

الفصل الكروماتوجرافي و التقدير الكمي لبعض ايونات  
الأوكسي في المياه باستخدام الاستخلاص بالطور الصلب  
المعالج بمواد متناهية الصغر

إعداد:

مروج أسعد عبدالمجيد الفت

إشراف:

أ.د. محمد سرور الشهاوي

د. عفت عبدالعزيز باحيدرة

## المستخلص العربي

من المعروف ان تلوث المياه بالملوثات غير العضوية مثل ايونات الأوكسي كايونات ثنائي الكرومات ( $Cr_2O_7^{2-}$ ) وايونات فوق الكلورات ( $ClO_4^-$ ) يشكل العديد من المخاطر على توازن النظام المائي البيئي وعلى بقاء الكائنات الحية لما لها من أضرار على صحة الكائن الحي، ومن المعروف ان هذا النوع من الكيماويات لم يدرس كثيرا و ايضا كانت الحاجة ملحة لتطوير طرق إزالة لأيونات الأوكسي تكون فعالة وبسيطة وقليلة التكلفة تعتمد على استخدام العديد من الأطوار الثابتة بعد تحميلها كيميائيا أو فيزيائيا بمواد نانوية . أيضا تم استخدام تقنية الفصل بالمذيب وهيا من الطرق التي لها اهمية كبيرة جدا وبناءً على ذلك تضمنت هذه الأطروحة النقاط التالية:

- 1- استخدام الطور الثابت من عديد اليورثان الرغوي الإسفنجي المحمل بمواد نانوية ومنها sol-gel واستخدامها كطور ثابت ميكروني في فصل وتقدير ايونات الكروم السداسي لما له من سمية عالية في الماء.
  - 2- تضمنت الأطروحة ايضا دراسة الخواص السطحية للطور الثابت قيد الدراسة باستخدام العديد من التقنيات لتحديد ميكانكية الفصل. ومن ثم تم دراسة العديد من العوامل التي تؤثر على إمكانية فصل ايونات الكروم السداسي باستخدام الطور الثابت قيد الدراسة.
  - 3- دراسة السلوك الحركي لعملية الفصل وتطبيق العديد من الانماط (Models) المستخدمه ومن ثم تحديد النمط المناسب.
  - 4- دراسة تأثير الحرارة لعملية الفصل ومن ثم تم حساب العديد من الدوال التيرموديناميكية (Thermodynamic) لعملية الفصل ومن ثم حساب العديد من الدوال الدينامكية .
  - 5- تم استخدام الطور الثابت المحمل ب sol-gel في فصل وتقدير ايونات الكروم السداسي من عينات بيئية من المياه .
  - 6- تم دراسة العديد من العوامل المختلفة التي تؤثر على فصل وتقدير ايونات فوق الكلورات ( $ClO_4^-$ ) بتقنية الفصل بالمذيب بواسطة صبغة الرودامين B وذلك بتكوين مترآكب ايوني ثنائي بين صبغة الرودامين و ايون فوق الكلورات، تم ايضا استحداث طريقة دقيقة للتقدير الكمي لأيونات فوق الكلورات ( $ClO_4^-$ ) وتكوين زوج ايوني من ايون ( $ClO_4^-$ ) مع كاشف الرودامين - B باستخدام تقنية الفلورسنس .
- الكلمات المفتاحية: الأوكسي ايون، ايونات الكروم السداسي ، ايونات فوق الكلورات ، الفوم الإسفنجي المعالج بمواد نانوية متناهية الصغر، تنقية البيئة من الملوثات.

**Chromatographic Separation and  
Determination of Some Oxyions in Water Using  
Nanosized Material Impregnated Solid Phase  
Extractor**

**by:**

**Moroog Asad Abdalmjeed Olfat**

**Supervised by**

**Prof. Mohammad. S. El-Shahawi**

**Dr. Effat. A. Bahaidarah**

## Abstract

Water pollution by oxyions residues like dichromate ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ), perchlorate ( $\text{ClO}_4^-$ ), etc. represents an important task for human beings. On the other, hand this class of chemicals is not well studied in the literature. The tendency has been oriented towards developing green extraction methodologies for removal and subsequent determination of trace levels of these chemicals whose hazard effect mainly depends on their oxidation states. Thus, the overall work presented in this thesis is focused on:

- i. Developing a novel solid phase microextraction involving sol-gel treated polyurethane foams (PUFs) as dispersive solid phase microextractor (d- $\mu$  SPME) for complete removal of chromium (VI) ions from aqueous media and subsequent determination of chromium (VI) in water samples.
- ii. Studying the retention profile of dichromate anions from aqueous media containing HCl by nanosized sol-gel treated PUFs.
- iii. Assigning the kinetics and thermodynamics characteristics of chromate sorption by the established solid phase microextractor.
- iv. Testing the analytical utility of the established solid d- $\mu$  SPME involving sol-gel treated PUFs for complete extraction and recovery of chromium (VI) from water.
- v. Studying the various parameters that control the liquid-liquid extraction (LLE) of perchlorate anions ( $\text{ClO}_4^-$ ) uptake from aqueous media by Rhodamine B dye.
- vi. Deploying a spectrofluorimetric method for determination of perchlorate anions in water. The method was based upon the use of dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) for preconcentration of ultra-trace levels of perchlorate anions followed by spectrophotometric and spectrofluorimetric determination in water.

**Keywords:** Oxyions; Dichromate anions; Perchlorate; Solid phase microextraction;  
Dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) ; Water samples