أستحداث طرق فصل كروماتوجرافيا و تقدير بعض المكونات غير العضوية و العضوية في اوساط معقدة مختلفة

للطالب: ذياب علي محمد الإرياني

إشراف: أ.د. صالح عمر باحفي

أ.د. محمد سرور الشهاوي

المستخلص

من المعروف أنة في الآونة الأخيرة زاد إهتمام الباحثين لتطوير العديد من طرق التحاليل الدقيقة لتقدير العديد من العناصر الثقيلة مثل الزئبق الثنائى، وبالمثل فإن الدراسات التي تتناول تطوير طرق جديدة للتحليل الدقيق للبيوثيولات مثل الجلوتاثيون والسستئين، وما إلى ذلك، باستخدام كاشف الاقتران الأيوني والذي يمكن استخدامه ككاشف فلوروطيفي بسبب خصائصة الاستثنائية:

١. دراسة السلوك الفصلى و الاستبقائى لأيونات الزئبق الثنائى فى المحاليل ألمائية بواسطة عديد اليورثان المحمل بأحد الكاشفات العضوية ذات الصفة ألانتقائية 4-(2-thiazolylazo) resorcinol (TAR) لأيونات الزئبق الثنائى. تضمنت الدراسة دراسة العوامل الموترة على عملية الفصل للأيونات الزئبق و ألسلوك الحركى و الدينامكى الحرارى . كما أمكن ايضا استخدام عمود من عديد اليوريثان المحمل فى الفصل الكروماتوجرافى و التقدير الكمى لأيونات الزئبق فى ألأوساط المائية بكفاءة ممتازة.

٢. تطوير طريقة تحليلية فلوروطيفية جديدة لتقدير أيونات الزئبق الثنائي في الأوساط المائية، و تعتمد الطريقة المطورة على تفاعل متراكب الزئبق الثنائي $[HgI_4]^{2-}$ مع احد الأزواج ألأيونية مثل البروكايين هيدروكلوريد و استخلاص المتراكب الناتج باستخدام الفصل بالمذيب (LLE) ثم القياس باستخدام تقنية الفلورومترى (Spectrofluorometry)، وتم التخلص من التداخلات و من ثم زيادة حساسية التقدير.

٣. استنباط طريقة ميكروية مبتكرة قائمة على أساس المذيبات والتي تستند إلى تشتيت السائل في السائل (DLLME) المقترنة بالموجات فوق الصوتية باستخدام سائل مشتت للمذيب في الوسط المائي ثم الاستخلاص والقياس باستخدام تقنية الفلورومترى (Spectrofluorometry) لتقدير تراكيز متناهية الصغر من الزئبق الثنائي في المياة،

٤. تطوير الطريقة الميكروية المبتكرة (DLLME) المقترنة بالموجات فوق الصوتية ومن ثم بالقياس باستخدام تقنية الفلورومترى (Spectrofluorometry)، كطريقة فائقة الحساسية للتقدير المتسلسل الذي يعرف بـ(OFF/ON) لأيونات الزئبق الثنائي وكذلك البيوثيولات.

Novel Methods for Chromatographic Separation and Determination of Inorganic and Organic Complex Species in Different Matrices

By: Diab Ali Mohammed Al-Eryani
Supervised by:
Prof. Saleh Bahaffi
Prof. Mohammad El-Shahawi

Abstract

The interest of researchers dealing with toxicity of materials is mostly related to trace heavy metal ions and organic solvents. Similarly, studies dealing with developing of novel methods for precise analysis of biothiols like glutathione, cysteine, etc are predominated by selection of ion pairing reagent which can be used as a fluorescence probe due to its exceptional properties. Thus, the work in this study was focused on:

1. Studying the retention profile, kinetics, thermodynamic and sorption isotherms of a mercury retention from aqueous solution by treated 4-(2-thiazolylazo) resorcinol (TAR) polyurethane foam (PUF) solid phase extractor (SPE). Chromatographic separation of Hg^{2+} from aqueous media by reagent treated PUFs as low cost and effective solid sorbent was achieved successfully by sorbent packed column.

2. Developing a novel ion pairing based conventional liquid-liquid extraction for spectrofluorimetric determination and chemical speciation of mercury(II) species in water samples. Extraction mechanism and stoichiometry and thermodynamics characterizations of the ternary complex ion associate of $[HgI_4]^{2-}$ and the probe along with selectivity, method validation studies and analytical applications are performed.

3. Developing a novel ion pairing based auxiliary solvent based dispersive liquid-liquid microextraction for trace determination and chemical speciation of mercury(II) in water samples. Extraction mechanism and stoichiometry and thermodynamics characterizations of the complex ion associate along with selectivity and method validation studies. Fluorescence quenching mechanism and various parameters like apparent stability and binding constants were computed.

4. Emergent an ultra-sensitive off/on fluorescent probe for sequential determination of mercury(II) and biothiols using ultrasound-assisted dispersive liquid-liquid microextraction is included.