جامعةالموصل

كليةالعلوم

تصميم نظام كشف كهروكيميائي للتحليل بالحقن الجرياني : التقدير غير المباشر للحامض الأميني الأرجنين

رسالة تقدمت بها

سلوان مؤيد علي القاضلي

الى مجلس كلية العلوم في جامعة الموصل

وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير في الكيمياء الفيزيائية

بإشراف

الأستاذ المساعد الدكتور

عامر ذنون عبدالرحمن الطائي

1437هـ 2016م

الخلاصة

تضمنت الرسالة تصميم نظام كشف كهروكيميائي محلياً ذوقطبين عاملين لتطبيقه في نظام التحليل بالحقن الجرياني ويتضمن تصميم الخلية المصنوعة من التفلون جزأين ، الأول يحتوي على قطب المرجع و هو قطب الفضة /كلوريد الفضة المشبع بكلوريد البوتاسيوم (Ag/AgCl.Sat.KCl) والجزء الثاني يحتوي على قطبين عاملين ، قطب الذهب وقطب الكرافيت ويتوسطهما القطب المساعد وهو قطب الفضة ويبعد كل من القطبين العاملين عن القطب المساعد (2) ملم ، وقد تم عمل فتحة لدخول المحلول Inlet وبمقدار (1) ملم وأخرى لخروجه Outlet ووضع حلقة مطاطية (washer) بين جزئي الخلية اللذين تم تثبيتهما بواسطة ثلاثة لوالب (براغي) ويبلغ نصف قطر الخلية الأسطوانية (26) ملم وبارتفاع (1) ملم ، وتم اختبار نظام الكشف عن طريق حقن (1) مل من محلول (0.02) مولاري من أيون الحديديك ولم يتم الحصول على أشارة واضحة للتحليل لذلك أجري تعديل على التصميم عن طريق زيادة عمق الخلية من (1) ملم إلى (1.5) ملم وتقليل المسافة بين الأقطاب العاملة والقطب المساعد إلى (0.5) ملم وتم اختباره بنفس الطريقة ونفس المحلول وقد أعطى نتائج جيدة وإشارة واضحة لذا تم اعتماده في التجارب اللاحقة .

وقد تضمن البحث ثلاثة أجزاء وتشمل ما يأتي :

الجزء الاول :

استخدام نظام الكشف في التقدير المباشر لنظام Fe^{+3}/Fe^{+2} باستخدام كلا القطبين العاملين (الذهب والكرافيت) إذ تم اختيار نظام بسيط للأكسدة والاختزال لغرض فحص نظام الكشف وبيان مدى صلاحية التصميم إذ تم دراسة الظروف المثلى وتم اختبار المنحني القياسي بتسجيل الفولتاموغرام لسلسلة من المحاليل القياسية لأيون الحديديك وقد أظهرت النتائج نجاح التصميم المقترح لخلية الجريان باستخدام القطبين العاملين وأعطى نتائج خطية ضمن التراكيز المدروسة وكانت قيم مربع معامل الارتباط في حالة قطب الذهب (R^2=0.8933) وقطب الكرافيت (R^2=0.9547) .

الجزء الثاني :

دراسة تمهيدية لغرض استخدام الخلية في التقدير غير المباشر للحامض الأميني الأرجنين وذلك بمتابعة الانخفاض الحاصل لقمة اختزال حامض النتروز والتي تظهر عند جهد (0.45−)فولت كنتيجة لإضافة الحامض الأميني وتمت الدراسة باستخدام فولتامتري الموجة المربعة باستخدام قطب الزئبق ذي القطرة المعلقة وجهاز الفولتامتري وتمت دراسة الظروف المثلى للقياس وأختبار المنحني القياسي للأرجنين حيث كانت العلاقة خطية بين تيار الاختزال والتراكيز وبمربع معامل ارتباط (R^2=0.9783) ومن خلال النتائج تبين أنه يمكن تطبيق الطريقة باستخدام التحليل بالحقن الجرياني ونظام الكشف المصمم .

الجزء الثالث :

استخدام نظام الكشف المصمم في التقدير غير المباشر للحامض الأميني الأرجنين بطريقة التحليل بالحقن الجرياني إذ تم دراسة الظروف المثلى للقياس ودراسة المنحني القياسي للأرجنين على سطح كل من

قطب الذهب وقطب الكرافيت (الأقطاب العاملة) وقد تبين أن العلاقة خطية بين قيم تيار الاختزال والتراكيز وقد كانت قيمة مربع معامل الارتباط لقطب الذهب (R^2=0.9589) ولقطب الكرافيت (R^2=0.899) .

University of Mosul
College of Science

Construction of Electrochemical Detection System for Flow Injection Analysis: Indirect Determination of Arginine Amino Acid

M. Sc. Thesis Submitted by

Salwan Moayad Ali Al-Kadhely

To

The Council of the College of Science

University of Mosul

In Physical Chemistry

Supervised by:

Asst. Prof. Dr. Amer Th. Al-Taee

2016 A.D. 1437 A.H

ABSTRACT

This thesis include the construction and description of the home made electrochemical detection cell with two different working electrodes, for using it in Flow Injection Analysis system, it consist of two parts Teflon body cell, the first part contains the reference electrode silver/silver chloride saturated potassium chloride (Ag/AgCl .sat. KCl) and the second part contains the two working electrodes [graphite and gold] and the auxiliary electrode placed in the middle of the two working electrodes with distance of (2) mm from each one,1 mm diameter inlet and outlet were drilled into the body, the two parts of the cell body were clamped together with three screws, the diameter of cylindrical cell is (26)mm with depth of (1)mm.

To examine the construction design (1) ml of (0.02) M ferric ions was injected in to carrier stream but no detectable signal was obtained therefore modification of the construction was done by increasing the cell depth from (1) mm to (1.5) mm (increasing the cell volume) and decreasing the distance between the working electrodes and the auxiliary electrode to (0.5) mm then the cell checked again, good results and clear signal were obtained.

The work including three parts:

Part I: direct determinations of Fe^{+2}/Fe^{+3} by using graphite (GC) and gold (Au) as working electrodes, The optimum conditions were studied and the calibration curves were constructed for ferric ions and the results show a success of the flow cell design and a linear calibration were obtained in the range of the studied concentrations with square correlation coefficient (R^2=0.8933) in case of gold electrode and (R^2=0.9547) in case of graphite electrode.

Part II: A preliminary study for the indirect determination of amino acid arginine using the constructed detection system by follow up the decreases at reduction peak of nitrous acid which appeared in (-0.45) volt as a result of arginine addition, the study was conducted by using square wave voltammetry with hanging mercury drop electrode, The optimum conditions were examined and testing the calibration curve of arginine was done, The relationship between the reduction current and the concentrations was linear with square correlation coefficient (R^2=0.9783) ,the

results shows that this method can be applied using the flow injection analysis and the constructed detection system .

Part III: the use of the constructed detection cell for the indirect determination of amino acid arginine by FIA was tested, The optimum conditions were studied and the calibration curves for arginine on both gold and graphite electrodes (working electrodes) were constructed, The plot of concentrations versus reduction current gives a linear relation with square correlation coefficient (R^2=0.9589, 0.988) for gold electrode and graphite electrodes respectively.