

Electrochemiluminescence of Luminol on Highly Ordered TiO₂ yang Nanotube Arrays and Commercial Screen-Printed Carbon Electrodes for Analytical Sensing = Elektrokhemiluminesensi Luminol pada Deretan Nanotube TiO₂ yang Sangat Teratur dan Elektroda Karbon Sablon Komersial untuk Penginderaan Analitik

Abdul Basit, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=9999920572857&lokasi=lokal>

Abstrak

Studi ini mengeksplorasi penciptaan sensor inovatif berbasis elektrokhemiluminesensi (ECL) yang ditujukan untuk mendeteksi hidrogen peroksida (HO) pada elektroda titanium dioksida nanotube-array (TiO₂NTs). Elektroda TiO₂NTs disiapkan dengan oksidasi anodik pelat titanium menggunakan 0,3% (b/b) amonium fluorida dalam larutan etilen glikol 98% dan 2% air berdasarkan volume, menggunakan platinum dan baja tahan karat (elektroda lawan), diikuti dengan pemanasan film TiO₂NT yang dihasilkan pada 450°C selama 2 jam untuk memfasilitasi kristalisasi anatase. TiO₂NT yang dianil dikarakterisasi dan menunjukkan bahwa TiO₂NT yang dikembangkan pada baja tahan karat menunjukkan tatanan struktural yang lebih unggul dibandingkan dengan yang dikembangkan pada platinum. Voltametri siklik mengungkapkan bahwa elektroda baja TiO₂NT menunjukkan luas permukaan elektroaktif yang lebih besar, sehingga meningkatkan kinerja elektrokimianya dibandingkan dengan TiO₂NT-Pt. Film TiO₂NT yang telah disiapkan dirakit sebagai elektroda kerja, dengan mengubah elektroda kerja pada elektroda sablon komersial. Elektroda yang diubah digunakan dalam identifikasi HO melalui elektrokhemiluminesensi luminol, yang ditempelkan pada permukaan TiO₂NT. Setelah eksitasi pada -0,6 V (vs. Ag/AgCl), oksidasi elektrokimia luminol menghasilkan sinyal ECL, yang selanjutnya diperkuat oleh konsentrasi HO, yang menghasilkan pembentukan radikal oksigen (O•) yang memfasilitasi oksidasi luminol. Penyesuaian cermat beberapa parameter, seperti pH, konsentrasi luminol, durasi anodisasi, dan laju pemindaian, menghasilkan peningkatan sensitivitas dan reproduktifitas. Elektroda baja SPE-TiO₂NT menunjukkan respons ECL linear terhadap konsentrasi hidrogen peroksida (HO) yang berkisar dari 10 µM hingga 1000 µM. Kurva kalibrasi direpresentasikan oleh persamaan $y = 0,0037[HO] + 0,2000$, yang menunjukkan koefisien korelasi tinggi $R^2 = 0,99$. Sensor mencapai batas deteksi (LOD) sebesar 23,57 µM dan batas kuantifikasi (LOQ) sebesar 78,5 µM, dan menunjukkan reproduktifitas yang luar biasa dengan deviasi standar relatif (RSD) sebesar 2,03% (n=3). Pemeriksaan empiris terhadap air keran yang dicampur dengan spikula menunjukkan tingkat pemulihan berkisar antara 92,92% hingga 98,50%, disertai dengan nilai %RSD yang masing-masing tetap di bawah 3,12% dan 2,22%. Hasilnya menunjukkan bahwa sensor yang dikembangkan dapat digunakan untuk analisis lingkungan dan klinis praktis.

Dalam studi lain, sensor yang dikembangkan beroperasi menggunakan elektrokhemiluminesensi (ECL) luminol pada elektroda karbon cetak saring (SPCE) untuk menentukan insektisida karbamat isoprokarb. Luminol digunakan sebagai probe luminesensi yang diimobilisasi pada permukaan SPCE. Permukaan SPCE menawarkan konduktivitas dan mobilitas yang sangat baik untuk reaksi redoks elektrokimia luminol. Luminol 0,3 V menghasilkan sinyal ECL yang lemah karena oksidasi elektrokimia luminol pada permukaan SPCE pada potensial eksitasi. Sinyal ECL yang lemah diperkuat beberapa kali dengan menambahkan ko-

reaktan, H_2O_2 yang menghasilkan radikal $\text{O}_2^\bullet$ untuk meningkatkan oksidasi elektrokimia luminol. Di sisi lain, isoprokarb mengurangi sinyal ECL luminol. Penurunan intensitas ECL luminol yang disebabkan oleh isoprokarb digunakan sebagai alat analisis untuk menentukan keberadaan insektisida isoprokarb. Untuk mencapai hasil yang sangat tepat dan akurat, berbagai faktor kimia (waktu kontak, pH, laju pemindaian, dan konsentrasi ko-reaktan) dioptimalkan. Intensitas ECL luminol menurun secara linier dengan meningkatnya konsentrasi isoprokarb dalam kisaran 6 hingga 150 nM. Persamaan regresi adalah $y = 0,0606x - 9,37$ dengan nilai $R^2 = 0,99$. Sensor yang dikembangkan memberikan batas deteksi yang lebih rendah (5.1 nM) dan kuantifikasi (15 nM), menghasilkan hasil yang lebih sensitif dibandingkan dengan sensor listrik dan non-listrik lainnya. Sensor yang dikembangkan menunjukkan selektivitas tinggi terhadap isoprokarb dengan adanya analit interferensi lainnya (asam folat, D-glukosa, asam L-askorbat, MgSO_4 , dan Na_2SO_4 , karbaril, klorpyrifos), dengan nilai %RSD di bawah 5%. Selain itu, stabilitas yang luar biasa pada 7 pengukuran pada hari yang berbeda dicatat, dengan %RSD sebesar 2%, menunjukkan bahwa instrumen yang dikembangkan memiliki potensi signifikan untuk mendeteksi isoprokarb secara akurat.

.....This study explores into the creation of an innovative electrochemiluminescence (ECL)-based sensor aimed at detecting hydrogen peroxide (H_2O_2) at titanium dioxide nanotubes-array (TiO_2NTs) electrodes. TiO_2NTs electrode were prepared by anodic oxidation of titanium plates using 0.3% (w/w) ammonium fluoride in 98% ethylene glycol solution and 2% water by volume, employing platinum and stainless steel (counter electrodes), followed by annealing the resulting TiO_2NT films at 450°C for 2 hours to facilitate anatase crystallization. The annealed TiO_2NT were characterized and demonstrated that TiO_2NT developed on stainless steel displayed superior structural ordering in comparison to those developed on platinum. Cyclic voltammetry revealed that the TiO_2NT -steel electrode exhibited a greater electroactive surface area, thereby improving its electrochemical performance in comparison to TiO_2NT -Pt. The prepared TiO_2NT films were assembled as the working electrode, by altering the working electrode in the commercial screen-printed electrodes. The altered electrodes were utilized in the identification of H_2O_2 through the electrochemiluminescence of luminol, which was affixed to the TiO_2NT surface. Upon excitation at -0.6 V (vs. Ag/AgCl), the electrochemical oxidation of luminol produced ECL signals, which were subsequently amplified by H_2O_2 concentration, resulting in the formation of oxygen radicals ($\text{O}_2^\bullet$) that facilitated the oxidation of luminol. The meticulous adjustment of several parameters, such as pH, luminol concentration, anodization duration, and scan rate, resulted in enhanced sensitivity and reproducibility. The SPE- TiO_2NT -steel electrode demonstrated a linear ECL response to hydrogen peroxide (H_2O_2) concentrations spanning from 10 μM to 1000 μM . The calibration curve is represented by the equation $y = 0.0037[\text{H}_2\text{O}_2] + 0.2000$, exhibiting a high correlation coefficient of $R^2 = 0.9910$. The sensor attained a detection limit (LOD) of 23.57 μM and a quantification limit (LOQ) of 117.84 μM , and showcasing remarkable reproducibility with a relative standard deviation (RSD) of 2.03% ($n=3$). The empirical examination of spiked tap water revealed recovery rates ranging from 92.92% to 98.50%, accompanied by %RSD values that remained below 3.12% and 2.22% respectively. The results indicated that the developed sensor could be used for practical environmental and clinical analysis.

In another study a sensor developed that operates using electrochemiluminescence (ECL) of luminol on a screen-printed carbon electrode (SPCE) to determine the carbamate insecticide isoprokarb. Luminol was used as a luminescence probe that is immobilized at the surface of SPCE. The SPCE surface offers excellent conductivity and mobility for the electrochemical redox reaction of luminol. A 0.2 V, luminol generated a

weak ECL signal due to luminol electrochemical oxidation at the surface of SPCE upon excitation potential. The weak ECL signal was amplified multiple times by adding a co-reactant, H₂O₂ that generated O₂• radicals to enhance the electrochemical oxidation of luminol. On the other hand, isoprocarb reduces the ECL signal of luminol. The decrease in the ECL intensity of luminol caused by isoprocarb was used as an analytical tool for determining the presence of the isoprocarb insecticide. To achieve highly precise and accurate results, various chemical factors (contact time, pH, scan rate, and concentration of co-reactant) were optimized. The ECL intensity of luminol decreases linearly with the increasing concentration of isoprocarb in the range of 3 to 150 nM. The regression equation is $y = -0.0606x + 9.3751$ with R² value of 0.9945. The developed sensor provides a lower limit of detection (2.374 nM) and quantification (7.193 nM), yielding more sensitive results compared to other electrical and non-electrical sensors. The developed sensor showed high selectivity towards isoprocarb in the presence of other interference analytes (folic acid, D-glucose, L-ascorbic acid, MgSO₄, and Na₂SO₄), with a %RSD value below 5%. Moreover, a remarkable stability across 5 measurements on different days was noted, with %RSD of 2%, indicating that the developed instrument holds significant potential for the accurate detection of isoprocarb.