

عنوان الرسالة : السلوك الإستقبائي واستحداث طرق جديدة لتقدير بعض الملوثات غير العضوية و العضوية في الأوساط المائية إيمان علي الحربي

مستخلص

تناولت الرسالة استخدام طريقتي فولتامتري النزعي الادمصاصي المهبطي - النبضي التفاضلي و ذو الموجة المربعة المقترحة لتقدير مبيد المالمثيون ، وقد اتسمت الطريقة بالدقة والانتقائية وذلك باستخدام أيونات النحاس الثنائي. وقد تم اختزال المركب عند رقم هيدروجيني مناسب (pH 2) بتجميع المترابك على قطب قطرة الزئبق المعلقة ثم قياس القمة المهبطية الناتجة عند -0.42 V و مقابل $Ag/AgCl$ كقطب مرجعي ، ثم تم بعد ذلك تحديد الظروف المثالية للطريقة المقترحة . أيضاً تم دراسة السلوك الاختزالي للمبيد باستخدام الفولتامتري الدوري (CV) . وقد أظهرت هذه الطريقة استجابة خطية سريعة لمدى واسع من التراكيز. وقد طبقت الطريقة بنجاح في تقدير مبيد المالمثيون في عينات المبيدات التجارية والمياه والتربة والخضروات ، وقد قورنت النتائج بطريقة كروماتوجرافيا الغاز وكانت النتائج مقاربة جداً .

كما تم استحداث طريقة فولتامترية انتقائية وبسيطة للتصنيف الكيميائي للأصناف غير العضوية للسيلينيوم حيث استخدم الكاشف المخلي ثورون-I بعد اختزال المترابك المتكون بينهما عند (pH=2) على قطب قطرة الزئبق المعلقة وقد تم تحديد الظروف المثالية للطريقة المقترحة . كما أمكن دراسة السلوك الاختزالي لمترابك السيلينيوم الرباعي مع الكاشف المخلي ثورون-I باستخدام (DP-CASV) و CV . كما طبقت تقنية الفولتامتري الدائري (CV) عند معدلات مختلفة من (Scan rate) والتي أعطت فكرة عن ميكانيكية وطبيعة التفاعل الاختزالي في الوسط الحمضي . كما تم دراسة تأثير الأيونات المختلفة على كفاءة هذه الطريقة . وقد قدر السيلينيوم السداسي بتطبيق الطريقة المقترحة وذلك بعد اختزاله باستخدام HCl الى الرباعي. وقد استخدمت الطريقة المقترحة في تقدير أيونات السيلينيوم الرباعي والسداسي (بعد اختزاله) في عينات مختلفة ، وقد قورنت نتائج هذه الطريقة مع نتائج طريقة ICP-MS كطريقة قياسية ، و كانت النتائج مرضية جداً .

كما استهدفت الرسالة دراسة السلوك الإستقبائي وميكانيكة ادمصاص أيونات الكاديوم الثنائي من المحلول المائي المحتوي على اليوديد على مدمص البولي يورثان المحمل بالكاشف العضوي Procaïn HCl وغير المحمل . وقد استخدمت الأعمدة المعبأة بالبولي يورثان المعالج بكاشف $PQ^+.Cl^-$ للإستبقاء الكامل واسترجاع الكاديوم في صورة $[CdI_4]^{-2}_{aq}$ عند معدل سريان مناسب . وأمكن حساب بعض الدوال المعبرة عن كفاءة عمود الفصل مثل عدد الطبقات النظرية (N) وسمك الطبقات (HETP) وحساب سعة عديد اليورثان المحمل بالكاشف للعمود قيد الدراسة في فصل أيونات الكاديوم .

Retention profile and novel methods for the determination of some inorganic and organic pollutants in aqueous media

Eman ali al-harbi
Abstract

The work carried out in this thesis can be summarized as follows :

i. Developing of two simple, sensitive and selective methods for the determination of malathion pesticide in soil and water samples. The two methods were based upon the SW-CASV and DP-CASV of malathion in aqueous media of pH 2 after accumulation of its copper (II) complex at HMDE and measuring the corresponding reduction peak current at -0.42 V versus Ag/AgCl reference electrode. The developed methods were applied successfully for the analysis of trace and ultra trace concentration of malathion in water, pesticidal formulations, vegetables and soil sample. The developed methods were compared successfully with the standard GC-MS. The most probable reduction mechanism was safely assigned with the aid of cyclic voltammetry (CV) .

ii. Studying the redox behavior of selenium (IV) – Thoron-I chelate in aqueous media of various pH at HMDE by DP-CASV and CV in an attempt to develop a highly sensitive and selective stripping voltammetric method for the chemical speciation of selenium (IV &VI) species. The method was based upon accumulation of selenium (IV)- Thoron –I complex at HMDE and measuring the current of the cathodic peak using DP-CASV. Selenium (VI) species were determined by the method after reduction to selenium (IV) with HCl to trivalent. The method was applied for the chemical speciation of selenium (IV &VI) species. The method was also applied satisfactorily for the analysis of total inorganic selenium (IV& VI) species in pharmaceutical preparation, certified reference material, water , milk and vegetables. The developed method was validated by comparison with the data obtained by ICP-MS .

iii. Investigating the retention profile and kinetic characteristics of cadmium (II) uptake from the aqueous iodide media onto $PQ^+.Cl^-$ immobilized PUFs solid sorbent. The reagent $PQ^+.Cl^-$ treated PUFs was successfully packed in column for complete retention and recovery of cadmium as $[CdI_4]_{aq}^{-2}$ at reasonable flow rate. The performance of the $PQ^+.Cl^-$ -PUFs packed columns in terms of HETP, N, critical capacity and the breakthrough capacity towards cadmium (II) was evaluated .