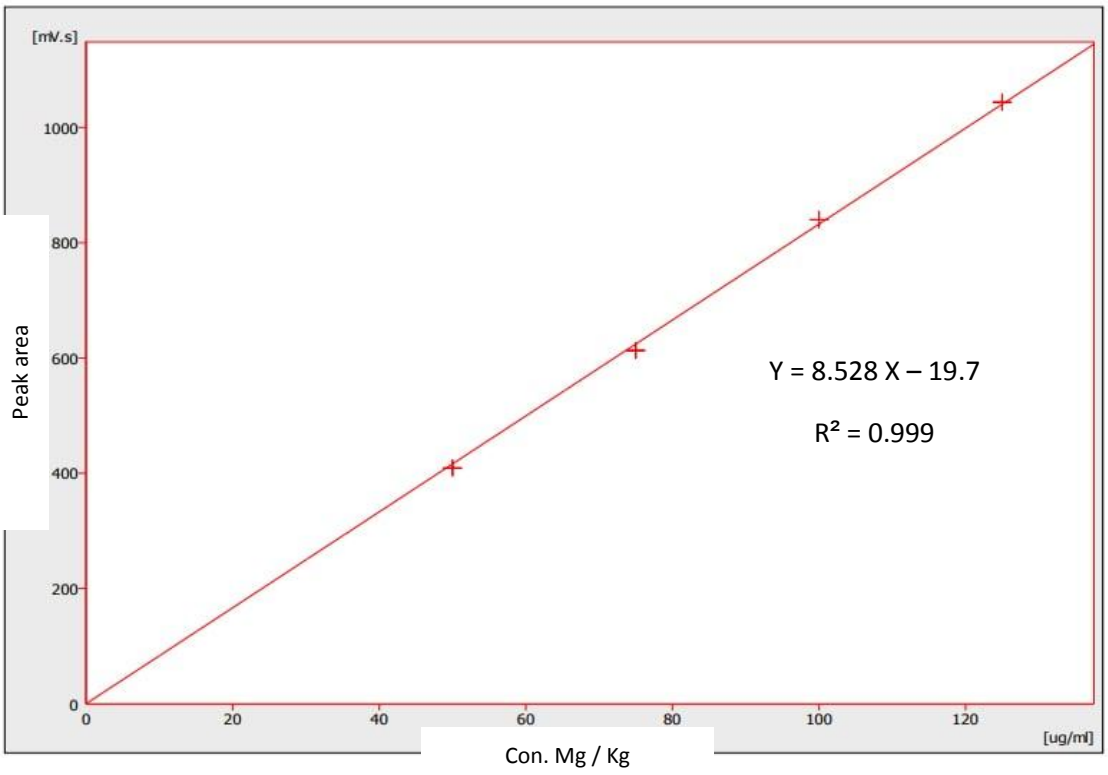
جدول (4) الكفاءة النسبية للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam ضد حوريات حشرة من اللهانة.

المعاملات	تركيز المبيد غم / لتر	الكفاءة النسبية			معدل المعاملات
		بعد يوم واحد	بعد ثلاثة أيام	بعد خمسة أيام	
Acetamiprid	0.5	55.40	95.53	100	83.64
Thiamethoxam	0.3	36.16	95.97	99.88	77.34
معدل الايام		45.78	95.75	99.94	
L.S.Dα0.05		المعاملات	الايام	التداخل	
		4.5141	5.5287	7.8187	

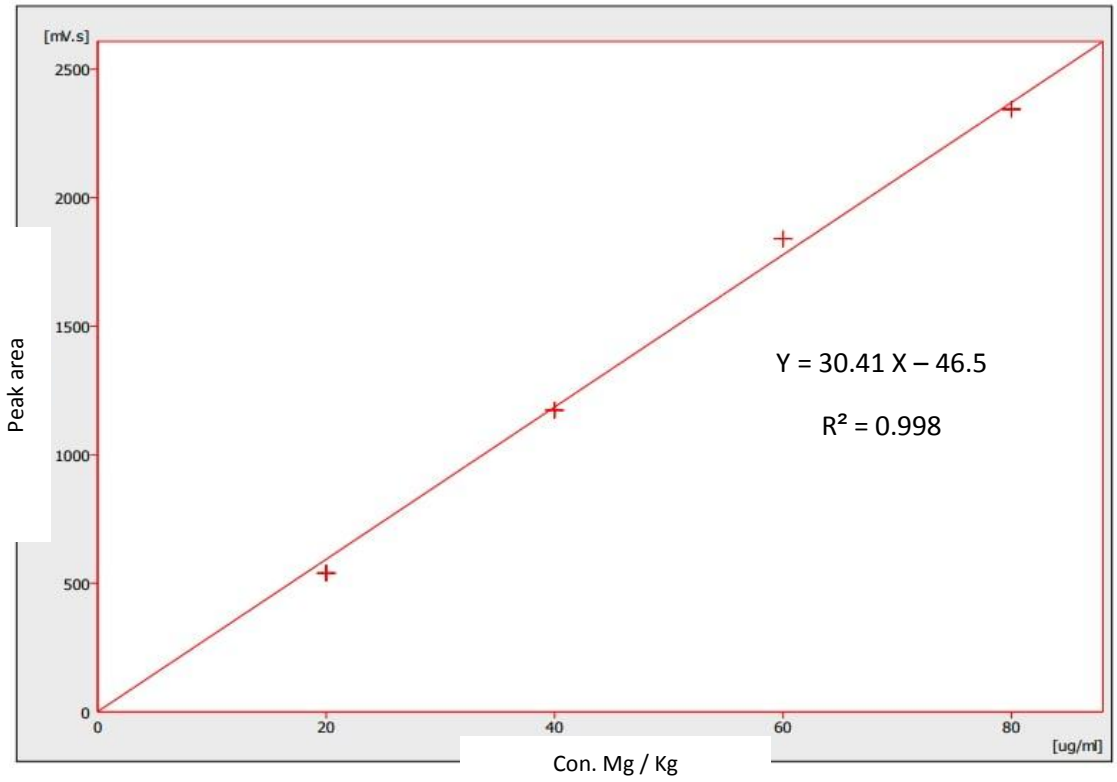
4-2- تحضير المنحني القياسي :

أخذت مجموعة من تراكيز المحاليل القياسية للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam وهي (50، 75 ، 100 ، 125) و (20 ، 40 ، 60 ، 80) ملغم / لتر على التوالي لأجل تحضير المنحني القياسي . وحقنت مباشرة في جهاز (HPLC) . ومن ثم رسم العلاقة البيانية بين مساحة القمة (peak area) على المحور الصادي وتراكيز المبيدين على المحور السيني بوحده ملغم / لتر للحصول على علاقة خطية للمبيدين وكالاتي

استعملت منحنيات المعايرة القياسية الخارجية من أجل المعايرة للتقويم الكمي كما في الشكلين (12 و 13) ملحق (9 و 10) . حصل أفضل توافق لمعادلة الخط المستقيم ومن الدرجة الاولى والتي كانت خطية مع معامل التصحيح (R^2) 0.999 لمبيد Acetamiprid و 0.998 لمبيد Thiamethoxam ، وهذا يدل على دقة تحضير المادة القياسية وتحديد زمن احتجازها .



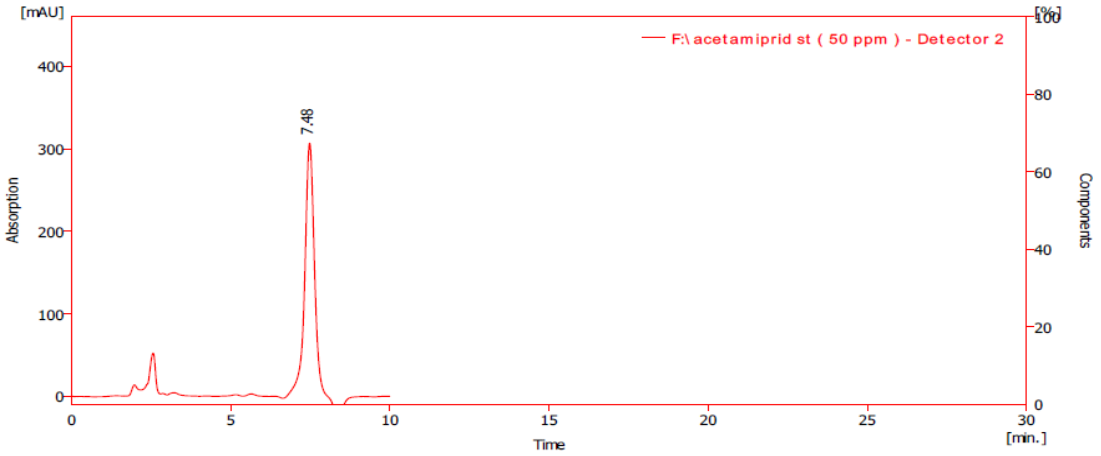
شكل (12) : المنحني القياسي للمبيد Acetamiprid ملحق (9).



شكل (13) : المنحني القياسي للمبيد Thiamethoxam ملحق (10).

3-4- دراسة تلاشي متبقيات مبيد Acetamiprid في اوراق محصول اللهانة :

تم حقن المادة القياسية الخاصة بمبيد Acetamiprid وبتركيز 50 ملغم / لتر في جهاز HPLC والذي اظهر المنحني الخاص به عند الوقت (7.48 دقيقة) واستعمل كمؤشر للكشف عن المادة الفعالة الموجودة في المبيد للعينات المأخوذة في المدد الزمنية المختلفة وكذلك للعينات التي أجريت عليها العمليات الغذائية شكل (14) ملحق (11).



Result Table (Uncal - F:\acetamiprid st (50 ppm) - Detector 2)

	Reten. Time [min]	Area [mAU.s]	Height [mAU]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]	Compound Name
1	7.480	409.907	61.651	100.0	100.0	0.12	
	Total	409.907	61.651	100.0	100.0		

شكل (14) منحني المادة القياسية للمبيد Acetamiprid بتركيز 50 ملغم / لتر ملحق (11).

اذ يلاحظ من دراسة تلاشي مبيد Acetamiprid ولمدة 21 يوما كما في الجدول (5) والملحق (12) الخاص بمنحني تلاشي المبيد في اوراق اللهانة وبالتركيزين الموصى 0.5 غم / لتر وضعف التركيز 1 غم / لتر احتواء اوراق نبات اللهانة على تركيز عالٍ من المبيد بعد المعاملة بساعة واحدة وهو 88.93 ملغم / كغم للتركيز الموصى و 113.90 ملغم / كغم لضعف التركيز ، ثم بدا تركيز المبيد بالانخفاض لحين الوصول الى التركيز 3.70 ملغم / كغم في اليوم العاشر وبعدها لم يتحسس جهاز HPLC لأي تركيز للأوراق المعاملة بالتركيز الموصى بينما وصل الانخفاض في تركيز المبيد الى 3.13 ملغم / كغم بعد 14 يوماً من الرش للأوراق المعاملة بضعف التركيز ولم يتحسس الجهاز لأي تركيز بعد 21 يوماً من المعاملة . اوضح Lee واخرون (2019) عند دراستهم لمتبقيات Acetamiprid على محصول اللهانة الصيفية في ان المبيد وصل الى تركيز 0.11 ملغم / كغم على اوراق النبات بعد 14 يوماً من المعاملة . أشار Lazic واخرون (2017) الى انخفاض تركيز Acetamiprid من 0.31 الى 0.09 ppm بعد 14 يوماً بنسبة تحلل 69.85 % في ثمار الكرز. ذكر Park واخرون (2011) تلاشى مبيد Acetamiprid على ثمار الكوسا بعد 7 أيام من التطبيق اذ كانت الكوسا معاملة بالجرعة الموصى بها ، قد يعود هذا الى أن المبيد يمتص من سطح النبات او يتعرض لعوامل بيئية مثل الرياح والشمس وايضا الامطار (Keikothlaile وSpanoghe، 2011) .قام علي (2018)

برش نبات الطماطم بمبيد Acetamiprid بتركيز أعلى من الموصى به 300 و 400 ppm ووجد ان متبقي المبيد عند الرش بتركيز 300 ppm كان أقل من الحد المسموح به بينما وجد في تركيز 400 ppm كان متبقي المبيد أعلى من الحد المسموح به بعد 15 يوماً. اشارت هيئة الدستور الغذائي Codex Alimentrius (2021) الى ان الحد الاقصى لبقايا هذا المبيد على محصول اللهانة تبلغ 0.7 ملغم / كغم . وبناءً على النتائج التي تم الحصول عليها في الدراسة واعتماداً على الحد الذي حددته هيئة الدستور الغذائي فان تلاشي المبيد ووصوله الى مدة الامان او كما تسمى مدة ما قبل الحصاد Pre Harvest Interval هي قبل 14 يوما .

جدول (5) تلاشي كميات المبيد Acetamiprid (ملغم / كغم) من اوراق اللهانة المعاملة باستعمال التركيز الموصى به وضعف التركيز .

الوقت (اليوم)	كميات المبيد في اوراق اللهانة (ملغم / كغم)		معدل الوقت (اليوم)
	تركيز موصى (0.5 غم / لتر ماء)	ضعف التركيز (1 غم / لتر ماء)	
بعد ساعة واحدة	88.93	113.90	101.41
بعد يوم واحد	72.00	93.93	82.96
بعد يومين	55.53	81.90	68.71
بعد 3 ايام	42.63	67.80	55.21
بعد 5 ايام	22.20	48.70	35.45
بعد 7 ايام	9.00	31.10	20.05
بعد 10 ايام	3.70	11.23	7.46
بعد 14 يوماً	0.00	3.13	1.56
بعد 21 يوماً	0.00	0.00	0.00
معدل التراكيز	32.66	50.18	
L.S.Dα0.05	الوقت (اليوم)	كميات المبيد	التداخل
	1.8244	0.8601	2.5802

4-4- كفاءة الاسترجاع :

استعملت طريقتي الاستخلاص المستخدمة للمبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam لتحديد مخلفات المبيدات في تقويم كفاءة الاستخلاص في محصول اللهانة وحسب قانون الاسترجاع % = (المتبقي / الكلي) * 100 وبذلك تراوحت نسبة الاسترداد 92 % لمبيد Acetamiprid و 88.4 % لمبيد Thiamethoxam ، وهذا ما يتفق مع المشهداني (2010) في دراسته حول تقدير متبقيات مبيد Thiamethoxam على الخيار، اذ أشار الى ان نسبة الاسترداد بلغت 85 – 90 % . وهذا يدل على كفاءة الطريقتين في السماح بتحديد ومقارنة المبيد الموجود في العينات .

4-5- تأثير استخدام العمليات الغذائية على إزالة مبيد Acetamiprid :

أشارت نتائج التخلص او التقليل من متبقيات مبيد Acetamiprid التي استعملت لمكافحة حشرة مَنْ اللهانة من اوراق محصول اللهانة كما في الجدول (6) وكما يلي :-

1- الغسل بماء الحنفية والصابون :

أ- الغسل بماء الحنفية فقط : أدى غسل اوراق اللهانة بماء الحنفية ولمدة دقيقة واحدة الى ازالة 67.50 % من متبقيات المبيد حيث وصل تركيزه الى 28.90 ملغم / كغم بعد ان كان 88.93 ملغم / كغم .

ب- الغسل بماء الحنفية والصابون السائل : أدى غسل اوراق اللهانة بماء الحنفية مع استخدام الصابون السائل ولمدة دقيقة واحدة مع الدعك المستمر ازالة 69.97 % اذ كان تركيزه 26.70 ملغم / كغم بعد ان كان تركيزه 88.93 ملغم / كغم .

2- الغمر بالمحاليل الملحية Nacl :

أ- محلول ملحي 5 % : ازالت عملية غمر اوراق اللهانة بالمحلول الملحي بتركيز 50 غم / لتر ولمدة نصف ساعة 76.38 % اذ وصل تركيزه 21.00 ملغم / كغم بعد ان كان 88.93 ملغم / كغم .

ب- محلول ملحي 10 % : ازالت عملية غمر اوراق اللهانة بالمحلول الملحي بتركيز 100 غم / لتر ولمدة ساعة بنسبة 85.83 % اذ وصل تركيزه 12.60 ملغم / كغم بعد أن كان 88.93 ملغم / كغم .

3- الغمر بالمحاليل الكيمائية :

أ- مادة بيكربونات الصوديوم ($NaHCO_3$) : سببت عملية غمر اوراق اللهانة بمحلول بيكربونات الصوديوم ولمدة 10 دقائق الى ازالة 84.67 % اذ وصل تركيزه الى 13.63 ملغم / كغم من اصل 88.93 ملغم / كغم .

ب- مادة برمنغنات البوتاسيوم ($kMno_4$) : ازالت عملية غمر اوراق اللهانة بمحلول برمنغنات البوتاسيوم ولمدة 5 دقائق الى ازالة 85.57 % اذ وصل تركيزه الى 12.83 ملغم / كغم من اصل 88.93 ملغم / كغم .

4- الغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي :

أ- محلول الخل الصناعي (حامض الخليك) : ازالت عملية غمر اوراق اللهانة بمحلول حامض الخليك ولمدة خمسة ايام نسبة 69.79 % اذ وصل تركيزه الى 26.86 ملغم / كغم من اصل 88.93 ملغم / كغم .

ب- محاول ملحي تركيز 50 غم / لتر ولمدة 5 أيام وبعدها غمرت بالخل الصناعي (حامض الخليك) لمدة 10 أيام : ازالت هذه العملية نسبة 82.23 % اذ وصل تركيزه الى 15.80 ملغم / كغم من اصل 88.93 ملغم / كغم .

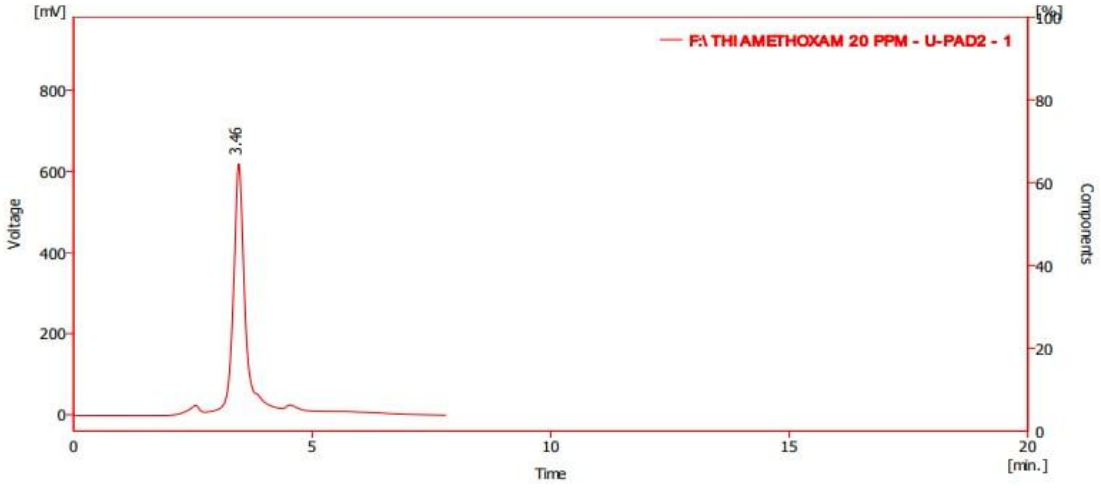
ت- محاول ملحي تركيز 100 غم / لتر ولمدة 10 أيام وبعدها غمرت بالخل الصناعي (حامض الخليك) لمدة 5 أيام : ازالت هذه العملية نسبة 88.41 % اذ وصل تركيزه الى 10.30 ملغم / كغم من اصل 88.93 ملغم / كغم .

جدول (6) كفاءة طرق التخلص من متبقيات مبيد Acetamiprid من اوراق اللهانة باستعمال التركيز الموصى 0.5 غم / لتر .

طرق التخلص من متبقيات مبيد Acetamiprid	الكميات المتبقية من المبيد مقدرة بـ ملغم / كغم
الغسل بماء الحنفية فقط	28.90
الغسل بماء الحنفية والصابون السائل	26.70
محلول ملحي 5 %	21.00
محلول ملحي 10 %	12.60
مادة بيكربونات الصوديوم ($NaHCO_3$)	13.63
مادة برمنغنات البوتاسيوم ($kMno_4$)	12.83
محلول الخل الصناعي (حامض الخليك)	26.86
محاول ملحي تركيز 50 غم / لتر← 5أيام وبعدها بالخل الصناعي ←10 أيام	15.80
محاول ملحي تركيز 100 غم / لتر← 10 أيام وبعدها بالخل الصناعي← 5 أيام	10.30
L.S.Dα0.05	**1.2508**

4-6- دراسة تلاشي متبقيات مبيد Thiamethoxam في اوراق محصول اللهانة :

حقنت المادة القياسية الخاصة بمبيد Thiamethoxam وبتركيز 20 ملغم / لتر في جهاز HPLC والذي اظهر المنحني الخاص به عند الوقت (3.46 دقيقة) حيث استعمل كمؤشر للكشف عن المادة الفعالة الموجودة في المبيد للعينات المأخوذة في الفترات الزمنية المختلفة وكذلك للعينات التي أجريت عليها العمليات الغذائية شكل (15) ملحق (13).



Result Table (Uncal - F:|THIAMETHOXAM 20 PPM - U-PAD2 - 1)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]	Compound Name
1	3.460	539.352	121.368	100.0	100.0	0.08	
	Total	539.352	121.368	100.0	100.0		

شكل (15) منحني المادة القياسية للمبيد Thiamethoxam بتركيز 20 ملغم / لتر ملحق (13)

اذ يلاحظ من دراسة تلاشي مبيد Thiamethoxam بعد 21 يوما من المعاملة جدول (7) والملحق (14) الخاص بمنحني تلاشي المبيد في اوراق اللهانة وبالتركيزين الموصى 0.3 غم / لتر وضعف التركيز 0.6 غم / لتر احتواء الاوراق على تركيز عالٍ من المبيد بعد المعاملة بساعة واحدة وهو 80.23 ملغم / كغم للتركيز الموصى و 105.50 ملغم / كغم لضعف التركيز ، وبعدها بدا الانخفاض بتركيز المبيد للمدد الزمنية التالية اذ وصلت كمية المبيد وللتركيزين الموصى وضعف التركيز لليوم السابع الى 23.23 ملغم / كغم و 13.90 ملغم / كغم على التوالي بعدها لم يتحسس جهاز HPLC ولكلا التركيزين . لاحظ الباحثين Hafez و Singh (2016) عند دراستهما مبيد Thiamethoxam على ثمار نبات الطماطم وللمدد الزمنية (0 ، 1 ، 3 ، 5 ، 7 ، 10 و 15 يوما) بعد المعاملة ، اذ وجد بان تراكيز المبيد بعد ساعة من المعاملة كانت 0.11 و 0.18 ملغم / كغم للتركيزين الموصى وضعف التركيز على التوالي واستمر التلاشي للمبيد حتى 7 أيام بتركيز 0.01 ملغم / كغم وبعدها لم يتحسس الجهاز لأي تركيز عند اليوم العاشر للتركيز الموصى به ، اما لضعف التركيز فوصل تركيز المبيد 0.01 ملغم / كغم عند اليوم العاشر وبعدها لم يتحسس الجهاز لأي تركيز . بينت الدراسة التي اجرها Karmakar و Kulshrestha (2009) لمتبقيات مبيد Thiamethoxam على نبات الطماطم وللاوقات (3 ساعة ، 1 ، 3 ، 5 ، 7 ، 10 و15 يوما) ان تراكيز المبيد بعد المعاملة ب 3 ساعات كانت

0.182 و 0.303 ملغم / كغم للتركيزين الموصى وضعفه على التوالي . واستمر التلاشي اذ وصلت نسبة التدهور الى 82 % و88 % لليوم العاشر بينما وصل الانخفاض الى ما دون التحسس في اليوم الخامس عشر. بين Lee واخرون (2008) ان نصف عمر مبيد Thiamethoxam 2.3 يوم بالتركيز الموصى به و 3.5 بتركيز الضعف على المجموع الخضري لنبات اللهانة الصينية المزروعة تحت ظروف الزراعة المحمية . اشارت هيئة الدستور الغذائي Codex Alimentrius (2021) الى ان الحد الاقصى لبقايا هذا المبيد على محصول اللهانة تبلغ 5 ملغم / كغم . وبناءً على النتائج التي تم الحصول عليها في الدراسة واعتماداً على الحد الذي حددته هيئة الدستور الغذائي فان تلاشي المبيد ووصوله الى مدة الامان او كما تسمى مدة ما قبل الحصاد Pre Harvest Interval هي قبل 10 أيام .

جدول (7) تلاشي كميات المبيد Thiamethoxam (ملغم / كغم) من اوراق اللهانة المعاملة باستعمال التركيز الموصى به وضعف التركيز .

الوقت (اليوم)	كميات المبيد في اوراق اللهانة (ملغم / كغم)		معدل الوقت (اليوم)
	تركيز موصى 0.3 غم / لتر ماء	ضعف التركيز 0.6 غم / لتر ماء	
بعد ساعة واحدة	80.23	105.50	92.86
بعد يوم واحد	64.80	100.43	82.61
بعد يومين	73.33	86.20	79.76
بعد 3 ايام	51.40	65.63	58.51
بعد 5 ايام	34.13	53.13	43.63
بعد 7 ايام	23.23	13.90	18.56
بعد 10 ايام	0.00	0.00	0.00
بعد 14 يوماً	0.00	0.00	0.00
بعد 21 يوماً	0.00	0.00	0.00
معدل التراكيز	36.34	47.20	
L.S.Dα0.05	الوقت (اليوم)	كميات المبيد	التداخل
	2.7181	1.2813	3.8439

4-7- تأثير استخدام العمليات الغذائية على إزالة مبيد Thiamethoxam:

أشارت نتائج التخلص او التقليل من متبقيات مبيد Thiamethoxam التي استعملت لمكافحة حشرة مَنْ اللهانة من أوراق محصول اللهانة كما في الجدول (8) وكما يلي :-

1- الغسل بماء الحنفية والصابون :

أ- الغسل بماء الحنفية فقط : أدى غسل أوراق اللهانة بماء الحنفية ولمدة دقيقة واحدة الى ازالة 47.15% من متبقيات المبيد حيث وصل تركيزه الى 42.40 ملغم / كغم بعد أن كان 80.23 ملغم / كغم .

ب- الغسل بماء الحنفية والصابون السائل : أدى غسل اوراق اللهانة بماء الحنفية مع استخدام الصابون السائل ولمدة دقيقة واحدة مع الدعك المستمر ازالة 49.64 % اذ كان تركيزه 40.40 ملغم / كغم بعد ان كان تركيزه 80.23 ملغم / كغم .

2- الغمر بالمحاليل الملحية Nacl :

أ- محلول ملحي 5 % : ازالت عملية غمر اوراق اللهانة بالمحلول الملحي بتركيز 50 غم / لتر ولمدة نصف ساعة 52.10 % اذ وصل تركيزه 38.43 ملغم / كغم بعد أن كان 80.23 ملغم / كغم .

ب- محلول ملحي 10 % : ازالت عملية غمر اوراق اللهانة بالمحلول الملحي بتركيز 100 غم / لتر ولمدة ساعة بنسبة 59.82 % اذ وصل تركيزه 32.23 ملغم / كغم بعد أن كان 80.23 ملغم / كغم .

3- الغمر بالمحاليل الكيمائية :

أ- مادة بيكربونات الصوديوم ($NaHCO_3$) : سببت عملية غمر اوراق اللهانة بمحلول بيكربونات الصوديوم ولمدة 10 دقائق الى ازالة 60.94 % اذ وصل تركيزه الى 31.33 ملغم / كغم من أصل 80.23 ملغم / كغم .

ب- مادة برمنغنات البوتاسيوم ($kMno_4$) : ازالت عملية غمر اوراق اللهانة بمحلول برمنغنات البوتاسيوم ولمدة 5 دقائق الى ازالة 69.21 % اذ وصل تركيزه الى 24.70 ملغم / كغم من أصل 80.23 ملغم / كغم .

4- الغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي :

أ- محلول الخل الصناعي (حامض الخليك) : ازالت عملية غمر اوراق اللهانة بمحلول حامض الخليك ولمدة خمسة ايام نسبة 29.95 % اذ وصل تركيزه الى 56.20 ملغم / كغم من أصل 80.23 ملغم / كغم .

ب- محاول ملحي تركيز 50 غم / لتر ولمدة 5 أيام وبعدها غمرت بالخل الصناعي (حامض الخليك) لمدة 10 أيام : ازالت هذه العملية نسبة 55.34 % اذ وصل تركيزه الى 35.83 ملغم / كغم من أصل 80.23 ملغم / كغم .

ت- محاول ملحي تركيز 100 غم / لتر ولمدة 10 أيام وبعدها غمرت بالخل الصناعي (حامض الخليك) لمدة 5 أيام : ازالت هذه العملية نسبة 70.17 % اذ وصل تركيزه الى 23.93 ملغم / كغم من أصل 80.23 ملغم / كغم .

جدول (8) كفاءة طرق التخلص من متبقيات مبيد Thiamethoxam من اوراق اللهانة باستعمال التركيز الموصى 0.3 غم / لتر .

طرق التخلص من متبقيات مبيد Thiamethoxam	الكميات المتبقية من المبيد مقدرة بـ ملغم / كغم
الغسل بماء الحنفية فقط	42.40
الغسل بماء الحنفية والصابون السائل	40.40
محلول ملحي 5 %	38.43
محلول ملحي 10 %	32.23
مادة بيكربونات الصوديوم ($NaHCO_3$)	31.33
مادة برمنغنات البوتاسيوم ($kMno_4$)	24.70
محلول الخل الصناعي (حامض الخليك)	56.20
محلول ملحي تركيز 50 غم / لتر← 5أيام وبعدها بالخل الصناعي ←10 أيام	35.83
محلول ملحي تركيز 100 غم / لتر← 10 أيام وبعدها بالخل الصناعي← 5 أيام	23.93
L.S.Dα0.05	**1.6122**

خامسا : الاستنتاجات والتوصيات :

الاستنتاجات Conclusions :

1- تفوق المبيد Acetamiprid على المبيد Thiamethoxam في نسبة القتل لبالغات وحوريات حشرة مَنْ اللهانة اذ تحقق أعلى نسبة قتل بعد اليوم الخامس 99.91 % و 99.94 % على التوالي .

2- تلاشى المبيد Acetamiprid من أوراق محصول اللهانة وبشكل نهائي في اليوم الرابع عشر وعليه فان مدة الامان (PHI) هي بين (14 – 16) يوماً أما المبيد Thiamethoxam تلاشى بشكل نهائي في اليوم العاشر وعليه فان مدة الامان (PHI) هي بين (10 -12) يوماً .

3- للعمليات الغذائية دورا في التقليل من متبقيات المبيدين من أوراق اللهانة وبنسب مختلفة وتحققت أفضل عملية إزالة بالغمر بالمحاليل الملحية والخل الصناعي لكلا المبيدين .

التوصيات Recommendation

1- بالإمكان إجراء عدد من البحوث على المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam وبتراكيز اقل من التراكيز الموصى به وهو 0.5 غم / لتر و 0.3 غم / لتر للمبيدين على التوالي في مكافحة حشرة مَنْ اللهانة على محصول اللهانة .

2- ضرورة الالتزام بالعمليات الغذائية قبل الاكل للتخلص او التقليل من بقايا المبيدين قدر الامكان حتى ولو اقتصر على الغسل بالماء والصابون فقط .

3- دراسة المركبات الناتجة عن تحلل المبيدات المستخدمة على المحاصيل الزراعية وتحديد سميتها وخطورتها على الأنسان .

4- دراسة متبقيات المبيدين Acetamiprid و Thiamethoxam على محاصيل اخرى .

5- الالتزام بمدة ما قبل الجني (PHP) عند استعمال المبيدين على محصول اللهانة اذ تكون 16 يوماً للمبيد Acetamiprid و 12 يوماً للمبيد Thiamethoxam .

سادسا : المصادر العربية والاجنبية

المصادر العربية

الجمالي، ناصر عبد الصاحب و صلاح عبد القادر و عبد الكريم جولي. 2009. دراسة أولية عن ظهور خنفساء كولورادو (*Leptinotarsa decemlineata* Say) لأول مرة على محصول البطاطا في شمال العراق ومكافحتها. مجلة وقاية النبات العربية، ملخصات بحوث المؤتمر العربي العاشر لعلوم وقاية النبات، مجلد 27، عدد خاص.

العادل ، خالد محمد . 2006 . مبيدات الآفات مفاهيم اساسية ودورها في المجالين الزراعي والصحي . كلية الزراعة - جامعة بغداد . 422 صفحة .

العبيدي ، علي بسام ابراهيم. 2018. تلاشي مبيد ثايوفنايت المثيل على محصول الخيار المعرض للإصابة بمرض البياض الدقيقي . رسالة ماجستير . كلية الزراعة ، جامعة بغداد / العراق. 72 صفحة.

العزاوي، خلود عبد المجيد .1988. تلاشي بقايا مبيد الفنتراثايون "سوميثيون" في محصول الخيار في البيوت المحمية. رسالة ماجستير. كلية الزراعة ، جامعة بغداد. 60 ص.

العزاوي، عبد الله فليح و ابراهيم قدوري قدو و حيدر صالح الحيدري . 1990 . الحشرات الاقتصادية . وزارة التعليم العالي والبحث العلمي . جامعة بغداد . 650 صفحة

الغزي، كاظمية والي منصور ، لمى جاسم محمد العنبر، هدية مولـى گوام المياح ، جاسم حسين عبد الله المالكي، عبد الجبار ناصر حمد وأنوار عبد الكريم جمعة . 2011 . دراسة عن الاستخدام الطبيعي وغير الطبيعي للمبيدات في منطقة أنهار وأهوار محافظة البصرة. مجلة جامعة بابل. العلوم الصرفة والتطبيقية ، 19 (1) : 142- 149.

المرسومي، زينة مفيد محمود .2019. كفاءة مبيد (Fenpyroximate) Ortus %5 Sc بالصيغة العادية والنانوية في مكافحة حلم الغبار *Oligonychus afrasiaticus* McGregor (Acari : Tetranychidae) وتحليل متبقياته في ثمار نخيل التمر . رسالة ماجستير . كلية الزراعة ، جامعة بغداد / العراق. 117 صفحة.

المشهداني ، وسام علي .2010 . دراسة متبقيات بعض المبيدات الحشرية على محصول الخيار ودور بعض عمليات التحضير الغذائي في خفضها. أطروحة دكتوراه . كلية الزراعة – جامعة بغداد. 100 صفحة .

بوارس، متيادي و بسام ابو ترابي و ابراهيم البسيط . 2004 . إنتاج محاصيل الخضار. (الجزء العملي) منشورات جامعة دمشق . 351 ص.

حسن، زهراء بشير. 2018. تقدير متبقيات الاسيتامبريد في الحنطة و دراسة تحلله الحيوي باستخدام خميرة الخبز المعزولة محليا . رسالة ماجستير . كلية الزراعة ، جامعة بغداد / العراق. 94 صفحة.

حسين، علاء حسين. 2018. دراسة بقايا المبيدين Oxymatrine 2.4% S.L و Imidacloprid 20% S.L واستخدامهما لمكافحة المن *Aphis gossypii Glopher* على محصول الخيار . رسالة ماجستير .كلية الزراعة . جامعة بغداد / العراق. 108 صفحة.

عبد الحميد ، زيدان هندي . 1999 . أساسيات وطرق تحليل مبيدات الآفات . المكتبة الاكاديمية . جمهورية مصر العربية . 603 صفحة .

علي، إيهاب حمود. 2018. تقدير متبقيات الأسيتامبرد في ثمار الطماطة ودراسة تأثيراتها الفسلجية والنسيجية. رسالة ماجستير. كلية الزراعة ، جامعة بغداد. 90 صفحة

عواد ، هاشم ابراهيم و ابراهيم جدوع الجبوري و صلاح مجيد كسل . 2002. المبيدات المسجلة والمستخدمة في الزراعة والصحة العامة في العراق . جمهورية العراق . وزارعة الزراعة . اللجنة الوطنية لتسجيل واعتماد المبيدات . 540 صفحة

مطلوب ،عدنان ناصر و عز الدين سلطان محمد و كريم صالح عبدول . 1985 . إنتاج الخضر ، الجزء الأول . جامعة الموصل ، العراق .

وزارة التخطيط العراقية. 2019. انتاج المحاصيل والخضروات .الجهاز المركزي للإحصاء ،مديرية الاحصاء الزراعي . تقرير إحصائي لشهر نيسان 2019.

وزارة النقل ، الهياة العامة للأنواء الجوية والرصد الزلزالي – بغداد .2021. بيانات مناخية .

المصادر الاجنبية

Abbas, S. S. , Subaih, A. J. and Saleh, Y. A. 2020. The effects of biological and chemical agents on the management of main pests in tomato plant. *Al-Qadisiyah Journal For Agriculture Sciences*, *10*(2), 325-334.

Abdu-Allah, G. 2012. Aphicidal activity of Imidacloprid and primicarb compared with certain plant extracts on *Brevicoryne brassicae* L. and Aphis craccivora Koch. Assiut Journal of Agriculture Sciences 43:104–114.

Ahmad, M. , and Akhtar, S. 2013. Development of insecticide resistance in field populations of *Brevicoryne brassicae* (Hemiptera: Aphididae) in Pakistan. Journal of economic entomology, 106(2), 954-958.

Aktar, W. , Sengupta, D. and Chowdhury, A. 2009. Impact of pesticides use in agriculture: their benefits and hazards. Interdisciplinary toxicology, 2(1), pp.1-12.

Al-Kraawi , H. A. S. K. 2018. Using reverse phase high performance liquid chromatography (RP-HPLC) for determination of herbicide of pyroxsulam residue in Iraqi wheat plant and field soil . M. Sc. Thesis. College of Science / University of Baghdad. 123 PP.

Allema, B. , Hoogendoorn, M. , Beek, J.v. and Leendertse, P. 2017. Neonicotinoids in European agriculture. Main applications, main crops and scope for alternatives. CLM Research and Advice, Culemborg, Netherlands.78 PP.

Ambrose, M. L. 2003. Characterization of the insecticidal properties of Acetamiprid under field and laboratory conditions. M. SC. Thesis, North Carolina State University. 71 pp.

Anastassiades, M., Lehotay, S. J., Štajnbaher, D., and Schenck, F. J. 2003. Fast and easy multi residue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce. Journal of AOAC International, 86(2), 412-431.

Anderson, L. 2017. China Releases New Maximum Residue Limits for Pesticides in Food. USDA Foreign Agricultural Service GB 2763, 218 pp.

Arif, M. J. , Abbas, Q. , Gogi, M. D. , Ashfaq, M. , Sayyad, H. A. , Khan, M. A. and Karar, H., 2012. Performance of some insecticides against canola aphids and associated coccinellid predators under field conditions. Pakistan Entomologist 34: 37-41.

Arthur, Li. 2013. Handbook of SAS DATA Step Programming . CRC Press. 149 PP.

Ayaz, F. A. , Glew, R. H. , Millson, M. , Huang, H. S. , Chuang, L. T. , Sanz, C. , and Hayırlıoglu-Ayaz, S. 2006. Nutrient contents of kale (*Brassica oleraceae* L. var. acephala DC.). Food Chemistry, 96(4), 572-579.

Baskaran, V., D. JagdishwarReddy, G. V. Subbaratnam, S. Amarender Reddy, V.V. N. Nath and V. D. V. N. H. Kumar. 2003. Efficacy of newer insecticides against spiraling whitefly (Aleurodicus dispersus Russell). Pestology, 27(4): 16-19.

Bélanger, J. M. , Paré, J. J. and Sigouin, M. 1997. High performance liquid chromatography (HPLC): Principles and applications. In Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry . Elsevier. Vol. 18, pp. 37-59.

Blackman, R. L. and Eastop, V. F. 2000. Aphids on the world's crops: an identification and information guide (No. Ed. 2). John Wiley & Sons Ltd.

Bonmatin, J. M. , Giorio, C. , Girolami, V. , Goulson, D. , Kreutzweiser, D. P. , Krupke, C. and Tapparo, A. 2015. Environmental fate and exposure; neonicotinoids and fipronil. Environmental Science and Pollution Research, 22(1), 35-67.

Boyed, M. L. and Lentz. G. L. 1994. Seasonal incedence of aphids and aphids parasitoid *Diaeretiella rapae* (M'c Intosh) (Hymenoptera: Aphidiidae) on rapeseed in Tennesse. Environmental Entomology., 23: 349-353.

Bridi, R. , Larena, A. , Pizarro, P.N. , Giordano, A. and Montenegro, G. 2018. LC-MS/MS analysis of neonicotinoid insecticides: Residue findings in chilean honeys. Ciência e Agrotecnologia. 42(1): 51-57.

Briggs, G.G. , Bromilow, R. H. and Evans, A. A. 1982. Relationships between lipophilicity and root uptake and translocation of non-ionised chemicals by barley. Pesticide Science, 13 (5), 495-504.

Brook, H. and Cutts, M. 2019. Crop Protection . Alberta Agriculture and Forestry , in co-operation with the agro – chemical industry , Canada . 606 pp.

Buchholz, A. , and Nauen, R. 2002. Translocation and translaminar bioavailability of two neonicotinoid insecticides after foliar application to cabbage and cotton. Pest Management Science: Formerly Pesticide Science, 58(1), 10-16.

Camargo, C. , Snow, D. D. , Onanong, S. , Hunt, T. E. and Siegfried, B. D. 2019. Residues of Thiamethoxam and Mefenoxam in vegetative and floral tissue of soybean at the early reproductive stage resulting from seed treatments. Crop Protection . 119, 134−140.

Capinera , J. L. 2005. Melon aphid or cotton aphids , *Aphis gossypii* Glover (Insecta : Homoptera : Aphididae) University of Florida . IFAS Cooperative Extension Service EENY -173 .

Carriger, J. F. and Rand, G. M. 2008. Aquatic risk assessment of pesticides in surface waters in and adjacent to the Everglades and Biscayne National Parks: II. Probabilistic analyses. Ecotoxicology, 17(7): 680-696.

Carter, C. C. and Sorensen, K. A. 2013. Insect and related pests of vegetables. In Cabbage and Turnip Aphid. Center for Integrated Pest Management. North Carolina State University, Raleigh, NC.

Chadha, K. L. 2006. Handbook of Horticulture, Indian Council of Agricultural Research (ICAR), New Delhi. pp 365–8.

Chandra, S. , Kumar, M. , Mahindrakar, A. N. and Shinde, L. P. 2015. Effects of household processing on reduction of pesticide residues in brinjal and okra. International Journal of Advances in Pharmacy, Biology and Chemistry, 4(1), 98-102.

Chavarri, M. J. , Herrera, A. , and Arino, A. 2004. Pesticide residues in field-sprayed and processed fruits and vegetables. Journal of the Science of Food and Agriculture, 84(10), 1253-1259.

Chavarri, M. J. , Herrera, A. , and Ariño, A. 2005. The decrease in pesticides in fruit and vegetables during commercial processing. International Journal of Food Science & Technology, 40(2): 205-211.

Chen, T. , Dai, Y.J. , Ding, J. F. , Yuan, S. and Ni, J. P. 2008. N-demethylation of neonicotinoid insecticide acetamiprid by bacterium *Stenotrophomonas maltophilia* CGMCC 1.1788. Biodegradation. 19(5): 651-658.

Codex Alimentarius .2021. International Food Standards , World Food Safety Day , FAO / WHO . in : http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/codex-texts/dbs/pestres/pesticides/en/?p-id=24

Codex Alimentarius Commission for Pesticide Residues (CAC/PR). 2009. List of maximum residue limits for pesticides in food and animal feeds. March,2021 http://www.codexalimentarius.net.

Cordova, D. , Benner, E. A. , Sacher, M.D. , Rauh, J. J. , Sopa, J. S. , Lahm, G. P. , Selby, T. P. , Stevenson, T. M. , Flexner, L. , Gutteridge, S. and Tao, Y. 2006. Anthranilic diamides: A new class of insecticides with a novel mode of action, ryanodine receptor activation. . Pesticide Biochemistry and Physiology, 84(3), 196-214.

Cui, X.Y., Wang, D.N. and Chu, X.G, .2007. "Overview on effects of food process on pesticide residues in foods", Food Science, 28(3), 370-372.

Damalas, C. A., and Eleftherohorinos, I. G. 2011. Pesticide exposure, safety issues, and risk assessment indicators. International Journal of Environmental Research and Public Health, 8(5): 1402-1419.

Devan, R. S., Mishra, A., Prabu, P. C., Mandal, T. K., and Panchapakesan, S. 2015. Sub-chronic oral toxicity of acetamiprid in Wistar rats. Toxicological & Environmental Chemistry, 97(9), 1236-1252.

Di Muccio, A., Fidente, P., Barbini, D. A., Dommarco, R., Seccia, S., and Morrica, P. 2006. Application of solid-phase extraction and liquid chromatography–mass spectrometry to the determination of neonicotinoid pesticide residues in fruit and vegetables. Journal of Chromatography , 1108(1), 1-6.

Domenichini, P., and Roffeni Tiraferri, S. 1998. Results of the field trials carried out with Acetamiprid-a new systemic insecticide-during 1995-1997 [fruit crops-vegetable crops *Nicotiana tabacum* L. ornamental plants]. Atti Delle Giornate Fitopatologiche (Italy).

EFSA. 2010. Modification of the existing MRLs for thiamethoxam in strawberries and beans (with pods). European Food safety Authority Journal. 8(6):16-27.

Elbert, A., Haas, M., Springer, B., Thielert, W., and Nauen, R. 2008. Applied aspects of neonicotinoid uses in crop protection. Pest Management Science: Formerly Pesticide Science, 64(11), 1099-1105.

Elbert, A. , Nauen, R. and Leicht, W. 1998. Imidacloprid, a novel Chloronicotinyl insecticide: biological activity and agricultural importance. pp 50-74. I. Ishaaya and D. Degheele (eds.), In Insecticides with novel modes of action: Mechanism and application. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg,

El-Naggar, J. B., and Zidan, N. E. H. A. 2013. Field evaluation of imidacloprid and thiamethoxam against sucking insects and their side effects on soil fauna. Journal of Plant Protection Research. 53(4), 375-387.

Elwakil, W.M.; Mossler, M. 2016. Florida Crop/Pest Management Profile: Cabbage; University of Florida: Gainesville, FL, USA, Volume 1256, PP. 18.

EPA. 1998. Analytical method for the determination of residue of CGA-293343 and the metabolite CGA-322704 in animal and crop substrates by High Performance Liquid Chromotography with detection by UV and Mass Spectrometry including valdation data, PP 235.

European Food Safety Authority. 2010. Modification of the existing MRLs for Acetamiprid in land cress and red mustard. EFSA Journal, 8(6), 1643.

European Food Safety Authority. 2015. Modification of the existing maximum residue levels for Acetamiprid in leafy brassicas. EFSA Journal, 13(10), 4229.

FAO. 1988. Traditional Food Plants. Food and Agricultural Organization of the United Nations, Rome, Italy.

(FDA) Food and Drug Administration, U. S. 2018. Bioanalytical method validation guidance for industry. *US Department of Health and Human Services*, 1-41.

FOCUS. 2006. Report of the FOCUS Work Group on Degradation Kinetics, EC Document Reference Sanco/10058/2005 version 2.0, 434 pp.

Foster, R. F. 1995. *Vegetable insect management: with emphasis on the Midwest* (No. C032. 037). Pardue research foundation.

Gabryś, B. J., Gadomski, H. J., Klukowski, Z., Pickett, J. A., Sobota, G. T., Wadhams, L. J., and Woodcock, C. M. 1997. Sex pheromone of cabbage aphid *Brevicoryne brassicae*: identification and field trapping of male aphids and parasitoids. Journal of Chemical Ecology, 23(7), 1881-1890.

Gao, C.F. ; Ma, S.Z. ; Shan, C.H. and Wu, S.F. 2014. Thiamethoxam resistance selected in the western flower thrips *Frankliniella occidentalis* (Thysanoptera: Thripidae): Cross-resistance patterns, possible biochemical mechanisms and fitness costs analysis. Pesticide Biochemistry and Physiology,114, 90-96.

Geetanjali, K., S. Santosh and S.N. Naik. 2009. Food processing a tool to pesticide residue dissipation – A review. Food Research International, 42:26–40.

Geisman, J. R. 1975. Reduction of pesticide residues in food crops by processing. Residue Reviews, 43-54.

Gilden, R. C., Huffling, K., and Sattler, B. 2010. Pesticides and health risks. Journal of Obstetric, Gynecologic & Neonatal Nursing, 39(1):103-110.

Gill, H. K., Garg, H., and Gillett-Kaufman, J. L. 2013. Cabbage aphid *Brevicoryne brassicae* Linnaeus (Insecta: Hemiptera: Aphididae). IFAS Extension, 1-5.

Goulson, D. 2013. An overview of the environmental risks posed by neonicotinoid insecticides. Journal of Applied Ecology, 50(4), 977-987.

Green, T.; Toghill, A.; Lee, R.; Waechter, F.; Weber, E.; Peffer, R.; Noakes, J. and Robinson, M . 2005. Thiamethoxam induced

mouse liver tumors and their relevance to humans. Part 2: species differences in response. Toxicological Sciences, 86(1), 48-55.

Grewal, P. S., Power, K. T. and Shetlar, D. J. 2001. Neonicotinoid insecticides alter diapause behavior and survival of overwintering white grubs (Coleoptera: Scarabaeidae). Pest Management Science: formerly Pesticide Science, 57(9), 852-857.

Hafez, R. O. and Singh, B. 2016. Persistence of Thiamethoxam in/on tomato fruits and soil .Indian Society for the Advancement of Insect Science, 29(1), 25-31.

Han, W.; Tian, Y. and Shen, X. 2018. Human exposure to neonicotinoid insecticides and the evaluation of their potential toxicity: An overview. Chemosphere, 192, 59−65.

Henderson, C. F., and Tilton, E. W. 1955. Tests with acaricides against the brown wheat mite. Journal of Economic Entomology, 48(2), 157-161.

Herrick, G.W. and Hungate, J. W. 1911. The cabbage aphid. New York (Cornell) Agricultural Experiment Station Bulletin. 300: 715-746.

Hillocks, R. J., and Brettell, J. H. 1993. The association between honeydew and growth of *Cladosporium herbarum* and other fungi on cotton lint. Tropical Science (United Kingdom).

Hilton, M. J., Emburey, S. N., Edwards, P. A., Dougan, C. and Ricketts, D. C. 2019. The route and rate of thiamethoxam soil degradation in laboratory and outdoor incubated tests, and field studies following seed treatments or spray application. Pest Management Science, 75(1), 63-78.

Hilton, M. J., Jarvis, T. D., and Ricketts, D. C. 2016. The degradation rate of Thiamethoxam in European field studies. Pest management science, 72(2), 388-397.

Hines, R. L. and Hutchison, W. D. 2013. Cabbage aphids. VegEdge, vegetable IPM resource for the Midwest. University of Minnesota, Minneapolis, MN.

Hopwood, J., Vaughan, M., Shepherd, M., Biddinger, D., Mader, E., Black, S. H. and Mazzacano, C. 2012. Are neonicotinoids killing bees? A review of research into the effects of neonicotinoid insecticides on bees, with recommendations for action. The Xerces Society for Invertebrate Conservation, 32.

Hui, Y. H.; Ghazala, S. and Graham, D. M. 2004. Handbook of Vegetable Preservation and Processing; Marcel Dekker Inc.: New York.

Imamura, T., Yanagawa, Y., Nishikawa, K., Matsumoto, N., and Sakamoto, T. 2010. Two cases of acute poisoning with acetamiprid in humans. Clinical Toxicology, 48(8), 851-853.

Isaacs, R., V.T. Steve and C.W. John. 2006. Systemic insecticides for selective and targeted insect control in Michigan vineyards. Michigan State University.

IUPAC- International Union of Pure and Applied Chemistry. 2014. Pesticide properties database. Available (August, 2020) in: http://sitem. herts.ac.uk /aeru/ iupac /index.

Rouhani M, Samih MA, Izadi H, and Mohammadi E. 2013. Toxicity of new insecticides against pomegranate aphid, *Aphis*

punicae. International Research Journal of Applied and Basic Science 4: 496-501.

Jayewar, N. E., Mundhe, D. R., Wadnerkar, D. W., Zanwar, P. R., and Narwade, B. P. 2003. Evaluation of acetamiprid 20 SP against sucking pests of chilli. Pestology, 27(11), 17-20.

Jeschke, P. 2016. Propesticides and their use as agrochemicals. Pest Management Science, 72(2), 210-225.

Jeschke, P., Nauen, R., Schindler, M., and Elbert, A. 2011. Overview of the status and global strategy for neonicotinoids. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 59(7), 2897-2908.

Kanna, S.S . 2006. Evaluation of Acetamiprid 20 SP against sucking pest complex in cotton . Ph. D. thesis , coll. Agric. Tamil Nadu Univ. Coimbatore- 641003. 299 pp.

Karmakar, R. and Kulshrestha, G. 2009. Persistence, metabolism and safety evaluation of Thiamethoxam in tomato crop. Pest Management Science: formerly Pesticide Science, 65(8): 931-937.

Katagi T. 2010. Bioconcentration, bioaccumulation, and metabolism of pesticides in aquatic organisms . Reviews of Environmental Contamination and Toxicology: Springer; p. 1– 132.

Kaushik, G., Satya, S., and Naik, S. N. 2009. Food processing a tool to pesticide residue dissipation–A review. Food Research International, 42(1), 26-40.

Keikothaile, B.M. and Spanoghe, P. 2011. Pesticide residues in fruits and vegetables. Cited from Keikothaile, B.M. (2011). Influence of the Processing Factors on Pesticide Residues in Fruits

and Vegetables and its Application in Consumer risk Assessment. Ph.D. Thesis Ghent University, Belgium.

Keikotlhaile, B. M., Spanoghe, P., and Steurbaut, W. 2010. Effects of food processing on pesticide residues in fruits and vegetables: a meta-analysis approach. Food and Chemical Toxicology, 48(1): 1-6.

Kern, J. R. 2005. Chromatography. Concepts and Contrasts. By James M. Miller (Drew University). John Wiley and Sons, Inc., Hoboken, NJ. 2005. 490 pp.

Kessing, J.LM. and Mau R.F.L. 1991. Cabbage aphid, . Crop Knowledge Master. Department of Entomology, Honolulu, Hawaii.

Khalaf, J. M. , Salih, Y. A. , and Jabor, T. S. 2011. Evaluation efficiency of some insecticides in control the black bean aphid *aphis fabae* SCOPOLLI (Aphidae: Homoptera). Basrah Journal of Agricultural Sciences, 24(1).

Khattak, S. U., Hamed, M., Khan, A. U., Zeb, A., and Farid, A. 2002. Pesticidal control of rapeseed aphid, *Brevicoryne brassicae* L. Pakistan Journal of Zoology (Pakistan).

Kmellár, B., Abrankó, L., Fodor, P., and Lehotay, S. J. 2010. Routine approach to qualitatively screening 300 pesticides and quantification of those frequently detected in fruit and vegetables using liquid chromatography tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). Food Additives and Contaminants, 27(10), 1415-1430.

Knežević, Z., and Serdar, M. 2009. Screening of fresh fruit and vegetables for pesticide residues on Croatian market. Food Control, 20(4), 419-422.

Kuhar, T. P., Stivers-Young, L. J., Hoffmann, M. P. and Taylor, A. G. 2002. Control of corn flea beetle and Stewart's wilt in sweet corn with Imidacloprid and Thiamethoxam seed treatments. Crop Protection, 21(1), 25-31.

Kumar, K. P., Reddy, D. J., Reddy, K. N., Babu, T. R., & Narendranath, V. V. 2000. Dissipation and decontamination of triazophos and acephate residues in chilli (*Capsicum annum* Linn). Pesticide Research Journal, 12(1), 26-29.

Kumari, B. 2008. Effects of household processing on reduction of pesticide residues in vegetables. ARPN Journal of Agricultural and Biological Science, 3(4), 46-51.

Kupiec, T. 2004. Quality-control analytical methods: High-performance liquid chromatography. International Journal of Pharmaceutical Compounding. 8: 223-227.

Kusznierewicz, B., Bartoszek, A., Wolska, L., Drzewiecki, J., Gorinstein, S., and Namieśnik, J. 2008. Partial characterization of white cabbages (*Brassica oleracea* var. capitata f. alba) from different regions by glucosinolates, bioactive compounds, total antioxidant activities and proteins. LWT-Food Science and Technology,41(1),1-9.

Lacombe, J. P. 1999. Efficacy of Acetamiprid on aphids in fruit trees. In Proceedings of the Fifth International Conference on Pests in Agriculture, Part 2, Montpellier, France, 7–9 December , pp. 295-302.

Lashkari, M. R., Sahragard, A. and Ghadamyari, M. 2007. Sublethal effects of Imidacloprid and Pymetrozine on population growth parameters of cabbage aphid, *Brevicoryne brassicae* on rapeseed, *Brassica napus* L. Insect Science, 14(3), 207-212.

Lazić, S., Šunjka, D., Jovanov, P., Vuković, S. and Guzsvany, V. 2017. LC-MS/MS determination of Acetamiprid residues in sweet cherries. leptophos in milk and wheat during the processing steps. Alex J.

Lee, E. Y., Kim, D. K., Park, I. Y., Noh, H. H., Park, Y. S., Kim, T. H. and Kyung, K. S. 2008. Residue patterns of indoxacarb and Thiamethoxam in chinese cabbage (*Brassica campestris* L.) Grown under Greenhouse Conditions and Their Estimated Daily Intake. Korean Journal of Environmental Agriculture, 27(1): 92-98.

Lee, J., Kim, B. J., Kim, E. and Kim, J. H. 2019. Dissipation Kinetics and the Pre-Harvest Residue Limits of Acetamiprid and Chlorantraniliprole in Kimchi Cabbage Using Ultra-Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. Molecules, 24(14), 2616.

Lee, P. 2003. .Handbook of residue analytic methods for agrochemicals. Johan Wiley Sons Ltd, England. 1428 pp.

Lehotay, S.J. 2006. Quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe approach for determining pesticide residues. In Pesticide protocols (pp. 239-261). Humana Press.

Lozowicka, B., Jankowska, M., Hrynko, I., and Kaczynski, P. 2016. Removal of 16 pesticide residues from strawberries by washing with tap and ozone water, ultrasonic cleaning and boiling. Environmental Monitoring and Assessment, 188(1), 51.

Lucier, G. and Lin, B. H. 2002. Cabbage Heads Higher. Commodity Spotlight. Economic Research Service/USDA. Agricultural Outlook.

Ma, X., Li, H., Xiong, J., Mehler, W. T., and You, J. 2019. Developmental toxicity of a neonicotinoid insecticide, Acetamiprid to zebrafish embryos. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 67(9), 2429-2436.

Mahdi, M.N. and Mohammed, A.J. 2017. Treatment of Pesticide Residues Bi-Products in Some Iraqi Vegetables. Iraqi Journal of Science, 58(3B), 1398-1418.

Maienfisch, P., Huerlimann, H., Rindlisbacher, A., Gsell, L., Dettwiler, H., Haettenschwiler, J., and Walti, M. 2001. The discovery of thiamethoxam: a second-generation neonicotinoid. Pest Management Science: formerly Pesticide Science, 57(2), 165-176.

Matuszewski, B. K., Constanzer, M. L., and Chavez-Eng, C. M. 2003. Strategies for the assessment of matrix effect in quantitative bioanalytical methods based on HPLC− MS/MS. Analytical Chemistry, 75(13), 3019-3030.

Meister, R.T. (ed.). 1995. Farm chemicals handbook ’95. Meister Publishing Company. Willoughby, OH.

Mersha, W.; Ayele, N.; Fentahun, G.; Getinet, M.; Kassu, K. and Nagappan, R. 2014. Repellent and insecticidal activity of Mentha piperita (L.) plant extracts against cabbage aphid [*Brevicoryne brassicae* Linn. (Homoptera: Aphididae)]. Am. Eurasian J. Sci. Res., 9, 150–156.

Meyer, V. 2010. PracticalHigh-Performance Liquid Chromatography, 5th ed., Chichester, UK: Wiley.

Mohamed, H. T., Mohamed, I. A., Abou-Elhagag, G. H., and Saba, R. M. 2015. Toxicity and field persistence of Thiamethoxam

and Dinotefuran against cabbage aphid, *Brevicoryne brassica* L.(Homoptera: Aphididae) under laboratory and field conditions. Journal of Phytopathology and Pest Management, 2(2): 20-26.

Mohammadali, M. T., Alyousuf, A. A., Baqir, H. A., and Kadhim, A. A. 2019. Evaluation of the efficacy of different Neocontinoid insecticides against cotton whitefly, *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae) on eggplant under greenhouse condition. In IOP Conference Series: Earth and Environmental Science (Vol. 388, No. 1, p. 012012). IOP Publishing.

Momčilović, M. 2012. TI: Kinetic and equilibrium parameters of adsorption processes. place, PP: Niš, Višegradska 33.

Morrissey, C. A.; Mineau, P.; Devries, J. H.; Sanchez-Bayo, F.; Liess, M.; Cavallaro, M. C.; and Liber, K. 2015. Neonicotinoid contamination of global surface waters and associated risk to aquatic invertebrates: A review. Environment International, 74, 291-303.

Mpumi, N.; Mtei, K.; Machunda, R. and Ndakidemi, P.A. 2016. The toxicity, persistence and mode of actions of selected botanical pesticides in Africa against insect pests in common beans, *P. vulgaris*: a review. American Journal of Plant Sciences, 7(1): p.138.

Mungroo, Y., and Abeeluck, D. 1999. The citrus pest Phyllocnistis citrella Stainton and its control in Mauritius. In Third Annual Meeting of Agricultural Scientists Reduit Mauritius (pp. 89-94).

Muhammad, M. S. 22/09/2017. High Performance Liquid Chromatography (HPLC) , October 2020 . http:// ma7moudinf.blogspot.com/2017/09/vbehaviorurldefaultvmlo22.html

Murison, M. and Napier, T. 2006. Cabbage Growing. Primefacts 90.

Nakayama, A., Sukekawa, M., and Eguchi, Y. (1997). Stereochemistry and active conformation of a novel insecticide, Acetamiprid. Pesticide Science, 51(2), 157-164.

Natwick, E. T. 2001. Comparison of neonicotinoid with pyrethroid insecticides for control whitefly in cotton. In Proc. Beltwide Cotton Conf., TN, Memphis.

Natwick, E. T. 2009. Cole Crops: cabbage aphid UC Pest Management Guidelines. University of California Agriculture & Natural Resources.

Nawaz, A., Niaz, A., Ilyas, M., Shah, S. S. H., Asi, M. R., and Ahmad, Z. A. 2015. Determination and extraction of acetamiprid residues in fruits and vegetables. International Journal of Food and Allied Sciences, 1(2), 63-66.

Nielsen, S.S. 2010. Food Analysis Laboratory Manual Springer, New York.

Nollet, L. M., and Rathore, H. S. (Eds.). 2016. Handbook of pesticides: Methods of Pesticide Residues Analysis. CRC press.

Opfer, P. and McGrath, D. 2013. Oregon vegetables, cabbage aphid and Green peach aphid. Department of Horticulture. Oregon State University, Corvallis, OR. International Organisation for Biological and Integrated Control/WPRS Bulletin, 17(8), 73-182.

Palumbo, J.C. 2006. Insect Management For Desert Lettuce Production. AILRC Grants Program – Final Report for 2006, Arizona Department of Agriculture .

Park, J.Y., Choi, J.H., Kim, B.M., Park, J.H., Cho, S.K., Ghafar, M.W., Abd El-Aty, A.M. and Shim, J.H. 2011. Determination of Acetamiprid residues in zucchini grown under greenhouse conditions: application to behavioral dynamics. Biomedical Chromatography. 25(1-2). 136-146.

Parrish, M. D., Ayad, H., and Holmes, K. 2001. Ovicidal activity of Acetamiprid (Assail TM brand 70WP insecticide) on economic pests of cotton. In Proc. Beltwide Cotton Conf., TN, Memphis.

Pasqualini, E. and Vergnani, S. 1997. Recent experiments in the control of grey aphid on apple. Informatore Agrario Supplemento, 53(11): 14-17.

Phillips, P. J. and Bode, R. W. 2004. Pesticides in surface water runoff in south-eastern New York State, USA: seasonal and storm flow effects on concentrations. Pest Management Science: formerly Pesticide Science, 60(6), 531-543.

Pomeranz, Y. (Ed.). 2013. Food analysis: Theory and Practice. Springer Science & Business Media.

Rabie, M., Ibrahim, E. D. S., Elhafny, D., and Bayoumi, M. 2018. Determination of Dinotefuran and Thiamethoxam residues in pepper fruits under greenhouse conditions using the QuEChERS method and HPLC/DAD. Egyptian Journal of Chemistry, 61(2), 249-257.

Radwan, M. A., Abu-Elamayem, M. M., Shiboob, M. H., and Abdel-Aal, A. 2005. Residual behaviour of profenofos on some field-grown vegetables and its removal using various washing solutions and household processing. Food and Chemical Toxicology, 43(4), 553-557.

Ramesh, A., Thirugnanam, P. E., and Balakrishnamurthy, P. 2007. Hapten synthesis, generation of polyclonal antibodies and development of ELISA for determination of thiamethoxam residues in food and environmental samples. Indian Journal of Biotichnology, 6:365-371.

Randhawa, M.A., F.M. Anjum, M.S. Randhawa, A. Ahmed, U. Farooq, M. Abrar and M.A. Randhawa. 2008. Dissipation of Deltamethrin on supervised vegetable and removal of its residue by household processing. Journal Chemistry Sociaty Pakstan, 30:227-231.

Rao, A.S. (Ed.),. 1994. Drip Irrigation in India. Indian Nation Committee on Irrigation and Drainage, Ministry of Water Resources, Government of India, p. 176.

Rawn, D. F., Quade, S. C., Sun, W. F., Fouguet, A., Bélanger, A., and Smith, M. 2008. Captan residue reduction in apples as a result of rinsing and peeling. Food Chemistry, 109(4), 790-796.

Robinson, P. 2001. Evaluation of the new active Thiamethoxam in the product Cruiser 350 FS insecticide seed treatment. National Registration Authority for Agricultural and Veterinary Chemicals, Australia.

Rodrigues A.A.Z., De Queiroz M.E.L.R., De Oliveira A.F., Neves A.A., Heleno F.F., Zambolim L., Freitas J.F. and Morais E.H.C. 2017. "Pesticide residue removal in classic domestic processing of tomato and its effects on product quality", Journal of Environmental Science and Health Part B, 52(12): 850-857.

Rodrigues, A. A., De Queiroz, M. E. L., De Oliveira, A. F., Neves, A. A., Heleno, F. F., Zambolim, L., Freitas J.F. and Morais, E. H. C. 2017. Pesticide residue removal in classic domestic processing of tomato and its effects on product quality. Journal of Environmental Science and Health, part b, 52(12), 850-857.

Safar, N.H. and I.A. Bakr. 1975. The influence of the late time of planting and Iraqi condition on the yield, oil percent and Iodine value of three varieties of rape seed. Second scientific Congress, Baghdad, 6-11 Dec.

Sarode, S.V . 1982a. Dissipation of Fenitrothion residues on cauliflower. Indian Journal Agriculture Science, 52:173-176.

Sarode, S.V .1982b. Persistence of residues of Fenitrothion in or on okra. Indian Journal Agriculture Science, 52:135-138.

Schroeder, N. C. , Dumbleton, A. J. and Zydenbos, S.M. 2001. Thiamethoxam seed coating on rapeseed for the control of cabbage aphid, *Brevicoryne brassicae* (L.). New Zealand Plant Protection 54: 240-243.

Shah, G.S. and Abdullah, K. 2000. Suppression of cabbage aphid (*Brevicoryne brassicae* L.) using granular insecticides on rape seed (*Brassica sp.*). Serhad Journal of Agriculture, 16: 329-332.

Shamsipur, M., Yazdanfar, N., and Ghambarian, M. 2016. Combination of solid-phase extraction with dispersive liquid–liquid microextraction followed by GC–MS for determination of pesticide residues from water, milk, honey and fruit juice. Food Chemistry, 204, 289-297.

Simon-Delso, N., Amaral-Rogers, V., Belzunces, L. P., Bonmatin, J. M., Chagnon, M., Downs, C. and Wiemers, M. 2015. Systemic insecticides (Neonicotinoids and Fipronil): trends, uses, mode of action and metabolites. Environmental Science and Pollution Research, 22(1), 5-34.

Sivaperumal, P.; Anand, P. and Riddhi, L. 2015. Rapid determination of pesticide residues in fruits and vegetables, using ultra-high-performance liquid chromatography/time-of-flight mass spectrometry. Food Chemistry, 168, pp:356-365.

Soliman, M. M. 2011. Persistence of new insecticides and their efficacy against insect pests of cowpea. Australian Journal of Basic and Applied Sciences, 5(2), 82-89.

Steinbrecher, A.and Linseisen, J. 2009. Dietary intake of individual glucosinolates in participants of the EPIC-Heidelberg cohort study. Annals of Nutrition and Metabolism, 54(2), 87-96.

Street, J. C. 1969. Methods of removal of pesticide residues. Canadian Medical Association Journal, 100(4), 154.

Suganthi, A., Nikita, S. A., Kousika, J., Bhuvaneswari, K., and Sridharan, S. 2018. Determination of Thiamethoxam residues in banana stem and fruit through LC-MS/MS. Environmental Monitoring and Assessment, 190(5), 1-8.

Tillman, P. G. 2006. Effect of selected insecticides on the leaffooted bug (Hemiptera: Coreidae). Journal of Entomological. Science, 41(2): 184-186.

Tomizawa, M. and Casida, J.E. 2005. Neonicotinoid insecticide toxicity: mechanisms of selective action. Annum Rev Pharmacology Toxicology 45:247–268.

Tomlin, C.D. 2009. The Pesticide Manual: A World Compendium; British Crop Production Council: Alton, UK.

Toscano, N. C., Morse, J. G., Henneberry, T. J., Prabhaker, N., Castle, S., and Naranjo, S. 2005. Compatibility of select insecticides with natural enemies of the glassy-winged sharpshooter and other pests. Department of Entomology, University of California.

Valenzuela, I. and Hoffmann, A. A. 2015. Effects of aphid feeding and associated virus injury on grain crops in Australia. Austral Entomology, 54(3), 292-305.

Van Dijk, T. C., Van Staalduinen, M. A. and Van der Sluijs, J. P. .2013. Macro-invertebrate decline in surface water polluted with Imidacloprid. PloS One, 8(5), e62374.

Wallis, R. L., Smith, F. F., Wheeler, H. G., and Taylor, E. A. 1957. Malathion residues on vegetable, berry, and tobacco crops. Journal of Economic Entomology, 50(3), 362-363.

Walter, J.K.; L.A. Terri, and J. Mary . 2001. Pesticide residues in produce sold in Connecticut. A cooperative study by the Connecticut agricultural experiment station and the food division of the Connecticut department of consumer protection. Bulletin 971.

Wang, G., Zhao, Y., Gao, H., Yue, W., Xiong, M., Li, F., Zhang, H. and Ge, W. 2013. Co-metabolic biodegradation of Acetamiprid by *Pseudoxanthomonas* sp. AAP-7 isolated from a long-term acetamiprid-polluted soil. Bioresource Technology. 150: 259-265.

Wang, G., Zhu, D., Xiong, M., Zhang, H. and Liu, Y. 2016. Construction and analysis of an intergeneric fusion from *Pigmentiphaga* sp. strain AAP-1 and Pseudomonas sp. CTN-4 for degrading Acetamiprid and Chlorothalonil. Environmental Science and Pollution Research. 23(13): 13235-13244.

Wang, J., Hirai, H. and Kawagishi, H. 2012. Biotransformation of Acetamiprid by the white-rot fungus *Phanerochaete sordida* YK-624. Applied Microbiology and Biotechnology. 93(2): 831-835.

Wang, W.; Wan, Q.; Li, Y.; Xu, W. and Yu, X. 2019. Uptake, translocation and subcellular distribution of pesticides in Chinese cabbage (*Brassica rapa var. chinensis*). Ecotoxicology. Environmental Safety. 183, 109488.

Wellmann, H., Gomes, M., Lee, C., and Kayser, H. 2004. Comparative analysis of neonicotinoid binding to insect membranes: II. An unusual high affinity site for [3H] Thiamethoxam in *Myzus persicae* and *Aphis craccivora*. Pest Management Science: formerly Pesticide Science, 60(10), 959-970.

Wu, J. G., Luan, T. G., Lan, C. Y., Lo, W. H. and Chan, G. Y. S. 2007. Efficacy evaluation of low-concentration of ozonized water in removal of residual Diazinon, Parathion, methyl-parathion and Cypermethrin on vegetable. Journal of Food Engineering, 79(3), 803-809.

Yang, H., Wang, X., Zheng, J., Wang, G., Hong, Q., Li, S., Li, R. and Jiang, J. 2013. Biodegradation of Acetamiprid by *Pigmentiphaga* sp. D-2 and the degradation pathway. International Biodeterioration and Biodegradation. 85: 95-102.

Yang, T., Doherty, J., Zhao, B., Kinchla, A. J., Clark, J. M., and He, L. 2017. Effectiveness of commercial and homemade washing agents in removing pesticide residues on and in apples. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 65(44), 9744-9752.

Younas, M. , Naeem, M. , Raqib, A. and Masud, S. 2004. Population dynamics of cabbage butterfly (*Pieris brassicae*) and cabbage aphid (*Brevicoryne brassicae*) on five cultivars of cauliflower at Peshawar. Asian Journal of Plant Sciences,3: 391-393.

سابعا : الملاحق

ملحق (1) جدول درجات الحرارة الصغرى والعظمى والرطوبة النسبية لمحافظة كربلاء المقدسة خلال شهر أيار لسنة 2020 (وزارة النقل ، الهياة العامة للأنواء الجوية 2021) .

اليوم	درجات الحرارة الصغرى (مْ)	درجات الحرارة العظمى (مْ)	الرطوبة النسبية (%)
1	21.4	36.6	50
2	22.1	32.9	47
3	21.4	35.0	32
*4	21.4	41.5	28
**5	27.0	41.0	37
*6	21.5	30.4	44
**7	20.0	31.5	42
8	18.0	36.4	38
**9	24.0	41.4	34
10	24.4	32.6	32
*11	20.8	35.2	28
12	21.1	35.0	23
13	21.0	37.0	26
*14	22.0	40.2	29
15	25.4	41.2	22
16	24.4	41.5	24
17	24.2	43.2	24
*18	26.7	43.8	25
19	27.4	43.4	18
20	26.2	41.6	19
21	26.0	44.0	19
22	27.5	45.5	15
23	30.9	41.1	17
24	29.0	38.0	26
*25	20.8	32.0	26
26	21.6	36.1	25
27	25.6	40.8	19
28	27.4	41.2	20
29	28.3	39.3	19
30	24.4	35.7	19
31	23.8	39.0	18

(*) تمثل تاريخ اخذ عينات اوراق اللهانة لتحديد متبقيات المبيدين .

(**) تمثل تاريخ حساب عدد حوريات وبالغات حشرة مَنْ اللهانة .

ملحق (2) جمع عينات اوراق اللهانه المعاملة بالمبيدين وتعليمها وحفظها بالمجمدة لحين إجراء التحاليل عليها

ملحق (3) جهاز الموجات الصوتية

ملحق (4) جهاز الطرد المركزي

ملحق (5) فلتر ترشيح دقيق بحجم (0.45 µm)

ملحق (6) جهاز المبخر الدوار

ملحق (7) جهاز HPLC SYKAMN ألماني المنشأ

ملحق (8) جهاز Vortex

16/08/2020 12:33 م Calibration F:\spermin.CAL Page 1 of 2

Clarity - Chromatography SW
DataApex
www.dataapex.com

Calibration : F:\spermin
Description :
Created : 26/09/2018 10:54:43 ص
By : Administrator
Modified : 16/08/2020 12:32:16 م

Calculation	: ESTD	Mode	: Calibrate
Calibrate	: Automatic	Recalibration Type	: Average
Change Response	: Enable	Weight	: 0.25
Update Reten. Time	: Enable	Search Criteria	: 0.00%
Deviation Limit	: Not Used	Correlation Limit	: Not Used
Default Injected Volume	: Not Used		

Calibration Summary Table (ESTD - F:\spermin - Signal 1)

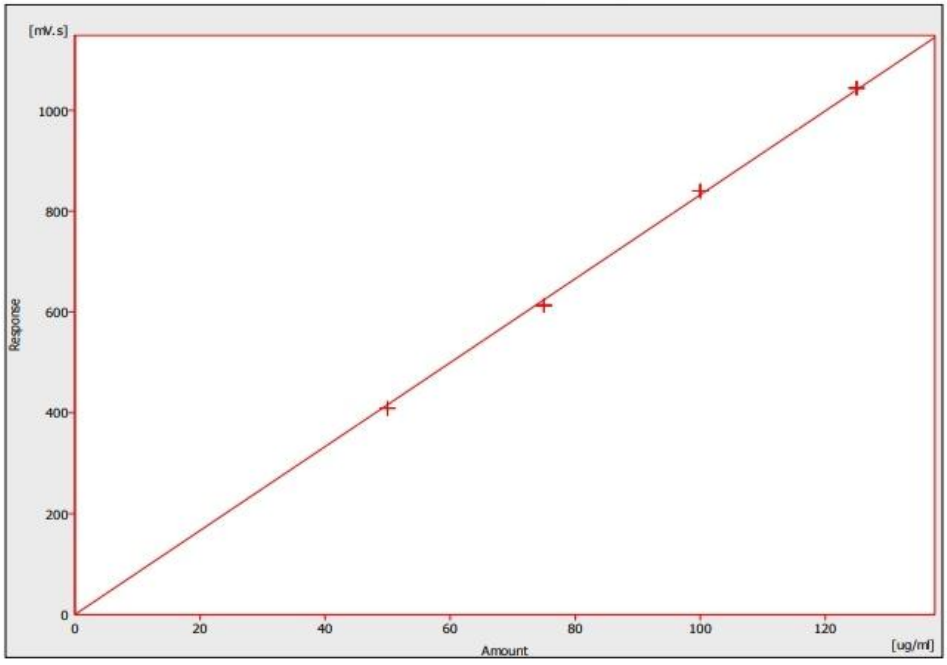
Used	Compound Name	Reten. Time	Left Window	Right Window	Peak Type	Peak Color	LOD	LOQ	RB	Resp. Factor
☒	acetamiprid	0.000	0.200 min	0.200 min	Ordnr		0.000	0.000	A	0.0000

16/08/2020 12:33 م Calibration F:\spermin.CAL Page 2 of 2

acetamiprid - Signal 1 - 0 min.

Compound Type	: Ordnr
Left Window	: 0.2 min
Right Window	: 0.2 min
Response Base	: Area
Curve Fit Type	: Linear
Origin	: Curve passes through Origin
Weighting Method	: None
Equation	: Y = 8.3237*X
Correlation Factor	: 0.9997588
Residuum	: 7.06452 [mV.s]
Linearisation X	: None
Linearisation Y	: None

	Response	Amount	Resp. Factor	Rec No.	Used
1	409.0000	50.0000	0.1222	1	☒
2	613.0000	75.0000	0.1223	1	☒
3	840.0000	100.0000	0.1190	1	☒
4	1044.0000	125.0000	0.1197	1	☒
5	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
6	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
7	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
8	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
9	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
10	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
11	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
12	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
13	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
14	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
15	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
16	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
17	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
18	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
19	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
20	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
BL	0.0000	Blank	0.0000	0	☒



ملحق (9) المنحني القياسي لمبيد Acetamiprid

19/08/2020 02:13 م Calibration F:\spermin.CAL Page 1 of 2

Clarity - Chromatography SW
DataApex
www.dataapex.com

Calibration : F:\spermin
Description :
Created : 26/09/2018 10:54:43 ص
By : Administrator
Modified : 19/08/2020 02:13:24 م

Calculation	: ESTD	Mode	: Calibrate
Calibrate	: Automatic	Recalibration Type	: Average
Change Response	: Enable	Weight	: 0.25
Update Reten. Time	: Enable	Search Criteria	: 0.00%
Deviation Limit	: Not Used	Correlation Limit	: Not Used
Default Injected Volume	: Not Used		

Calibration Summary Table (ESTD - F:\spermin - Signal 1)

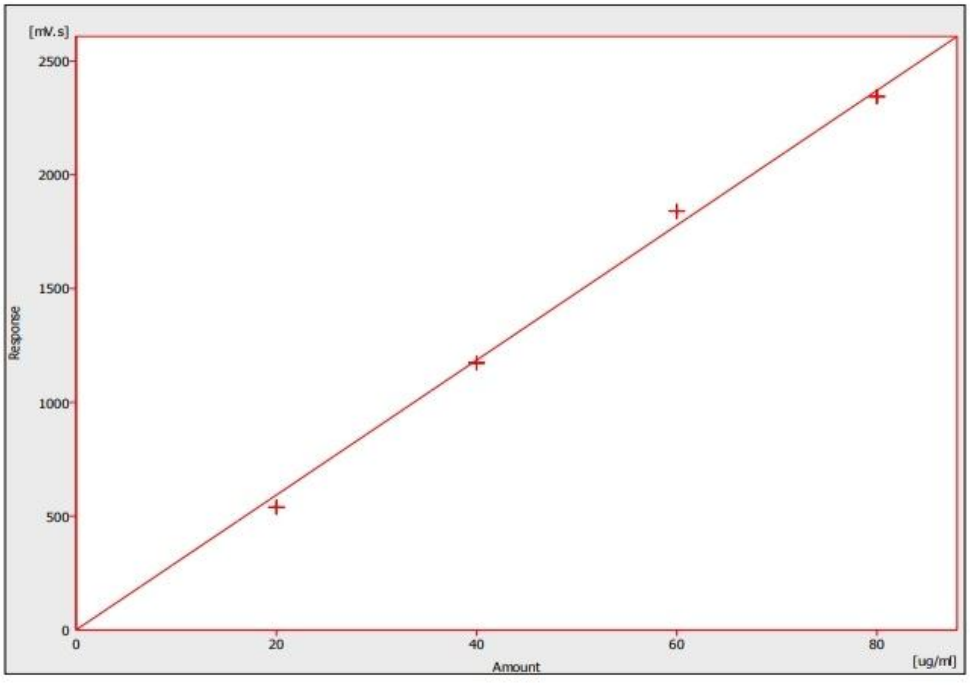
Used	Compound Name	Reten. Time	Left Window	Right Window	Peak Type	Peak Color	LOD	LOQ	RB	Resp. Factor
☒	THIAMETHOXAM	0.000	0.200 min	0.200 min	Ordnr		0.000	0.000	A	0.0000

19/08/2020 02:13 م Calibration F:\spermin.CAL Page 2 of 2

THIAMETHOXAM - Signal 1 - 0 min.

Compound Type	: Ordnr
Left Window	: 0.2 min
Right Window	: 0.2 min
Response Base	: Area
Curve Fit Type	: Linear
Origin	: Curve passes through Origin
Weighting Method	: None
Equation	: Y = 29.635*X
Correlation Factor	: 0.9985388
Residuum	: 38.95459 [mV.s]
Linearisation X	: None
Linearisation Y	: None

	Response	Amount	Resp. Factor	Rec No.	Used
1	539.0000	20.0000	0.0371	1	☒
2	1173.0000	40.0000	0.0341	1	☒
3	1840.0000	60.0000	0.0326	1	☒
4	2344.0000	80.0000	0.0341	1	☒
5	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
6	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
7	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
8	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
9	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
10	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
11	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
12	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
13	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
14	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
15	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
16	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
17	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
18	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
19	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
20	0.0000	0.0000	0.0000	0	☒
BL	0.0000	Blank	0.0000	0	☒



ملحق (10) المنحني القياسي لمبيد Thiamethoxam

16/08/2020 12:29 م Chromatogram F:\acetamiprid st (50 ppm).PRM Page 1 of 2

Chromatography Laboratory

HPLC , GC

Printed Version Info:

Printed Version	: Modified	Printed Date	: 16/08/2020 12:29:45 م
Report Style	: f:\Clarity\Common\Chromatogram.sty	By	: Administrator
Calibration File	: None		

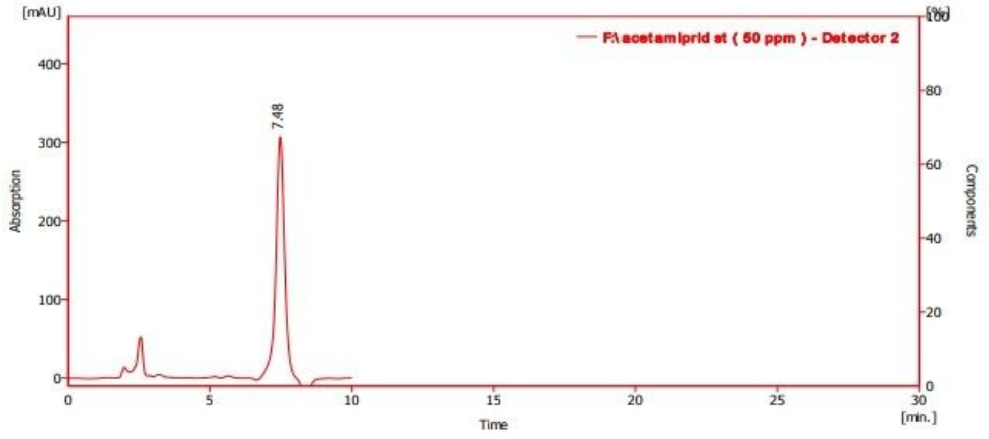
Sample Info:

Sample ID	: acetamiprid st (50 ppm)	Amount	: 0
Sample	: acetamiprid st (50 ppm)	ISTD Amount	: 0
Inj. Volume [mL]	: 0.05	Dilution	: 1

Method	: Default1	By	: DataApex Ltd.
Description	:		
Created	: 31/08/2006 04:43 م	Modified	: 16/08/2020 12:29 م
Column	:	Detection	:
Mobile Phase	:	Temperature	:
Flow Rate	:	Pressure	:
Note	:		

Autostop	: 10.00 min	External Start	: Start - Restart, Down
Detector 2	: Detector 2	Range 2	: Bipolar, 2000 mAU, 10 Samp. per Sec.
Subtraction Chromatogram	: (None)	Matching	: No Change

Base	: Not Used	Calibration File	: None	Calculation	: Uncal
Scale Factor	: Not Used	Units After Scaling	: Not Used	Uncal. Response	: 0
Unretained Time	: 0.00 min	Column Length	: 50.00 mm	Column Calc.	: From Width at 50% of Height
Result Table Reports	: All Peaks	Hide ISTD Peak	: Enabled		

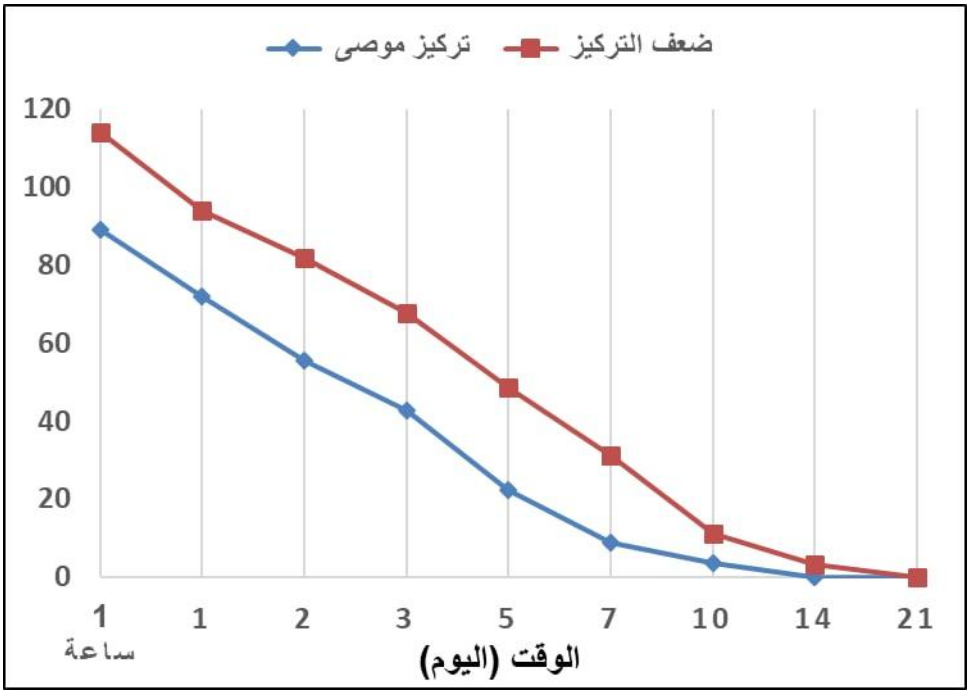


16/08/2020 12:29 م Chromatogram F:\acetamiprid st (50 ppm).PRM Page 2 of 2

Result Table (Uncal - F:\acetamiprid st (50 ppm) - Detector 2)

	Reten. Time [min]	Area [mAU.s]	Height [mAU]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]	Compound Name
1	7.480	409.907	61.651	100.0	100.0	0.12	
	Total	409.907	61.651	100.0	100.0		

ملحق (11) منحني المادة القياسية للمبيد Acetamiprid بتركيز 50 ملغم / لتر



ملحق (12) المدة الزمنية لتلاشي كميات المبيد Acetamiprid من اوراق اللهانة المعاملة به (ملغم / كغم) باستخدام التركيز الموصى به وضعف التركيز.

19/08/2020 01:25 م Chromatogram F:\THIAMETHOXAM 20 PPM.PRM Page 1 of 2

Chromatography Laboratory
HPLC , GC

Printed Version Info:

Printed Version	: Modified	Printed Date	: 19/08/2020 01:25:04 م
Report Style	: f:\Clarity\Common\Chromatogram.sty	By	: Administrator
Calibration File	: None		

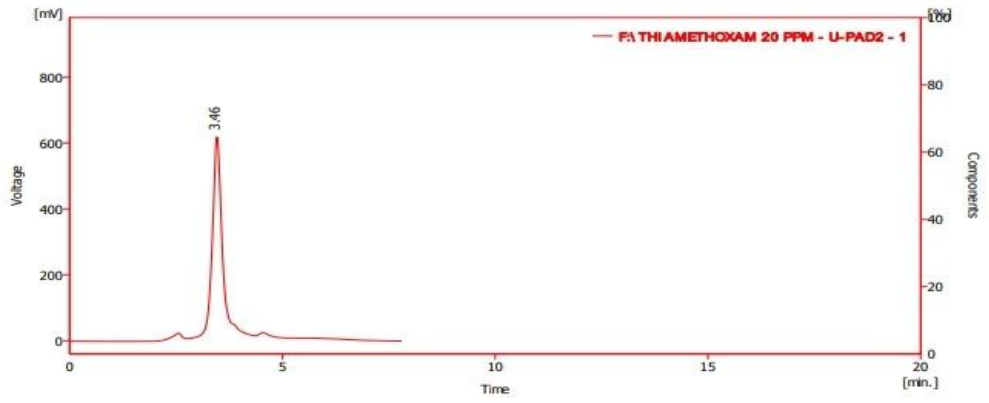
Sample Info:

Sample ID	: thiamethoxam 20 ppm	Amount	: 0
Sample	: thiamethoxam 20 ppm	ISTD Amount	: 0
Inj. Volume [mL]	: 0.1	Dilution	: 1

Method	: Default1	By	: DataApex Ltd.
Description	: Default method for Instrument 1		
Created	: 31/08/2006 04:43 م	Modified	: 19/08/2020 01:24 م
Column	: c18	Detection	:
Mobile Phase	:	Temperature	: 35
Flow Rate	: 1 ML/MIN	Pressure	:
Note	:		

Autostop	: 10.00 min	External Start	: Start - Restart, Down
Detector 1	: U-PAD2 - 1	Range 1	: Bipolar, 1250 mV, 12.5 Samp. per Sec.
Subtraction Chromatogram	: (None)	Matching	: No Change

Base	: Not Used	Calibration File	: None	Calculation	: Uncal
Scale Factor	: Not Used	Units After Scaling	: Not Used	Uncal. Response	: 0
Unretained Time	: 0.00 min	Column Length	: 250.00 mm	Column Calc.	: From Width at 50% of Height
Result Table Reports	: All Peaks	Hide ISTD Peak	: Enabled		

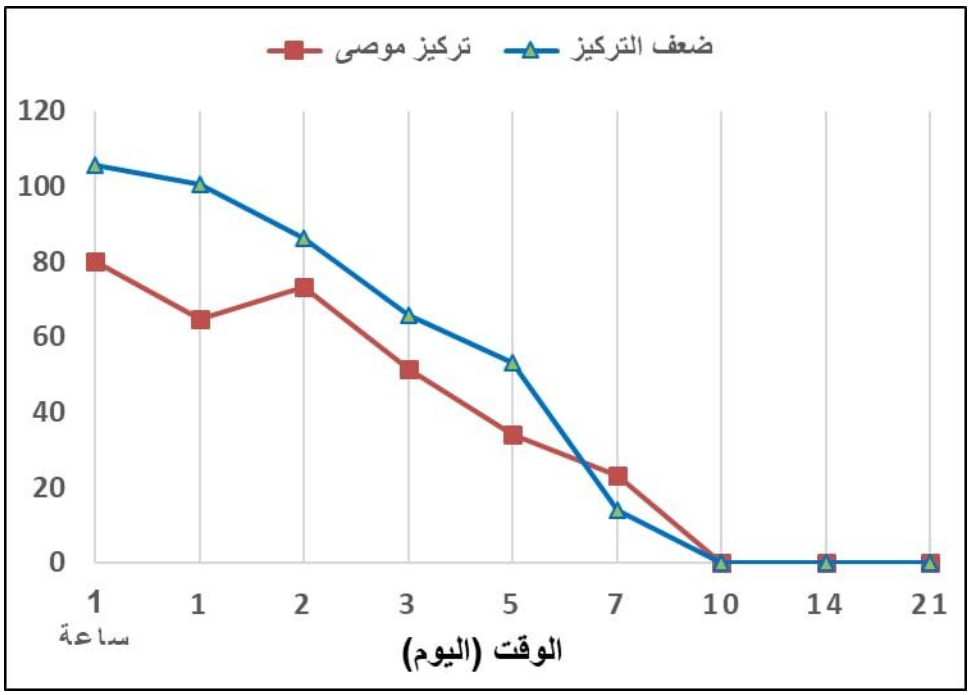


19/08/2020 01:25 م Chromatogram F:\THIAMETHOXAM 20 PPM.PRM Page 2 of 2

Result Table (Uncal - F:\THIAMETHOXAM 20 PPM - U-PAD2 - 1)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]	Compound Name
1	3.460	539.352	121.368	100.0	100.0	0.08	
	Total	539.352	121.368	100.0	100.0		

ملحق (13) منحني المادة القياسية للمبيد Thiamethoxam بتركيز 20 ملغم / لتر



ملحق (14) المدة الزمنية لتلاشي كميات المبيد Thiamethoxam من اوراق اللهانة المعاملة به (ملغم / كغم) باستخدام التركيز الموصى به وضعف التركيز.

Abstract

A field experiment was carried out to study the Efficiency of the two insecticides Acetamiprid and Thiamethoxam of the Neonicotinoids group, to control cabbage aphid *Brevicoryne brassicae* in the fields of the College of Agriculture, University of Kerbala, Department of Plant Protection, Iraq. During the 2019-2020 agricultural season, with the use of some food processes, such as washing with soap and water, soaking with salt and chemical solutions, and pickling to reduce the residue of the two pesticides on the leaves of the cabbage crop.

The results of the field evaluation study showed the Acetamiprid was significant than Thiamethoxam in mortality of adults and nymphs of *B. brassicae* reached 86.72 and 83.64%, respectively.

The result of the study showed that the Acetamiprid residue for 21 days with two concentrations 0.5 gr/litter and 1 gr /litter. The leaves contained a high concentration of the Acetamiprid after one hour of treatment, which was 88.93 mg /kg for 0.5 gr /litter concentration and 113.90 mg /kg for the 1 gr /litter. After that, the concentration of the insecticide decreased and within several days reached 3.70 mg /kg on the tenth day. The HPLC device did not sense any concentration of the treated leaves at 0.5 gr /litter, while the decrease in the insecticide in treated leaves with 1 gr /litter concentration reached 3.13 mg /kg after 14 days. The HPLC did not sensitive to any concentration after 21 days of treatment.

The study of Thiamethoxam residue for 21 days with two recommended concentrations 0.3 g / l and double concentration 0.6 g / l. It was found that the treated leaves contained a high concentration of the Thiamethoxam after one hour of treatment reached 80.23 mg /kg for the recommended concentration and 105.50 mg /kg for double concentration.

The insecticide concentration decreased for the following periods when the amount of the pesticide and the two concentrations reached for the seventh day to 23.23 mg /kg 13.90 mg /kg respectively. The HPLC did not sense any amount of the insecticide and for both concentrations.

The results of some food preparation processes and the chemicals used to remove the insecticide residues in the cabbage leaves showed significant differences. It was found that the Acetamiprid residue from the leaves treated with salt solutions and salt vinegar (a concentration of 100 g /liter for ten days and then with industrial vinegar for 5 days). It reached 88.41% clean from pesticide concentration and 85.83% salty solution. There were no significant differences from the use of chemicals (potassium permanganate and sodium bicarbonate), the insecticide was removed by 85.77 and 84.67%, respectively. The immersion in salty solution and salt vinegar (a concentration of 50 g /liter for 5 days and then with industrial vinegar for 10 days) achieved the removal of pesticide 82.23%, while the lowest removal rate of leaves washing with tap water only, immersion in industrial vinegar (acetic acid) for 5 days and washing with tap water and liquid soap with rates of 67.50, 69.79 and 69.97%, respectively. The same results were obtained with the Thiamethoxam after using food processes, and it was also found that immersion with salt solutions and salt vinegar (at a concentration of 100 g /liter for ten days, and then with industrial vinegar for 5 days), with a removal rate of 70.17%. The leaves treated with immersed in chemicals (potassium permanganate and sodium bicarbonate), where the pesticide was removed by 69.21 and 60.94%, respectively, while the lowest removal rate was from softening leaves, which was immersion with industrial vinegar (acetic acid) for 5 days., washing with tap water only and washing with tap water and liquid soap at rates of 29.95, 47.15 and 49.64%.

Ministry of Higher Education and Scientific Research
University of Kerbala
College of Agriculture
Department of Plant Protection

Efficiency of Insecticides Acetamiprid and Thiamethoxam to control Cabbage Aphid *Brevicoryne brassicae* (L.) Homoptera : Aphididae and assessing their residuals

Thesis submitted to

The Council of the College of Agriculture / University of Karbala as Partial Fulfillment of the Requirement for Degree of Master of Sciences in Agriculture – Plant Protection

By

Ahmed Boraire Ahmed Abu-Duka

Supervised By

Asst. Prof. Dr. Mushtak Talib Mohammadali

1442 A.H **2021 A.D**