



**PEMBINAAN Fe(III)-ISE DARI BAHAN MURAH UNTUK  
MENENTUKKAN ION Fe<sup>3+</sup> DALAM  
SAMPEL AIR**

**RAYNER TAIMIN**

 PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

**TESISINI DIKEMUKAN UNTUK MEMENUHI  
SEBAHAGIAN DARIPADA SYARAT MEMPEROLEHI IJAZAH  
SARJANA MUDA SAINS DENGAN KEPUJIAN**

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

**FEBUARI 2005**

PERPUSTAKAAN UMS



1400006553

## UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

## BORANG PENGESAHAN STATUS TESIS@

JUDUL: PEMBINAAN Fe(III) - ISE DARI BAHAN MURAH UNTUK MENENTUKAN ION Fe<sup>3+</sup> DALAM SAMPL AIR

Ijazah: SARJANA HUDA SAINS DENGAN KEPUJIAN

SESI PENGAJIAN: 2004/2005

Saya RAYNER TAMMIN

(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 hak milik 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

Rayner Tammin  
(TANDATANGAN PENULIS)

EN. JAHIMIA ASIK  
(TANDATANGAN PUSTAKAWAN)

Alamat Tetap: PETI SURAT  
289, 89257

EN. JAHIMIA ASIK

Nama Penyelia

TAMPARULI, SABAH

Tarikh: 24/03/2005

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).



## **PENGAKUAN**

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

Febuari 2005

---

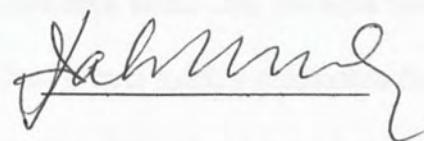
RAYNER TAIMIN  
HS2002-3757

**DIPERAKUKAN OLEH**

**1. PENYELIA**

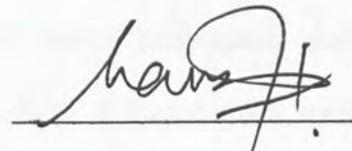
( En. Jahimin Asik )

Tandatangan



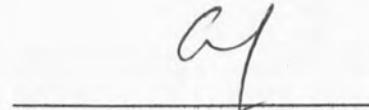
**2. PEMERIKSA 1**

(Prof. Madya Dr. Marcus Jopony)



**3. PEMRIKSA 2**

(En. Collin Joseph)



**4. DEKAN**

(Prof. Madya Dr. Amran Ahmed )



**UMS**  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

## **PEHARGAAN**

Dalam ruangan ini saya mengambil kesempatan untuk mengucapkan setinggi-tinggi penghargaan kepada penyelia saya En. Jahimin Asik kerana banyak membantu dan memberikan tunjuk ajar dalam kajian ini. Tanpa jasa beliau, disertasi ini mungkin tidak dapat disiapkan dengan sepenuhnya. Saya juga ingin mengucapkan sebanyak-banyak terima kasih kepada keluarga saya terutamanya kedua-dua ibubapa saya, En. Taimin Gindalan dan Puan. Susana @ Ahwin Dani kerana banyak membantu dari segi dorongan dan kewangan. Tidak lupa juga kepada rakan-rakan saya (Achillies Leo Joseph, Lerry Vinson dan Rincent Severianus) yang banyak membantu dan memberikan kritikan-kritikan membina semasa proses penyiapanan disertasi ini. Kepada nama-nama yang tidak dapat disebutkan di sini saya juga mengucapkan sebanyak-banyak terima kasih di atas bantuan dan kerjasama mereka terhadap penyempurnaan disertasi ini.

## **ABSTRAK**

Membran Fe(III)-ISE ini disediakan dengan 30% (w/w) PVC (paip PVC yang di hancurkan) dan dilarutkan dalam 10 ml THF diikuti penambahan 65% (w/w) diethyl phthalate dan 5% ionopor (PAN). Elektrod ini boleh mengesan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dengan baik pada lingkungan pH 2 hingga 4 dan masa responnya adalah dari 20 hingga 30 saat. Dari graf kalibrasi, elektrod ini memberikan had pengesanan pada  $3.55 \times 10^{-7}$  M, julat lineariti pada kepekatan  $1.0 \times 10^{-6}$  M hingga  $1.0 \times 10^{-2}$  M dan julat pengukuran adalah dari  $1.0 \times 10^{-1}$  M hingga  $1.0 \times 10^{-7}$  M serta memberikan kecerunan 17.8 mV/dekad. Walaupun elektrod Fe(III)-ISE ini dibina dari bahan-bahan yang murah, tetapi ia tetap memberikan respon (respon terhadap ion  $\text{Fe}^{3+}$ ) yang menyamai Fe(III)-ISE yang dibina dari bahan-bahan tulen.

## **ABSTRACT**

The membrane Fe(III)-ISE had been prepared with 30% (w/w) PVC (PVC pipe which been crushed first) and was dissolved in 10 ml THF followed by the addition of 65% (w/w) diethyl phthalate and 5% ionophore (PAN). This electrode can be used to measure  $\text{Fe}^{3+}$  ions at pH 2 to 4 and the time response was 20 to 30 seconds. The slope obtained was 17.8 mV/decades and the electrode exhibited a linear respond within the concentration ranged from  $1.0 \times 10^{-6}$  M to  $1.0 \times 10^{-2}$  M. The detection limit observed was  $3.55 \times 10^{-7}$  M, and the measuring range was from  $1.0 \times 10^{-1}$  M to  $1.0 \times 10^{-7}$  M. Although, this Fe(III)-ISE electrode was made from cheap material, yet still gave respond (response to  $\text{Fe}^{3+}$  ions) which was similar to the respond of Fe(III)-ISE electrode that was made from pure material.

## KANDUNGAN

Muka Surat

PENGAKUAN.....	ii
PENGESAHAN.....	iii
PEHARGAAN.....	iv
ABSTRAK.....	v
ABSTRACT.....	vi
SENARAI KANDUNGAN.....	vi
SENARAI JADUAL.....	ix
SENARAI GAMBARAJAH.....	x
SENARAI SIMBOL.....	xi
<b>BAB PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 PEGENALAN.....	1
1.2 OBJEKTIF KAJIAN.....	3
<b>BAB 2 LITERATURE REVIEW.....</b>	<b>4</b>
2.1 Pegenalan kepada Elektrod Pemilih Ion (ISE).....	4
2.2 Jenis-jenis ISE.....	5
2.2.1 Elektrod Membran Polimer.....	5
2.2.2 Elektrod Pepejal.....	5
2.2.3 Elektrod Membran Kaca.....	6
2.2.4 Elektrod Pegesan Gas.....	6
2.3 Komponen Membran ISE.....	6
2.3.1 Polimer.....	7
2.3.2 Ionopor.....	7
2.3.3 Pemplastik.....	8
2.4 Ciri Membran.....	8
2.5 Persamaan Nernst.....	9

2.6 Kajian Terdahulu.....	11
<b>BAB 3 METODOLOGI.....</b>	<b>14</b>
3.1 Bahan Kimia.....	14
3.2 Alat Radas.....	14
3.3 Kaedah.....	15
3.3.1 Penyediaan Larutan Stok $\text{FeCl}_3$ .....	15
3.3.2 Penyediaan Larutan Interferences.....	15
3.3.3 Penyediaan Larutan Penimbang.....	15
3.3.4 Pembinaan FeISE.....	16
a) Penyediaan Membran.....	16
b) Pembinaan Elektrod.....	17
3.3.5 Pengoptimuman FeISE.....	18
a) Kesan pH.....	19
b) Kajian Interferences/Gangguan.....	19
c) Pekali Elektrod Pemilih.....	20
d) Jangka Hayat Elektrod.....	20
3.3.6 Penentuan $\text{Fe}^{3+}$ .....	21
a) Kalibrasi.....	21
b) Penentuan $\text{Fe}^{3+}$ Dalam Sampel.....	21
<b>BAB 4 HASIL DAN PERBINCANGAN.....</b>	<b>22</b>
4.1 pH Berkesan.....	22
4.2 Kesan Respon Elektrod Terhadap Perubahan Kepekatan.....	24
4.3 Kesan Ion Pengganggu.....	27
4.4 Jangka Hayat $\text{Fe(III)-ISE}$ .....	30
4.5 Analisis Sampel.....	32
<b>BAB 5 KESIMPULAN.....</b>	<b>33</b>
5.1 Kesimpulan.....	33
5.2 Cadangan.....	34
RUJUKAN.....	35
LAMPIRAN.....	38

## **SENARAI JADUAL**

Muka Surat

4.1	Ciri-ciri respond Fe-ISE	27
4.2	Keupayaan pemalar selektiviti setiap kation	29
4.3	Bacaaan nilai keupayaan (mV) serta kepekatan ion $\text{Fe}^{3+}$ bagi setiap sampel	32



**UMS**  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

## **SENARAI RAJAH**

No. Rajah	Muka Surat
2.1 Struktur PVC	7
2.2 Graf untuk persamaan Nernst	10
3.1 Komponen membran dilarutkan dengan THF dalam silinder kaca	16
3.2 Elektrod Membran (FeISE)	17
3.3 Susunan alat radas semasa melakukan pengukuran	18
4.1 Graf keupayaa (mV) melawan pH	23
4.2 Graf menunjukkan julat respon lineariti, kecerunan dan julat pengukuran berkesan yang diperolehi dari graf kalibrasi.	25
4.3 Graf menunjukkan had pengesanan	26
4.4 Graf menunjukkan kepemilihan Fe(III)-ISE terhadap ion-ion pengganggu	28
4.5 Graf keupayaan (mV) melawan masa	31

## **SENARAI SIMBOL**

CF	continuous-flow
cm	sentimeter
FI	flow-injection
ISAB	ionic strength adjusment buffer
ISE	ion selective electrode
$K_{\text{Fe(III),i}}^{\text{pot}}$	pemalar Selektiviti
M	molariti
mm	milimeter
ml	mililiter
mol/L	bilangan mol per liter
mV	milivolt (keupayaan)
PVC	poly-vinil chloride
PAN	1-(2-Pyridylazo)-naphthol
SCE	standard clomel electrode
SSM	separate Solution Method
w/w	berat per berat (weight per weight)
°C	darjah celcius

## BAB 1

### PEDAHULUAN

#### 1.1 Pengenalan

Secara amnya, ferum hadir dalam air dalam bentuk  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$ . Ferum dalam air adalah berpunca dari semulajadi dan dari aktiviti manusia seperti perlombongan, peleburan bijih timah, pembakaran arang batu dan penggunaan bahan api seperti minyak (diesel, petrol dan lain-lain). Ferum yang terhasil daripada aktiviti-aktiviti manusia ini akan meresap masuk ke dalam tanah dan seterusnya kepada sumber air bawah tanah dan akhirnya sampai kepada manusia (Sung & Morgan, 1980).

Di ketahui bahawa, manusia tidak mendapat kesan sampingan sekiranya meminum air yang mengandungi ferum. Tetapi apabila pengoksidaan berlaku iaitu  $\text{Fe}^{2+}$  kepada  $\text{Fe}^{3+}$  dalam air, ia akan menghasilkan karat yang mana boleh mendorong kesan buruk ke atas kesihatan manusia seperti boleh menyebabkan penyakit tetanus, kerosakan kekal kepada ginjal dan hati, dan sebagainya. Oleh sebab itu, pihak EPA mensyorkan supaya hanya sebanyak 0.3 mg/L ferum dalam kandungan air (Stumm & Morgan, 1970).

Penentuan ferum dalam air boleh dilakukan dengan pelbagai cara dengan menggunakan alatan analisis seperti AAS (Spektrometri Serapan Atom), kaedah UV-Vis, gas kromotografi dan pelbagai jenis alatan analisis lain. Tetapi peggunaan kesemua alatan analisis ini memerlukan kos yang tinggi, sukar di bawa, memerlukan masa yang lama untuk membuat analisis dan cara penyediaaan sampel kadang-kalanya sukar. Oleh sebab itu, dalam kajian ini, elektrod pemilih ion (*Ion Selective Electrode*, (ISE)) akan digunakan untuk menentukkan kepekatan ion  $Fe^{3+}$  dalam air. Peggunaan ISE dalam kajian ini adalah kerana ia melibatkan kos yang rendah, kemudahan yang tinggi dan menjimatkan masa untuk membuat analisis (Marcos *et al.*, 1997).

Seimbas lalu, Cremer merupakan orang pertama yang menghuraikan tentang elektrod pH kaca pada tahun 1949. Sejak itu, pelbagai kajian telah dijalankan untuk mengkaji tentang peranan ISE dalam berbagai aspek. Pada pertengahan tahun 1960an, seorang jurutera yang bernama John Riseman bersama Dr. James Ross membina elektrod pemilih ion kalsium yang pertama untuk tujuan menganalisis darah. Sejak itu, berbagai jenis ISE telah dibina untuk menganalisis ion yang berbeza dalam sampel untuk tujuan komersial (Buck *et al.*, 1998).

## 1.2 Objektif Kajian

Dalam kajian ini terdapat tiga objektif yang utama:

- i.) Membina elektrod pemilih ion ferum (Fe(III)-ISE) dengan menggunakan bahan yang mudah didapati dan murah.
- ii.) Mengoptimumkan Fe(III)-ISE sebelum menentukan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dalam larutan.
- iii.) Menentukan had penggunaan Fe(III)-ISE.

## BAB 2

### LITERATURE REVIEW

#### 2.1 Pegenalan Kepada Elektrod Pemilih Ion (ISE)

Pada umumnya, ISE digunakan secara meluas sebagai alat analisis dalam industri, pengawalan proses, ukuran fisiologikal dan sebagai alat kawalan alam sekitar kerana ia menawarkan banyak faedah yang baik termasuklah dari segi kelajuan, memudahkan proses penentuan, tindak balas yang laju, kadar pemilihan yang tepat dan hanya melibatkan kos yang rendah (Wagiha, 2001).

ISE telah direka untuk menentukan keupayaan sesuatu ion khusus yang terdapat dalam sesuatu larutan. Keupayaan ini diukur melalui kestabilan elektrod rujukan yang mempunyai keupayaan yang tetap. Aktiviti ion tersebut akan menentukan perbezaan keupayaan di antara dua elektrod ( elektrod ISE dengan elektrod rujukan Ag/AgCl) dan ianya dipengaruhi kepekatan ion khusus tersebut (Christian, 2004).

Kaedah ISE adalah berdasarkan kepada prinsip sel galvanik. Keupayaan yang diukur adalah keupayaan sel ( $E_{sel}$ ) dari perbezaan keupayaan ISE ( $E_{ISE}$ ) dan keupayaan elektrod rujukan ( $E_{Ref}$ ) (Christian, 2003). Persamaan adalah seperti dibawah;

$$E_{cell} = E_{ISE} - E_{Ref} \quad (2.1)$$

## **2.2 Jenis-jenis ISE**

### **2.2.1 Elektrod Membran Polimer (Polymer Membrane Electrode)**

Elektrod jenis ini mempunyai membran sebagai sempadan pertukaran ion. Membran tersebut biasanya dibuat daripada matriks lengai seperti PVC atau getah silikon dan bahan penukar ion (ionopor) dalam nisbah yang tertentu. Bahan penukar ion ini bertindak sebagai tapak pertukaran ion yang diukur. Jenis elektrod ini banyak digunakan untuk penentuan kalium, kalsium dan nitrat (Harvey, 2000).

### **2.2.2 Elektrod Pepejal (Solid-State Electrode)**

Elektrod pepejal adalah berkaitan dengan peggunaan garam inorganik tidak larut yang dicampurkan dalam membran. Membrannya biasanya dibuat dari bahan yang keras dan poros seperti seramik,  $\text{AgS}_2$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{CuS}$  dan  $\text{PbS}$ . ISE jenis ini menyerapkan garam inorganik di permukaan logam (Wang, 1994).

### **2.2.3 Elektrod Membran Kaca (Glass Membrane Electrode)**

Elektrod membran kaca di bentuk dengan memasukan berbagai-bagai jenis bahan kimia ke dalam matriks kaca silikon dioksida. Jenis elektrod ini biasanya ialah elektrod pH dan elektrod membran kaca ini digunakan dalam penentuan ion sodium (Wang, 1994).

### **2.2.4 Elektrod Pegesan Gas (Gas Sensing Electrode)**

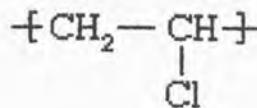
Elektrod pegesan gas digunakan untuk mengukur ammonia, carbon dioksida dan nitrogen dioksida. Elektrod ini mempunyai membran telap gas dan larutan penimbal sebagai larutan pengisi. Elektrod ini bertindak balas terhadap kepekatan yang terlarut dalam larutan aques. Nilai pH larutan penimbal berubah sekiranya gas bertindak balas dengannya dan perubahan tersebut akan di kesan oleh elektrod membran kaca. Elektrod jenis ini tidak menyediakan elektrod rujukan (Harvey, 2000).

## **2.3 Komponen Membran ISE**

Membran merupakan komponen yang utama dalam elektrod pemilih ion kerana ia berfungsi sebagai pemisah larutan pengisi dengan larutan analit. Pada masa yang sama, ia juga bertindak sebagai tapak pertukaran ion atau elektron. Membran mempunyai 3 komponen utama iaitu polimer (PVC), ionopor dan pemplastik (Wang, 1994).

### 2.3.1 Polimer (PVC)

Bagi kebanyakkan ISE jenis ini, polimer yang biasa digunakan ialah poli-vinil klorida (PVC). Amaun polimer yang digunakan amnya tidak kurang daripada 60% w/w berat keseluruan komponen membran. Fungsi utama polimer adalah sebagai matrik dan bersifat lengai. PVC digunakan dalam pembuatan membran di sebabkan ia mempunyai ciri yang unik iaitu PVC boleh diplastikkan dengan cecair polar dan cecair non-polar, menjadikanya bahan yang sesuai (Moody *et al.*, 1970).



**Rajah 2.1** Struktur PVC

### 2.3.2 Ionopor

Sekumpulan penyelidik yang di ketuai oleh Simon telah mencipta ionopor yang baru, yang mempunyai kepemilih tinggi menjadikan sensor ionopor membran cecair yang paling berjaya di antara ISE yang lain. Penciptaan ionopor ini adalah disebabkan ISE yang dibina masa itu memberikan tindak balas yang lambat. Ionopor merupakan komponen yang utama dalam elektrod pemilih ion kerana ia akan menentukkan kebolehan ISE dan ia mampu mengangkut sesuatu ion khusus untuk merentasi membran dalam sel. Rongga-rongga dan rekahan-rekahan yang terdapat dalam

ionopor berfungsi sebagai pelengkap kepada saiz dan cas ion khusus untuk menjadikannya lebih pemilih. Ia boleh jadi ligand atau bahan yang boleh bertindak balas dengan ion analit (Buhlamn *et al.*, 1998).

### 2.3.3 Pemplastik

Pemplastik merupakan bahan pelarut khas yang di tambahkan kepada resin sintetik untuk menghasilkan sifat kekenyalan dan sifat melentur. Pemplastik membantu membran menjadi lebih keras dan tidak mudah rapuh (Chirstian, 2004).

## 2.4 Ciri Membran

Membran pemisah yang terdahulu yang mempunyai hubungan dengan ionik dikenali sebagai *Cell* (Buck *et al.*, 1998). Untuk menentukan kelakuan elektrik membran sebagai konduktor ion, teknologi ISE telah menggunakan empat ciri. Ciri yang pertama, tapak kepekatan terbina dalam ion hydropobik yang mana akan menentukan samada membran adalah pemilih atur ataupun tidak. Ia akan memberarkan satu *counter-ion* sahaja yang mempunyai cas yang berbeza untuk memasuki membran. *Counter-ion* boleh bergerak merentasi membran secara peresapan dengan bantuan elektrik di mana elektrik tersebut memudahkan atau menyenangkan pergerakan *counter-ion*. Manakala kepekatan yang rendah bukan pemilih atur kerana ia mengandungi kepekatan *co-ions*. Ciri yang kedua, perubahan kepekatan secara semulajadi adalah disebabkan penyerapan air dan benjolan yang terdapat pada membran. Ciri yang ketiga adalah air secara spontanya teresap merentasi membran disebabkan tekanan osmotik yang berbeza. Ciri yang terakhir, makroskopik *electro*

*neutrality* dalam membran pemilih atur memerlukan kehadiran *co-ions* yang sedikit sahaja dalam membran, menyebabkannya dikenali sebagai pembuangan *co-ions* Donnan (Buck & Linder, 2001).

Matriks membran yang lebih kukuh diperlukan untuk menjadikan elektrod yang berasaskan ionopor lebih berjaya dan senang digunakan. Oleh itu, Rene Bloch et al., 1967 mendapat idea untuk memasukkan kesemua bahan membran ke dalam matrik PVC dan mengawal kepekatananya. Manakala J.D Ron Thomas dan Gwyln J. Moody telah membuat satu kaedah yang penting dalam pencampuran, pengacuan dan pengeringan membran sensor PVC pada tahun 1970 untuk menjadikan membran lebih kering dan lebih kukuh (Moody *et al.*, 1970).

## 2.5 Persamaan Nernst

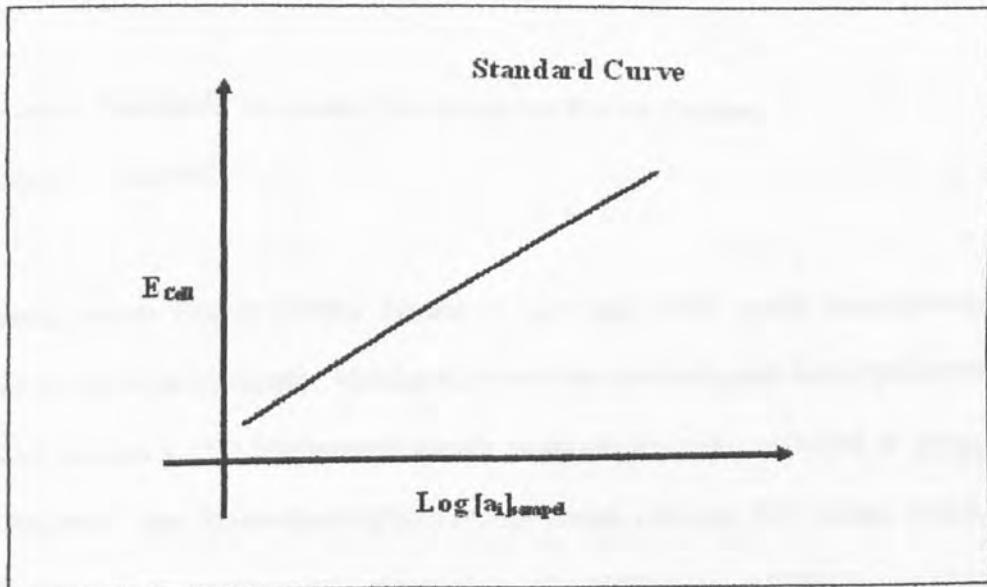
Prinsip yang digunakan oleh ISE sudah diketahui dan difahami yang mana membran merupakan kunci utama dalam ISE. Apabila membran memisahkan dua larutan yang berbeza aktiviti ioniknya ( $a_1$  dan  $a_2$ ) dan dengan syarat bahawa membran hanya telap kepada satu jenis ion sahaja, beza keupayaan ( $E$ ) yang merentasi membran dapat diterangkan dengan persamaan Nernst di bawah;

$$E = \frac{RT}{zF} \ln (a_2/a_1) \quad (2.2)$$

Tetapi jika aktiviti ion dalam fasa 1 dikekalkan tetap, aktiviti yang tidak diketahui dalam fasa 2 ( $a_1 = ax$ ) adalah berkaitan dengan persamaan di bawah;

$$E = \frac{RT}{zF} \ln(ax/a_1) = \text{const} + s. \log(ax) \quad (2.3)$$

Di mana  $S = 59.1612$  [mV] pada 28K dan  $zx$  adalah cas kepada analit. Perlu diketahui bahawa pengukuran ini adalah pada takat kosong, sebagai contoh, keadaan adalah di bawah takat keseimbangan. Takat keseimbangan bermaksud pergerakan ion dari membran ke dalam larutan adalah sama dengan pergerakan ion dari larutan ke dalam membran (Christian, 2004).



**Rajah 2.2:** Graf untuk persamaan Nernst

Berdasarkan graf (Rajah 2.2) tersebut, secara ringkasnya persamaan Nernst adalah seperti berikut;

$$E_{\text{cell}} = K + 2.3 \frac{RT}{zF} \log [a_i]_{\text{sample}} \quad (2.4)$$

$zF$

Di mana:

$E$  = keupayaan elektrokimia

$K$  = Pemalar keupayaan

$R$  = Pemalar gas molar (8.314 joules/(mole)(°K))

$T$  = Suhu mutlak (Kelvin, K); ( $^{\circ}\text{K} = 273^{\circ} + ^{\circ}\text{C}$ )

$z$  = jumlah elektron yang di pindahkan dalam tindak balas elektrod

$F$  = Pemalar Farady (96,487 coulombs/mole of electrons)

$a_i$  = Aktiviti ionik ( $a_i = C_i f_i$ ; dimana  $C$  adalah kepekatan ion dan  $f$  adalah pemalar aktiviti)

## 2.6 Kajian Terdahulu Terhadap Penentuan Ion Ferum dengan Meggunakan ISE

Menurut kepada Marcos (1997), mereka menggunakan FeISE untuk menentukan ferum dalam sebatian vitamin. Mereka telah membina elektrod grafit berselaput eposi pemilih ion ferum (III) berdasarkan kepada pasangan ion yang terbentuk di antara  $[\text{Fe(citrate)}_2]^{3-}$  dan tricaprylymethylammonium kation (Aliquat 336) dalam matrik PVC. Filem nipis membran bagi pasangan ini dibutlyphthalate (DBPh) dalam PVC diletakkan terus ke dalam tiub perspex di mana mengandungi substrat konduktor eposi grafit. Larutan membran di sediakan dengan melarutkan 30% w/w PVC ke dalam 10 ml tetrahydrofuran (THF) diikuti penambahan 65% w/w DBPh dan 5% ionopor (pasangan ionik). Kuasa,  $E$  (mV) melawan  $\log [\text{Fe(citrate)}_2]^{3-}$  elektrod bertindak balas secara linear kepada kepekatan ferum (III) dari  $1.0 \times 10^{-3}$  mol/L hingga  $1.0 \times 10^{-1}$  mol/L dalam 1.0 mol/L medium citrate dengan kecondongan  $19.3 \pm 0.5$  mV/persepuluh dan had masa peggunaan menjangkau sekitar 6 bulan yang mana lebih

daripada 800 penentuan untuk setiap membran polimer di gunakan. Had pegesan adalah  $7.5 \times 10^{-4}$  mol/L dan hubungan lencongan piawai adalah kurang daripada 3% untuk larutan yang mengandungi  $5.0 \times 10^{-3}$  mol/L ferum (III) ( $n=10$ ). Kemudiannya, keputusan yang didapati dibandingakan dengan AAS yang mana hampir 99% ( $r = 0.9999$ ) sama.

Wagiha (2001) telah menguraikan komposisi dan ciri-ciri kebolehan empat sensor membran PVC FeISE yang di gunakan dalam perubatan. Membran pemilih ion adalah berdasarkan kepada wayar berselaput membran ionik yang dimasukan dengan tetrakloroferrate(III) aliquat. Tiga daripada sensor tersebut adalah berdasarkan kepada peggunaan ion kompleks gabungan bagi ferum (II) 2,4,6-tri(2-pyridyl)-1,3,5-triazine (TPTZ) dengan tetraphenylborate (TPB) atau asid *phosphotungstic* (PTA) sebagai elektro peresap aktif dalam dibutil sebacate pemplastik dalam kaca dengan sokongan grafit pepejal. Sensor yang keempat adalah berdasarkan kepada pemplastik membran *carboxylated* PVC. Pembinaan sensor digunakan untuk pegujian mutu logam ferum dalam penyediaan ubat-ubatan. Kepekatan dari  $5 \times 10^{-7}$  hingga  $10^{-2}$ , sensor menunjukkan tindak balas yang cepat dan linear terhadap cas ferum. Nilai pH 3.2 hingga 7.1, tidak memberikan kesan terhadap kebolehan sensor. Sensor tersebut boleh digunakan lebih daripada 3 bulan tanpa ada pencerapan sebarang lencongan.

Ion ferum telah ditentukan dalam zink elektro elektrolit menggunakan kaca *chalcogenide* elektrod pemilih ion ferum (Marco *et al.*, 2001). Kaca *chalcogenide* elektrod pemilih ion ferum menghasilkan had pegesan bagi  $1.0 \times 10^{-7}$  M ion bebas ferum (III) dalam larutan bukan penimbal ferum (III). Potentiometri CFA/ISE adalah mengikut kepada pengatomasian dan pengamalan on-line ferum. Tambahan lagi,

## Rujukan

- Buck, R. P. and Vanysek, P., 1990. *J. Electroanal. Chemistry*. New York
- Buck, R. P., 1995. In *Ion-Transfer Kinetics. Principles and Applications*. New York.
- Buck, R.P., and Linder, E., 2001. *Tracing the History of Selective Ion Sensors*. New York
- Buhlmann, P.; Pretsch, E. and Bakker, E., 1998 *Chemistry. Review*. New York
- Bralic, M., Brinić, E.S., Generalić, and L. Vrsalović, 2003. *Development of a flow manifold for Fe(III) ion determination with a fluoride ion selective electrode*. Crotia
- Christian, D.G., 2004. *Analytical Chemistry. Sixth Edition*. United States of America
- Clark, G.L., & Hawley, G.G., 1966. *The Encyclopedia Of Chemistry*. Van Nostrand Reinhold, New York.
- Guilbault, G. G., and Montalvo, J. G., 1969. *J. Am. Chemistry Social*. New York
- Donald T. Sawyer., Andrezy Sobwiak., & Julian L. Roberts., 1995. *Electrochemistry For Chemists*. Canada.
- Harvey, David., 2000. *Modern Analytical Chemistry*. United States of America
- Hem, J.D., & Cropper, W.H., 1959. *Survey of Ferrous-Ferric Chemical Equilibria and redox Potentials, Chemistry of Iron in Natural Waters*. Geol. Sur. Water Supply pap.

- Lindner, E.; Toth, K. and Pungor, E., 1988. *Dynamic Characteristics of Ion-Selective Electrodes*; CRC Press: Boca Raton, FL.
- Marcos Fernando de S. Teixeira, Clezio Aniceto & Orlando Fatibelo-Filho., 1998. *Ion Selective for Determination of Iron (III) in Vitamin Formulations*. Brazil.
- Moody, G. J.; Oke, R. and Thomas, J. D. R., 1970 *Analyst*. New York.
- Morf, W. E., 1981. *Principles of ISEs and Membrane Transport*; Elsevier: New York.
- Meyerhoff, M. E., 1990 *Clin. Chemistry*. New York
- Musser, R.D., & O'Neil, J.J., 1969. *Pharmacology and Therapeutics*. The Macmillan Company.
- Rechnitz, G. A.; Kobos, R. K.; Riechel, S. J. and Gebauer, C. R. 1977 *Anal. Chim. Acta* New York.
- Reid, J. B.; Melroy, O. and Buck, R. P., 1963. *J. Electroanalysis Chemistry*. New York
- Schneider, B.; Zwickl, T.; Federer, B.; Pretsch, E. and Lindner, E., 1996. *Analytical Chemistry*. New York
- Sokalski, T.; Ceresa, A.; Zwickl, T. and Pretsch, E., 1997. *J. Am. Chemistry Social*. New York
- Stumm, W., and Morgan, J.J., 1970. *Aquatic Chemistry*. New York
- Sung, W., & Morgan, J.J., 1980. *Kinetics and Product of Ferrous Iron Oxygenation in Aqueous Systems*. Environment Science & Technology.
- Wang J., 1994. *Analytical Electrochemistry*. New York

Wagiha H. Mahmud., 2001. *Iron Ion Selective Electrodes fro Direct Potentiometry and Potentiotitrimetry in Pharmaceuticals*. Egypt.

Waldbott, G.L., 1973. *Health Effects of Environmental Pollutants*. Mosby St. Louis, Missouri.

West, T.S., 1969. *Complexometry With EDTA and Related Reagents*. London