

دراسة استخدام الطرق الكهروكيميائية لتحديد وتقدير مثبطات التهب العضوية

إعداد

رنيم محمد جازي المحمدي

تحت إشراف

أ.د. إكرام يوسف دأنش

د. محمد ظاهر سومرو

المستخلص

قدمت الدراسة الحالية تطوير مستشعر كهروكيميائي حساس لتقدير مثبط التهب ثلاثي فينيل الفوسفات (TPhP) باستخدام القطب الكربوني الزجاجي (GCE). يعتبر ثلاثي فينيل الفوسفات ملوث بيئي ومسرطن. بسبب استخدامة الواسع، يتسرب إلى البيئة عن طريق التطاير من المواد البلاستيكية ليتراكم في البيئة ويستقر لفترات طويلة جدا. علاوة على ذلك، يتسرب فينيل الفوسفات إلى مياه الشرب عن طريق استخدام علب الماء المعداد تدويرها.

في هذه الدراسة تم تقدير TPhP بكفاءة عالية باستخدام الطرق الكهروكيميائية لأول مرة. فقد تم تحديد TPhP مباشرة من خلال تفاعل الأكسدة الكهروكيميائية في خليط مائي و تم فحص الأكسدة الكهروكيميائية لـ TPhP بواسطة قياس الجهد الكهربي الدوري (CV). كما تم تحسين الظروف التشغيلية مثل اختيار المحلول الداعم المناسب، وتركيز المحلول في الخليط المائي و معدل المسح الضوئي المناسب. بالإضافة إلى ذلك، تم استخدام الفولتامترية الحلقية للحصول على السلوك الكهروكيميائي لـ TPhP باستخدام جسيمات الحديد النانوية الغروية (Fe NPs) المعدلة GCE. تم وضع طبقة رقيقة من الحديد النانوي الغروي على سطح القطب بواسطة طريقة الطلاء. بعد ذلك تم استخدام جهاز الإستشعار الكهروكيميائي المستند إلى Fe NPs بنجاح للكشف عن TPhP في خليط مائي. ومع ذلك، فإن ذروة أكسدة TPhP على Fe NPs المعدلة على GCE لم يكن أكبر بكثير من GCE العاري. لذلك، لتجنب تعقيد تعديل القطب، تم الإعتماد على GCE العاري للحصول على كشف بسيط وسريع وحساس وانتقائي لـ TPhP. كما تم استخدام الفولتامترية ذو الموجة المربعة (SWV) باستخدام GCE العاري وتم ضبط قيمه لإنشاء منحى معايرة خطية لمجموعة واسعة من التركيزات ٨ - ٠,١ مللي جرام/ مللي لتر. وقد تم حساب أقل تركيز لفينيل الفوسفات يمكن الكشف عنه ويساوي ٠,٠٠٠١٧ مللي جرام/ مللي لتر. كما تم استخدام المستشعر الكهروكيميائي المقترح بنجاح لتحديد TPhP في عينات ماء الصنبور ومياه الشرب مع قيم استرداد في حدود ٩٠ - ١٠٢٪. تم إجراء دراسة التداخل ووجدت تداخلات بسيطة مع الأيونات الأخرى الموجودة في عينات المياه الحقيقية. تتمتع الطريقة الواعدة بميزة تنافسية على الطرق التحليلية التقليدية الموجودة للكشف عن TPhP في محلول مائي.

The Quest for Electrochemical Detection and Determination of Organic Flame Retardants

By

Raneem Mohammad AL-Mohammadi

Supervised By

Prof. Dr. Ekram Yousef Danish

Dr. Muhammed Tahir Soomro

Abstract

A novel electrochemical sensor for the detection of organophosphate flame retardants triphenyl phosphate (TPhP) using a bare glassy carbon electrode (GCE), for the first time, is presented here. The TPhP can be directly determined through electrochemical oxidation in an aqueous mixture. The electrochemical oxidation of TPhP was investigated by cyclic voltammetry (CV). The operational parameters such as supporting electrolyte, the concentration of the aqueous mixture and scan rate have been optimized. In addition, the CV behavior of TPhP on colloidal iron nanoparticles (Fe NPs) modified GCE was also investigated. The Fe NPs suspension was coated on the surface of GCE to construct thin-film Fe NPs modified GCE electrochemical sensors. The prepared Fe NPs based electrochemical sensors were successfully used to detect TPhP in an aqueous mixture. However, the oxidation peak current on Fe NPs modified GCE was not much greater than on the bare GCE. Therefore, to avoid the complexity of electrode modification, simple, fast, sensitive and selective detection of TPhP on bare GCE is demonstrated. The square wave voltammetry (SWV) on bare GCE was used to establish a linear concentration range and find the limit of detection. Upon the optimization of square wave parameters, including amplitude, step potential, and pulse width values, the oxidation peak current was linearly related to the concentration of TPhP in the range of 0.1 - 0.9 and 1 – 8 mg ml⁻¹ with a detection limit of $\sqrt{\times 10^{-4}}$ mg ml⁻¹ for lowest range.

The proposed method was successfully used to determine TPhP in tap and drinking water samples with the recovery in the range of 90-102%. The interference study was conducted and found minimal interference from the other analytes present in the real water samples. The promising method has a competitive advantage over the already existing conventional analytical methods for the detection of TPhP in an aqueous solution.