

BORANG PENGESAHAN STATUS TESIS@

JUDUL: PEMENTUAN ION FLUORIDA DALAM CAMPURAN AIRMENGUNAKAN ELEKTROD PEMILIH IONIjazah: SARJANA MUDA (BA)SESI PENGAJIAN: 2003-2005Saya ACHILLES LEO JOSEPH

(HURUF BESAR)

mengaku membenarkan tesis (LPS/Sarjana/Doktor Falsafah)* ini disimpan di Perpustakaan Universiti Malaysia Sabah dengan syarat-syarat kegunaan seperti berikut:

1. Tesis adalah hakmilik Universiti Malaysia Sabah.
2. Perpustakaan Universiti Malaysia Sabah dibenarkan membuat salinan untuk tujuan pengajian sahaja.
3. Perpustakaan dibenarkan membuat salinan tesis ini sebagai bahan pertukaran antara institusi pengajian tinggi.
4. **Sila tandakan (/)

☐

SULIT

(Mengandungi maklumat yang berdarjah keselamatan atau kepentingan Malaysia seperti yang termaktub di dalam AKTA RAHSIA RASMI 1972)

☐

TERHAD

(Mengandungi maklumat TERHAD yang telah ditentukan oleh organisasi/badan di mana penyelidikan dijalankan)

☒

TIDAK TERHAD

Disahkan oleh

A-

(TANDATANGAN PENULIS)

(TANDATANGAN PUSTAKAWAN)

Alamat Tetap: P/S 2159,
89008 KENINGAUEN. JAHMIN ASIRSABAH

Nama Penyelia

Tarikh: 24 MAC 2005

Tarikh: _____

CATATAN: * Potong yang tidak berkenaan.

- ** Jika tesis ini SULIT atau TERHAD, sila lampirkan surat daripada pihak berkuasa/organisasi berkenaan dengan menyatakan sekali sebab dan tempoh tesis ini perlu dikelaskan sebagai SULIT dan TERHAD.

@ Tesis dimaksudkan sebagai tesis bagi Ijazah Doktor Falsafah dan Sarjana secara penyelidikan, atau disertasi bagi pengajian secara kerja kursus dan penyelidikan, atau Laporan Projek Sarjana Muda (LPSM).



**PENENTUAN ION KLORIDA DALAM SAMPEL AIR DENGAN
MENGUNAKAN ELEKTROD PEMILIH ION**

ACHILLES LEO JOSEPH

**TESIS INI DIKEMUKAKAN UNTUK MEMENUHI SEBAHAGIAN
DARIPADA SYARAT MEMPEROLEHI IJAZAH SARJANA
MUDA SAINS DENGAN KEPUJIAN**

**PROGRAM KIMIA INDUSTRI
SEKOLAH SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH**

FEBUARI 2005



UMS
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

PENGAKUAN

Saya akui karya ini adalah hasil kerja saya sendiri kecuali nukilan dan ringkasan yang setiap satunya telah dijelaskan sumbernya.

FEBUARI 2005



ACHLLES LEO JOSEPH

HS2002-3696

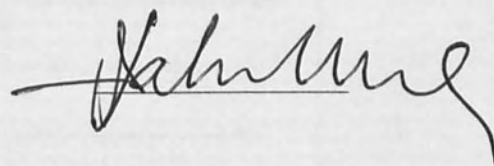


PENGESAHAN

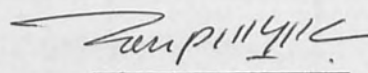
Tandatangan

1. PENYELIA

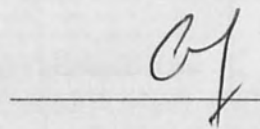
(En. Jahimin Asik)

**2. PEMERIKSA 1**

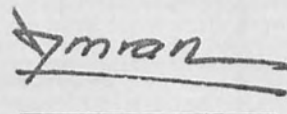
(En. Moh Pak Yan)

**3. PEMERIKSA 2**

(En. Collin Joseph)

**4. DEKAN**

(Prof. Madya Dr. Amran Ahmed)



PENGHARGAAN

Saya ingin mengucapkan setinggi-tinggi penghargaan dan ribuan terima kasih khasnya kepada penyelia projek saya, Encik Jahimin Asik atas keprihatinan beliau membantu saya amnya dalam perlaksanaan dan menyiapkan tesis ini. Beliau juga telah memberikan sokongan, tunjuk ajar dan juga telah menyediakan contoh jurnal serta panduan dalam mencari jurnal dan bahan rujukan yang baik. Saya juga amat berbangga akan sikap beliau yang komited dan memahami serta cuba memberikan bantuan bukan sahaja terhadap pelajar dibawah jagaannya malah terhadap pelajar yang lain. Beliau sanggup menjadi pemyelia terhadap pelajar lain walaupun mempunyai tugas serta masa yang terhad. Saya juga amat berterima kasih kepada Prof. Madya Dr. Marcus Jopony atas keprihatinan beliau terutamanya pertimbangan dalam memberikan tempoh masa yang sesuai bagi pelajar untuk menghantar tesis mereka. Saya percaya ramai pelajar terutamanya bagi Program Kimia Industri berpuas hati akan pertimbangannya tersebut. Tidak lupa juga ingin mengucapkan jutaan terima kasih khasnya kepada pembantu-pembantu makmal iaitu Encik Samudi, Encik Sani dan pembantu makmal yang lain dimana banyak membantu dalam menyediakan radas, membantu dalam mendapatkan bahan- bahan kimia serta pertimbangan mereka dalam memberikan lebih waktu dalam penggunaan makmal. Sesungguhnya sikap keprihatinan dan kerjasama mereka amatlah dihargai. Saya juga ingin merakamkan ribuan terima kasih kepada rakan-rakan saya dan mereka yang terlibat secara langsung dan tidak langsung sehingga terlaksananya projek ini.



ABSTRAK

Elektrod pemilih ion klorida disediakan dengan menggunakan logam argentum yang dielektrolisis didalam 0.1 M larutan asid hidroklorik yang bertindak sebagai sebagai elektrolit bagi menghasilkan logam argentum klorida. Kajian ini mendapati bahawa elektrod klorida adalah sesuai digunakan pada pH 3 hingga 6 dan responya terhadap kepekatan ion klorida adalah linear pada julat kepekatan 1×10^{-2} M hingga 1×10^{-5} M dengan kecerunan Nernstian 56.9 mV per dekad. Had pengesanan bagi elektrod klorida ini ialah sekitar 1×10^{-5} M. Elektrod klorida ini juga mempunyai respon yang baik terhadap ion klorida berbanding dengan ion-ion pengganggu yang lain dengan $K^{\text{Pot}}_{\text{AgCl}^- \text{I}^-} = 5 \times 10^{-1}$, $K^{\text{Pot}}_{\text{AgCl}^- \text{Br}^-} = 4.36 \times 10^{-1}$, $K^{\text{Pot}}_{\text{AgCl}^- \text{SO}_4^{2-}} = 3 \times 10^{-2}$, $K^{\text{Pot}}_{\text{AgCl}^- \text{S}_2\text{O}_3^{2-}} = 3.88 \times 10^{-2}$. Masa respon bagi elektrod ialah kurang daripada seminit dan boleh digunakan tidak lebih daripada sebulan. Penentuan ion klorida dalam tiga sampel air iaitu air paip, air kolam pengoksidaan SST dan air takungan Kolej Kediaman E masing masing memberikan nilai 6.7×10^{-3} M, 2.5×10^{-3} M dan 2.6×10^{-4} M hingga 3.5×10^{-4} M.

ABSTRACT

A solid state electrode for chloride determination was prepared by electrolysis means in 0.1 M of hydrochloric acid as electrolyte. The study shows that this electrode is suitable to be used at pH 3 to 6. The electrode response towards various concentration of chloride ion was linear at 1×10^{-2} M to 1×10^{-5} M. The Nernstian slope is 56.9 mV per decade. The detection limit of electrode is around 1×10^{-5} . The chloride electrode exhibit good selectivities towards chloride ion over other anion; $K^{\text{Pot}}_{\text{AgCl}^- \text{I}^-} = 5 \times 10^{-1}$, $K^{\text{Pot}}_{\text{AgCl}^- \text{Br}^-} = 4.36 \times 10^{-1}$, $K^{\text{Pot}}_{\text{AgCl}^- \text{SO}_4^{2-}} = 3 \times 10^{-2}$, $K^{\text{Pot}}_{\text{AgCl}^- \text{S}_2\text{O}_3^{2-}} = 3.88 \times 10^{-2}$. The response time and life time electrode are below 1 minute and less than 1 month. The determination of chloride ion in three sample taken from SEMO Tap water, SST oxidation pool and Kolej Kediaman E were 6.7×10^{-3} M, 2.5×10^{-3} M and 2.5×10^{-4} M to 3.5×10^{-4} M respectively.



KANDUNGAN

Muka Surat

PENGAKUAN	ii
PENGESAHAN	iii
PENGHARGAAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
SENARAI KANDUNGAN	vii
SENARAI JADUAL	ix
SENARAI RAJAH	x
SENARAI SIMBOL	xi
SENARAI SINGKATAN	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 PENGENALAN	1
1.2 OBJEKTIF KAJIAN	3
BAB 2 KAJIAN LITERATUR	4
2.1 PENGENALAN KEPADA ELEKTROD PEMILIH ION	4
2.1.1 Elektrod Pemilih Ion Klorida	5
2.1.2 Mekanisma penghasilan Keupayaan Elektrod	7
2.2 KAJIAN TERDAHULU	8
2.2.1 Elektrod Pemilih-ion	8
2.2.2 Ion Kromatografi	10
2.2.3 Spektrofotometri Ultralembayung-Cahaya Nampak	12
2.2.4 Analisis Gravimetrik	13
2.2.5 Voltanmetri	14
2.2.6 Kolumetrik	14
2.2.7 Fourier Transform Infra Red	15
2.2.8 Kaedah Lain	16
BAB 3 METODOLOGI	18
3.1 BAHAN KIMIA	18



3.2 ALAT RADAS	18
3.3 REAGEN	18
3.4 KAEDAH	19
3.4.1 Penyediaan Larutan	19
3.4.2 Pembinaan CI-ISE	21
3.4.3 Pengoptimuman CI-ISE	24
3.4.4 Penentuan Klorida Dalam Sampel	26
BAB 4 KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN	29
4.1 PH BERKESAN	29
4.2 RESPON ELEKTROD	31
4.2.1 Kesan Perubahan Kepekatan Ion Klorida Terhadap Respon CI-ISE	31
4.2.2 Had Pengesanan dan Tempoh Respon	33
4.3 SELEKTIVITI ELEKTROD	35
4.4 JANGKA HAYAT CI-ISE	37
4.5 ANALISIS SAMPEL	38
BAB 5 KESIMPULAN	41
RUJUKAN	43
LAMPIRAN	46



SENARAI JADUAL

No. Jadual	Muka Surat
4.1	Jadual menunjukkan beza keupayaan elektrod klorida berpasangan dengan Elektrod Kalomel Piawai yang diperolehi pada pH tertentu
	29
4.2	Beza keupayaan yang diperolehi daripada kepekatan 1×10^{-7} hingga 1×10^{-1}
	32
4.3	Kepekatan dan pemalar selektiviti bagi Ion Pemilih Elektrod Klorida
	35
4.4	Jadual menunjukkan analisis sampel bagi beberapa lokasi di kawasan Universiti Malaysia Sabah
	40



SENARAI RAJAH

No. Rajah	Muka Surat
2.1 Contoh gambarajah skema bagi elektrod pemilih ion klorida	6
3.1 Susunan radas semasa penyalutan logam argentum dengan klorida	22
3.2 Pembinaan elektrod pemilih ion klorida.	23
3.3 Susunan radas untuk menguji sampel	28
4.1 Graf pH melawan beza keupayaan bagi elektrod klorida dengan elektrod SCE sebagai elektrod rujukan pada kepekatan 1.0×10^{-2} M NaCl.	30
4.2 Plot kalibrasi bagi garam NaCl pada suhu 25°C dan pH 5 pada kepekatan 1×10^{-7} hingga 1×10^{-1}	32
4.3 Plot kalibrasi menunjukkan had pengesanan bagi Natrium Klorida pada pH 5 dan suhu 25°C	34
4.4 Penentuan gangguan ion dengan menggunakan kaedah larutan terpisah (SSM).	36
4.5 Graf menunjukkan plot keupayaan melawan masa (minggu) pada kepekatan 1×10^{-2} M NaCl dan pH 5 dalam tempoh 7 minggu.	37



SENARAI SIMBOL

A	Absorbance
a	Absorptivity
a_i	Aktiviti Ion
E	Beza keupayaan
E_A	Keupayaan Primer
E_B	Keupayaan interferens
F	Faraday, 96,485 C mol ⁻¹
Log K_{AB}	Selektiviti Koefisien
M_1	Kepekatan awal
M_2	Kepekatan akhir
P	Transmitted adiant power
Po	Incident
R	Gas tetap, 8.314 J K ⁻¹ mol ⁻¹
T	Suhu dalam Kelvin
V_1	Isipadu awal
V_2	Isipadu akhir
z_i	Cas Ion



SENARAI SINGKATAN

AgCl	Argentum Klorida
FT-IR	Fourier Transform-Infra Red
HCl	Hydrochloric Acid
HLPC	High-perfomance liquid chromatography
ID-FIRE	isotope-dilution Fourier-transform flame infrared emission
KCl	Kalium Klorida
Na ₂ S ₂ O ₃	Natrium Thiosulfat
Na ₂ SO ₄	Natrium Sulfat
NaCl	Natrium Klorida
NaOH	Natrium Hidroksida
UV-VIS	Ultraviolet-visible
SCE	Saturated Calomel Electrode



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Pengenalan

Klorin merupakan suatu unsur yang banyak terdapat di permukaan permukaan bumi, alam sekitar, udara mahupun di dalam kerak bumi. Klorin boleh wujud dalam pelbagai fasa iaitu pepejal, cecair gas mahupun akuas. Klorin merupakan elemen kimia kumpulan halogen dan terletak dalam kumpulan 7 dalam jadual berkala. Gas klorin adalah beracun, menghakis dan memberikan kesan buruk terutamanya kepada sistem pernafasan dan juga mata manusia (Encyclopedia Britannica, 2002).

Klorin tidak wujud secara tunggal dalam alam semulajadi, ianya selalunya wujud bersama dengan elemen kimia yang lain misalnya natrium klorida yang terdapat dalam air laut. Klorin sangat penting dan mempunyai kegunaan yang pelbagai dalam kehidupan seharian manusia terutamanya dalam bidang perindustrian.

Klorin juga penting dalam kehidupan manusia walaupun ianya diklasifikasikan sebagai unsur yang beracun dan menghakis. Ia merupakan elemen yang sangat penting dalam proses rawatan air. Air yang akan disalurkan kepada pengguna perlu melalui proses pengklorinan terlebih dahulu dalam kandungan klorin yang mencukupi dalam



membantu menghapuskan kuman. Namun begitu, kandungan klorin yang terlalu tinggi dalam air memberikan kesan buruk terhadap kesihatan manusia dan organisma lain. Oleh itu, kandungan klorin dalam air ini perlu dikaji dan ditentukan dari semasa ke semasa bagi menentukan samaada ianya selamat untuk kegunaan harian.

Pelbagai kaedah yang telah digunakan oleh para ahli kimia dan pengkaji terdahulu dalam menentukan kepekatan ion klorida dalam air. Kaedah ini termasuklah kaedah *chromatography*, *ultraviolet spectrophotometric*, *voltammetry*, *coulometric*, *fourier transform infrared (FT-IR)* dan sebagainya (Minear & Keith, 1982). Namun begitu, kaedah penentuan ion dengan menggunakan elektrod pemilih ion klorida merupakan alat yang baik dan boleh digunakan sebagai pengganti selain daripada kaedah yang telah dinyatakan diatas.

Kaedah penentuan ion klorida secara pengukuran keupayaan (*potentiometry*) dalam sesuatu sampel dikatakan sangat baik disebabkan ianya mempunyai banyak kelebihan terutamanya dari segi penyediaan instrumen, penyediaan sampel, rawatan sampel dan sebagainya. Selain itu, elektrod pemilih ion juga merupakan instrumen yang murah, ringkas, boleh disediakan berdasarkan prosedur tertentu dan senang dibawa kemana-mana. Penentuan ion dalam sesuatu sampel juga boleh dilakukan walaupun sampel yang digunakan mempunyai warna, bersifat likat dan juga legap berbanding dengan instrumen yang memerlukan perawatan yang teliti dalam penyediaan sampel.



Dalam kajian ini penggunaan elektrod pemilih ion klorida merupakan instrumen yang dipilih dan disediakan bagi menentukan kepekatan ion klorida dalam sesuatu sampel yang telah ditetapkan iaitu air paip. Diharapkan dengan kajian ini keputusan dan hasil yang menggalakkan akan diperolehi serta bagi menyakinkan pengkaji pada masa akan datang untuk menggunakan ion pemilih elektrod sebagai instrumen utama dalam menentukan kepekatan ion dalam sesuatu sampel.

1.2 Objektif Kajian

Objektif utama dalam tesis ini adalah untuk menyediakan elektrod pemilih ion klorida yang selektif terhadap kehadiran ion klorida. Elektrod pemilih ion klorida ini kemudiannya digunakan untuk menentukan kepekatan ion klorida dalam sampel yang dipilih. Sebelum menggunakan elektrod ini ujian parameter berikut perlu dilakukan terlebih dahulu. Ujian-ujian ini ialah menentukan respon bagi elektrod pemilih ion klorida pada pH yang berbeza dengan kepekatan yang sama, kesan gangguan elektrod pemilih ion klorida dalam kehadiran ion-ion lain, tempoh hayat bagi penggunaan elektrod pemilih ion klorida dan kalibrasi serta analisis sampel dengan menggunakan elektrod pemilih ion klorida.

BAB 2

KAJIAN LITERATUR

2.1 Pengenalan Kepada Elektrod Pemilih-Ion (ISE)

Elektrod pemilih ion adalah merupakan alat yang digunakan bagi menentukan kehadiran sesuatu ion di dalam larutan secara selektif. Amnya, terdapat tiga jenis elektrod pemilih ion yang selalu digunakan iaitu elektrod jenis pepejal, elektrod pengesan gas dan juga *liquid junction electrode* (Minear & Keith, 1982).

Terdapat dua jenis elektrod keadaan pepejal. Pertama ialah elektrod jenis argentum klorida yang dibina dengan menyadurkan logam argentum dengan argentum klorida. Ianya selektif dan peka terhadap kehadiran ion klorida, bromida, iodida dan juga sulfida (Maienthal & Taylor, 1973). Elektrod seterusnya pula ialah elektrod jenis pepejal yang dibina dengan kaedah pemampatan hablur. Ion akan melalui hablur mampat ini dan akan menghasilkan beza keupayaan terhadap kepekatan ion. Contoh elektrod jenis ini ialah menggunakan hablur flourin *doped-lathanum* bagi menentukan ion florida.



Elektrod yang seterusnya pula menggunakan prinsip pertukaran cecair ion. Cecair ini terkandung dalam elektrod yang dipisahkan daripada larutan dengan membran. Bahan yang terkandung dalam elektrod ini biasanya terdiri daripada penukargantian ion organik atau ligand. Keupayaan pada membran ini bergantung kepada kepekatan analit di dalam sampel (Willard *et al.*, 1974).

Elektrod yang terkenal dalam aplikasi analisis air ialah jenis elektrod pengesan gas. Elektrod ini mempunyai membran separa penyerap yang berbeza jika dibandingkan dengan membran jenis cecair disebabkan elektrod ini hanya bertindakbalas terhadap gas seperti gas ammonia. Walaubagaimanapun aplikasi penggunaannya adalah hampir sama dengan elektrod jambatan cecair (Minear & Keith, 1982).

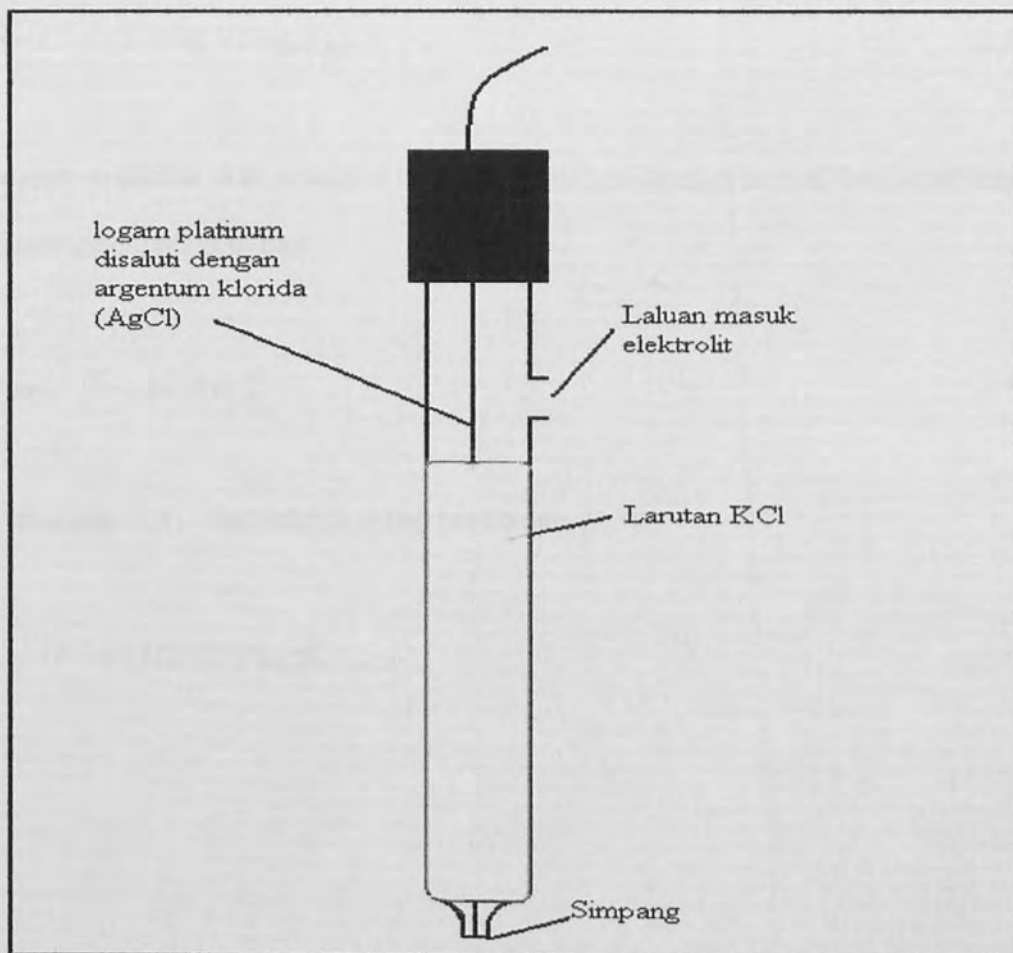
2.1.1 Elektrod Pemilih Ion Klorida

Elektrod pemilih ion bagi klorida merupakan alat yang digunakan bagi menentukan kehadiran dan kepekatan ion klorin dalam sesuatu larutan. Elektrod pemilih ion klorida merupakan alat yang sangat mudah (Sawyer *et al.*, 1995). Elektrod klorida secara tradisinya dicipta dengan kaedah elektrolisis dengan menyalutkan argentum klorida pada logam argentum. Elektrod pemilih ion klorida sangat sesuai bagi kebanyakan jenis analisis klorida serta mempunyai kebaikan kerana lebih murah jika dibandingkan elektrod jenis membran (Whitfield, 1971; Torrance, 1974). Elektrod jenis membran adalah seperti *Philips IS 550-Cl*, *Metrohm 6.0502.120*, *Radiometer F1012Cl*, *Amel 201-Cl*, *EDT ISE 301*, *Beckham 39604* dan sebagainya (Midgley & Torrance, 1991).

Persamaan am bagi elektrod pemilih ion klorida dimana mematuhi persamaan Nernstian:

$$E = K + (2.303RT / z_i F) \log a_i \quad (2.1)$$

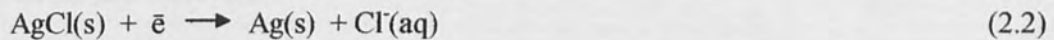
Dimana E adalah beza keupayaan, R ialah gas tetap, $8.314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$, F ialah Faraday, $96,485 \text{ C mol}^{-1}$ T ialah suhu dalam Kelvin dan z_i dan a_i adalah cas ionik dan juga aktiviti ion. Beza keupayaan piawai bagi elektrod pemilih ion klorida ialah 0.7996V . Contoh gambarajah bagi elektrod pemilih ion bagi klorida adalah seperti berikut.



Rajah 1.1 Contoh gambarajah skema bagi elektrod pemilih ion klorida.

2.1.2 Mekanisma Penghasilan Keupayaan Elektrod

Biasanya, mekanisma bagaimana penghasilan keupayaan bagi sesuatu elektrod ditunjukkan dalam proses elektrokimia (Temsamani & Cheng, 2001). Proses ini berlaku disebabkan oleh proses redoks iaitu proses penurunan bagi AgCl yang ditunjukkan dibawah:



Keupayaan ditentukan dengan menggunakan persamaan Nernst:

$$E = E^{\circ} + (2.303RT / F \log a_{\text{Ag}^+}) \quad (2.3)$$

Argentum klorida akan mencapai tahap keseimbangan dengan sampel dan aktiviti bagi argentum ditunjukkan oleh:

$$a_{\text{Ag}^+} = (K_s \text{ AgCl} / a_{\text{Cl}^-}) \quad (2.4)$$

Persamaan (2.4) dimasukkan dalam persamaan (2.3):

$$E = E^{\circ} + (2.303RT / F \log K_s / a_{\text{Cl}^-}) \quad (2.5)$$

Suhu dan $K_{s \text{ AgCl}}$ adalah tetap maka persamaan dapat diberikan sebagai:

$$E = E^{\circ} + (2.303RT / F \log a_{\text{Cl}^-}) \quad (2.6)$$

$$E = E^{\circ} + (2.303RT / F \log K_{s \text{ AgCl}}) \quad (2.7)$$

2.2 Kajian Terdahulu

Sejak dahulu, pelbagai kaedah digunakan dalam menentukan kepekatan ion klorida dalam sesuatu sampel. Kaedah ini termasuklah ultralembayung-cahaya nampak, gravimetrik, potentiometrik, spektrophotometrik, *High-performance liquid chromatography* (HPLC) dan sebagainya. Namun begitu, kaedah yang digunakan dalam ujikaji ini adalah penentuan berasaskan elektrod pemilih-ion klorida dalam menentukan kepekatan dan aktiviti ion klorida dalam sampel.

2.2.1 Elektrod Pemilih Ion Klorida

Aplikasi dalam ujikaji terdahulu yang dijalankan bagi penentuan klorida menggunakan elektrod pemilih ion jenis pepejal. Ujikaji ini telah menggunakan elektrod kalomel ($\text{HgS}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$) yang mana masih dalam penyelidikan secara manual dan automatik bagi menentukan kehadiran ion klorida dalam perindustrian, alam dan juga air kumbahan. Elektrod ini adalah berasaskan kepada persamaan Nernstian dan memberikan respon yang baik pada julat kepekatan 0.05 hingga 3,500 ppm ion klorida dan boleh digunakan pada kepekatan rendah sehingga 0.05 ppm. Keputusan yang

diperolehi pada ujian sisihan piawai, *recovery* dan *comparative* dalam penentuan ion klorida dengan menggunakan kaedah ini secara keseluruhannya adalah memuaskan (Sekerka *et al.*, 1975).

Teknik potentiometrik merupakan satu kaedah yang boleh digunakan bagi menentukan kewujudan ion klorida melalui kaedah elektroanalisis dengan menggunakan sistem pengesan *Air-Gap cyanide* dengan merkuri (II) sianida dalam larutan asid sulfurik. Tindakbalas ini menghasilkan hidrogen sianida yang mana boleh ditentukan dengan pengesan *Air-Gap cyanider*. Kepekatan optimum bagi merkuri (II) sianida dan asid sulfurik dapat ditentukan dan analisis lengkung kalibrasi adalah pada julat 11×10^{-1} M hingga 1×10^{-5} M. Lengkung kalibrasi yang telah diperolehi ialah 62.8 mV per dekad. Kolerasi koefisien yang diperolehi iaitu (*R*) adalah 0.9992. Kaedah yang digunakan ini boleh menentukan ion klorida dalam larutan yang mempunyai tegangan permukaan dan saliniti yang tinggi, yang mana boleh diuji secara terus dengan menggunakan elektrod ini. Kehadiran ion klorida dalam sampel air sungai dan minuman juga telah dikaji dengan menggunakan kaedah ini. Daripada sumber-sumber yang boleh dipercayai didapati bahawa kepekatan ion klorida yang terkandung dalam air minuman ialah pada aras 2.18 mg/l hingga 182.6 mg/l dan 25.8 mg/l pada sampel yang diperolehi daripada air sungai (Baranowski & Kubik, 1991).

Kajian terdahulu yang seterusnya iaitu penggunaan elektrod ion pemilih sebagai instrumen utama dalam menjalankan kajian yang lebih terperinci keatas interferens bagi ion bromida, iodida, sulfida dan nitrogen berasaskan pelarasan pH terhadap kepekatan ion klorida. Perbezaan terhadap beza keupayaan ditentukan dengan menggunakan elektrod pemilih ion. Dalam kajian tersebut mereka telah

mendapati bahawa had interferens kepekatan adalah tidak bergantung kepada keterlarutan hasil tindak balas. Kewujudan ion amina dan ammonia secara bebas boleh memberikan kesan terhadap kestabilan elektrod pemilih ion kerana kemungkinan terbentuknya ikatan kompleks argentum-amina. Dalam kajian tersebut, mereka telah mendapati bahawa kalibrasi ion klorida ialah pada julat 0.01 mV per ppb hingga 0.015 mV per ppb (Narasimhan & Visalakshi, 1982).

Penbinaan dan penggunaan elektrod pemilih ion dalam menentukan kandungan ion klorida dalam kandungan arak (wain) juga pernah dijalankan dengan membina elektrod pemilih ion klorida terlebih dahulu. Elektrod yang telah dibina menunjukkan julat garis linear bermula daripada 3×10^{-5} M hingga 1×10^{-1} M terhadap larutan argentum klorida dengan kecerunan kalibrasi 114mV per dekad. Kepekatan klorida yang diperolehi dalam sampel wain adalah dalam julat (10 – 800 mg per L). Sebanyak 12 sampel wain telah dianalisis dalam ujikaji ini (Couto *et al.*, 1998).

2.2.2 Ion Kromatografi.

Teknik ini merupakan gabungan pembahagian kuasa antara penukargantian ion dengan konduktiviti pengesan. Contoh anion yang boleh ditentukan dengan menggunakan teknik ini ialah seperti ion flourida, bromida, iodida, klorin, fosfat, sulfida, nitrat dan sebagainya. Teknik ini akan memaparkan graf bahagian per juta (ppm) melawan masa (minit) bagi pemecahan ion dan kehadiran ion-ion dalam sesuatu sampel dapat dikenalpasti dalam masa-masa tertentu. Teknik ini merupakan

salah satu teknik yang mudah tetapi memerlukan pemerhatian serta penyediaan sampel yang betul (Christian, 2003).

Penentuan ion klorida dalam sampel juga berjaya dilakukan dengan menggunakan teknik ion kromatografi. Teknik ini merupakan salah satu cara yang terbaik bagi menentukan dan menganalisis ion-ion inorganik dalam sesuatu sampel. Jackson (2000) telah menjalankan kajian terhadap kehadiran ion klorida dalam sampel air dan mendapati kandungan ion klorida dalam sampel air adalah sangat tinggi. Kromatografi pada kolum AS14 dengan 3.5 mM bikarbonat per 1.0 karbonat menunjukkan konduktiviti pengesanan yang tinggi bagi ion klorida (Jackson, 2000).

Wilson (1983) juga telah menjalankan kajian dalam menentukan kehadiran ion klorin dalam sampel geologi dengan menggunakan kaedah ion kromatografi. Mereka telah mengambil sampel daripada batu silikat dan ditindakbalas dengan natrium karbonat dan kemudiannya ditentukan dengan menggunakan ion kromatografi. Eksperimen ini telah dijalankan dengan menggunakan kepekatan piawai iaitu antara 0.003 ppm hingga 3 ppm. Didapati bahawa sisihan piawai dan had pengesanan bagi kaedah ini ialah 8% dan 7 ppm. Ujian ini seboleh-bolehnya diulangi sekurang-kurangnya sebanyak 30 kali dalam masa 24 jam.

Seterusnya penentuan kandungan ion klorida dalam sesuatu sampel juga pernah dilakukan oleh Zhou (1992) dengan menggunakan kaedah ion kromatografi sebagai instrumen utama. Mereka telah menggunakan sistem ion kromatografi jenis kolum tunggal dengan konduktiviti pengesanan dikhaskan untuk menentukan kehadiran ion kehadiran klorida dan kalsium secara serentak yang diisikan dalam penyuntik

RUJUKAN

- Aboul-Enein, H. Y., Sum, X. X., dan Sun, C. J., 2002. Ion Selective PVC Membrane Electrode for Determination of Methacyline Hydrochloride in Phamarceutical Formulation. *Sensor* **2**, 424-431.
- Bailey, P. L., 1980. *Analysis with Ion-Selective Electrodes*, Ed. Ke-2, Heyden, London UK. 80-124.
- Baranowski, R. Dan Kubik, T., 1993. Potentiometric determination of chlorides with an Air-Gap cyanide sensor. *Elsevier Science Journal* **40**, 1465-1471.
- Belcher, R., Rodriguez, J. A. dan Stephen, W. I., 1972. A sensitive method for the ultraviolet spectrophotometric determination of chloride. *Journal of Elsevier Science* **61**, 223-232.
- Busch, K. W., Kuehn, A. J., Busch, M. A., Yescas, S., Jimenez, I. Y. G., and Algozo, C. M., 1998. Determination of chloride ion in aqueous samples by isotope-dilution Fourier-transform flame infraredemission (ID-FIRE) spectrometry. *Elsevier Science Journal* **46**, 1591-1604.
- Cedergren, A. dan Johansson, G., 1971. Columetric trace determination of chloride. *Elsevier Science Journal* **18**, 917-925.
- Christian, G. D., 2003. *Analytical Chemistry*. Ed. Ke-6. John Wiley & Son, London.
- Couto, C. M. C. M., Lima, J. F. L. C. dan Montengro, M. C. B. S. M., 1998. Construction and evaluation of a crystalline silver double-membrane tubular potentionetric detector for flow injection analysis. Application to chloride determination in wine. *Journal of EDP Science* **26**, 182-186.
- Dow, J. W. dan Irvine, R. O. H., 1967. Determination of the chloride content of small muscle samples. *Journal of Elsevier Science* **15**, 199-207.



- Dybko, A., 2001. Error in Chemical Sensor Measurements. *Journal of Sensors* **1**, 29-7.
- Encyclopædia Britannica, 2002. *Chloride Characteristic*. Standard Edition.
- Frant, M. S., 1994. History of the Early Commercialization of Ion-Selective Electrodes. *Analyst* **199**, 2293-2301.
- Hilbert. D. B., 1993. *Introduction To Electrochemistry*. Ed. Pertama. Macmillan Press Ltd.
- Kurogulu, D., Canel, E., Memon, S. Dan Yilmaz, M., 2003. Hydrogen Ion-Selective Poly (vinyl chloride) Membrane electrode Based on a Calix[4]arene. *Journal of Analytical Science* **19**, 218-219.
- Maddox, W. L., Kelley, M. T. dan Dean, J. A., 1962. Determination of chloride ion in dilute solutions by cathodic stripping voltammetry. *Journal of Elsevier Science* **4**, 96-104.
- Midgley, D. dan Torrance, K., 1991. *Potentiometric Water Analysis*. Ed. Ke-2. John Wiley & Son, London.
- Minear, R. A. dan Keith, L. H., 1982. *Water Analysis: Inorganic Species*. Ed. Ke-1. Academic Press, New York.
- Morales, J. A., Graterol L. S. dan Mesa J., 2000. Determination of chloride, sulfate and nitrate in groundwater samples by ion chromatography. *Journal of chromatography A* **884**, 185-190.
- Munoz, J. R., 1975. Determination of chloride in natural and potable water samples by turbidimetric discrete-sample automatic analysis. *Journal of Elsevier Science* **74**, 309-319.



- Narasimhan, S. V. dan Visalakshi G., 1982. Interference measurements in the potentiometric determination of chloride at ppb level using an ion-selective electrode. *of Elsevier Science Journal* **131**, 325-330.
- Sagara, F., Tsuji, T., Yoshida, I., Ishii, D. dan Ueno, K., 1992. Determination of chloride ion concentration in natural and waste waters by flow-injection analysis with a silver chloranilate reaction column. *Journal of Elsevier Science* **270**, 217-221.
- Sawyer, D. T., Sobkowiak, A. dan Robert, J. L., 1995. *Electrochemistry for Chemists*. Ed. Ke-2. John Wiley & Son, London.
- Sekerka, I., Lechner, J. F., dan Wales R., 1975. Determination of chloride in water with a $\text{HgS}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ electrode. *Water Research Journal* **9**, 663-665.
- Skougstand, M. W., Fishman, M. J., Friedman, L.C., Erdmann, D. C., dan Duncan, S. S., 1978. Method of analysis of inorganic substance in water and fluvial sediment, *Technique of Water-Resources Investigation of the U. S. Geol. Surv.*, Buku 5, Bab A1.
- Wang, J., 1994. *Analytical electrochemistry*. VCH Publisher, Inc. New York. 123-124.
- Wilson, S. A dan Gent, A. C., 1983. Determination of chloride in geological samples by ion chromatography. *Journal of Elsevier Science* **148**, 299-303.
- Yadav, M. S., 2001. *Electrochemistry*. Ed. Ke-2. Anmol Publication Pvt. Ltd.
- Zhou, W., Liu, W. dan An, D., 1992. Simultaneous ion chromatographic determination of chloride and calcium contained in Ringer's injection using a chelating agent as eluent. *Journal of Elsevier Science* **589**, 358-361.

