

ELEKTROD MEMBRAN PILIHAN-ION
BAGI PENENTUAN PARAQUAT

disertasi

oleh

ISMAIL HANUAR

untuk memenuhi kursus KUE 400 dan sebagai
keperluan kepada penerimaan Ijazah Sarjana
Muda Sains dengan Kepujian.

PUSAT PENGAJIAN SAINS KIMIA
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
MINDEN, PULAU PINANG
APRIL 1987.

Khas buat kedua ibu-bapa yang dikasihi

<u>KANDUNGAN :</u>		<u>MUKA SURAT</u>
	PERHARGAAN	vii
	ABSTRAK	viii
	ABSTRACT	x
1.0	Pengenalan	1
1.1	Terminologi	4
1.2	Simbol-simbol	9
2.0	Eksperimental	11
2.1	Pengenalan	11
2.2	Alat-alat Kelengkapan	11
2.3	Reagen-reagen	12
2.4	Pasangan-ion Paraquat-tetrafenilboron	13
2.5	Pembuatan Elektrod	13
2.6	Kalibrasi Elektrod	17
2.7	Penentuan Paraquat	17
3.0	Teori-teori	18
3.1	Pengenalan	18
3.2	Sel Elektrokimia	18
3.3	Sistem Elektrod	19
3.3.1	Aktiviti dan Kepekatan	19
3.3.2	Keupayaan Membran	20
3.3.3	Jenis-jenis Membran	22
3.3.4	Keselektifan Membran	24

3.4	CIRI-CIRI AM ELEKTROD PILIHAN-ION	26
3.4.1	Kelajuan respon dan Kestabilan	26
3.4.2	Panjang usia Elektrod	27
3.4.3	Conditioning dan Penyimpanan Elektrod	28
4.0	KEPUTUSAN-KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN	29
4.1	CIRI-CIRI RESPON MEMBRAN (MEMBRAN CECAIR DAN PVC)	29
4.2	WAKTU RESPON DAN KESTABILAN MEMBRAN	31
4.3	KESENSITIFAN ELEKTROD(MEMBRAN CECAIR)	34
4.3.1	Kesan pH	34
4.3.2	Kesan Ion-ion Takorganik	36
4.3.3	Kesan Bahan-bahan Organik (Racun perosak dan rumpai)	37
4.4	APLIKASI ANALITIK	39
4.4.1	Kaedah Penyukatan Potentiometrik Secara Langsung	39
4.4.2	Kaedah Pentitratan Potentiometrik	40
4.4.3	Penentuan Praquat Di dalam Air Kencing	42
5.0	KESIMPULAN	44
6.0	CADANGAN-CADANGAN	46

7.0	RUJUKAN-RUJUKAN	46
8.0	LAMPIRAN	50
8.1	PENYEDIAAN LARUTAN STOK	50
8.2	PEMPIAWAIAN 0.005 M LARUTAN-- LARUTAN NATRIUM TETRAFENILBORON	51
8.3	PENYEDIAAN PENAMPAN pH	51
8.4	PENENTUAN PEMALAR KEAKTIFAN	54
8.5	KAEDAH LARUTAN CAMPURAN	54
8.6	PENYEDIAAN SAMPEL (KESELEKTIFAN)	55
8.7	PERATUS SISIHAN PIAWAI	56
8.8	PENENTUAN GRADIEN	56
8.9	PENENTUAN KEPULIHAN	56

SENARAI JADUAL

4-1	Ciri-ciri respon membran cecair (benzena dan parafin hidrofobiz) dan membran PVC pada suhu 25 °C .	29
4-2	Pemalar keselectifan bagi membran cecair paraquat-tetrafenilboron di dalam nitrobenzena	36
4-3	Pemalar keselectifan membran cecair paraquat-tetrafenilboron dalam nitrobenzena (Kesan daripada bahan organik)	37
4-4	Penentuan paraquat menggunakan elektrod membran cecair paraquat-tetrafenilboron (kaedah potentiometrik secara langsung)	40
4-5	Penentuan paraquat menggunakan elektrod membran cecair paraquat-tetrafenilboron (kaedah pentitratan)	42
4-6	Penentuan paraquat di dalam air kencing menggunakan elektrod membran cecair paraquat-tetrafenilboron (kaedah terus)	43
8-1	Penyediaan larutan-larutan penampan pH 2.0 hingga pH 10.0	52

SENARAI RAJAH

2-1	Kompleks pasangan-ion paraquat-tetrafenilboron.	13
2-2	Elektrod paraquat pilihan ion membran cecair (benzena atau parafin hidrofobiz)	14
2-3	Elektrod paraquat pilihan ion berasaskan poli(vinil klorida)	16
3-1	Membran elektrokimia yang selektif kepada spesis kationik	21
4-1	Graf kalibrasi bagi penentuan paraquat menggunakan membran cecair paraquat-tetrafenilboron	30
4-2	Waktu respon elektrod membran cecair paraquat-tetrafenilboron	32
4-3	Lengkuk kalibrasi bagi penentuan paraquat menggunakan membran berasaskan PVC	33
4-4	Kesan pH ke atas keupayaan elektrod membran cecair paraquat-tetrafenilboron	35
4-5	Kesan gangguan magnesium dan bidrin ke atas elektrod membran cecair paraquat-tetrafenilboron	38
4-6	Pentitratan 10-ml larutan paraquat dengan 0.01 M natrium tetrafenilboron menggunakan elektrod membran cecair paraquat-tetrafenilboron	41
8-1	Kelok pentitratan 0.005 M natrium tetrafenilboron dengan 0.005 M argentum nitrat piawai	53

8-2	Pemalar keaktifan ion sebagai fungsi kepada jumlah kekuatan ionik	54
8-3	Elektrod membran cecair paraquat- tetrafenilboron	57
8-4	Elektrod membran berasaskan poli(vinil klorida)	57
8-5	Proses pepadatan matriks grafit elektrod membran cecair	58
8-6	Bekas untuk menyimpan paraquat(kompleks)	58
8-7	Beckman meter pH berdigit (Model 91-00) untuk mendapatkan bacaan keupayaan	59
8-8	'Cary pH switch'	59

PERHARGAAN

Di sini saya ingin mengucapkan berbanyak-banyak terimakasih dan setinggi penghargaan ke atas penasihat saya, Dr. Mohamad Nor Ahmad di atas tunjuk-ajar, nasihat-nasihat yang berguna dan kerjasama beliau yang tidak mengira masa di dalam menjayakan projek saya ini dengan lancar dan jayanya.

Terimakasih tidak terhingga saya, juga kepada kakitangan Pusat Pengajian Kimia, USM, terutamanya kepada Encik Kassim, Encik Oon Liang Guan, Encik Wahab dan Encik Khalid, Encik Abu dan Encik Rahman, Encik Razak dan Cik Noriza di atas kerjasama dan pertolongan yang diberikan.

Juga, terimakasih kepada Jabatan Pertanian Pulau Pinang di atas sumbangan racun-racun rumpai dan perosak dan tidak lupa juga kepada Dr. Hamzah Darus di atas sumbangan larutan stok paraquat beliau.

Akhir sekali, ke atas rakan-rakan saya di atas galakan dan semangat yang diberikan.

ISMAIL HANUAR

ABSTRAK

Paraquat merupakan racun rumpai yang banyak digunakan di negara ini untuk tujuan pertanian. Penggunaannya banyak dijalankan di kawasan-kawasan sawah padi, penanaman sayur-sayuran dan sebagainya. Oleh kerana penggunaannya yang banyak dan begitu meluas ini, maka satu kaedah analisis paraquat yang sesuai dan tepat perlu dihasilkan, supaya masalah keracunan oleh paraquat ini dapat ditentukan dan seterusnya diambil tindakan dengan cepat.

Elektrod membran cecair untuk penentuan paraquat yang disediakan daripada larutan kompleks pasangan-ion paraquat-tetrafenilboron telahpun dihasilkan. Elektrod ini mengikuti respon Nerstian di dalam julat 10^{-2} hingga 10^{-6} , kepekatan paraquat dengan kecerunan kationik purata, 29 mV/dekad kepekatan. Elektrod ini mempunyai julat kerja pH yang luas (5.5-7.5), waktu respon yang stabil dan dapat digunakan untuk sekurang-kurangnya 60 hari. Ia mempunyai keselektifan yang tinggi ke atas paraquat walaupun di dalam kehadiran ion-ion inorganik dan bes-bes organik.

Keputusan-keputusan yang diperolehi untuk penentuan kuantiti 0.01 hingga 2.55 mg/ml paraquat, menunjukkan purata kepulihan 99.6% dan purata sisihan piawai 1.2% . Penentuan paraquat di dalam air kencing yang pekat, memberikan keputusan yang agak memuaskan juga, yakni purata kepulihan 61.1% dan purata sisihan piawai 0.4% .

Penggunaan kaedah-kaedah elektrod pilihan-ion ini, untuk penentuan paraquat, dapat membuktikan bahawa kaedah analitis ini adalah sangat berguna di dalam kajian-kajian alam sekitar contohnya dan adalah sudah jelas bahawa kaedah analitis ini dapat diperkembangkan kepada analisis racun-racun rumpai dan perosak yang lain.

ABSTRACT

Paraquat is a kind of herbicide which is widely used in this country in the agricultural sector. Its use is commonly found in the padi fields, vegetable farming and other agricultural based products. Due to its popular and wide usage, therefore an important method of analysis which is suitable and precise has to be developed, so that the poisoning effect of paraquat can be determined and hence a possible solution or action can be done.

A liquid membrane electrode for the determination of paraquat can be set up from the ion-pair complex solution of paraquat-tetraphenylboron which has been prepared initially. This electrode has a Nerstian response in the range of 10^{-2} to 10^{-6} M, paraquat concentration and with an average cationic gradient of 29 mV/concentration decade. This electrode too, has a wide working pH range (5.5-7.5), a stable response time and can be used for at least 60 days. It has a high selectivity for paraquat despite in the presence of inorganic ions and organic bases.

The results obtained for quantitative analysis of 0.01 to 2.55 mg/ml of paraquat show that the average recovery is 99.6% and the average standard deviation of 1.2%. Paraquat determination in concentrated urine, gives reasonable results, that is an average recovery of 61.1% and a mean standard deviation of 0.4%.

The use of ion-selective electrode methods for paraquat determination could prove that, this analytical

Method is of great use in the environment research, for example and is clear that this method of analysis, can be extended and widely applied for the analysis of other common herbicides and pesticides.