

## Penentuan Plumbum Menggunakan Kaedah Analisis Suntikan Aliran Berdasarkan Pembentukan Kompleks antara Plumbum dengan Reagen Galosianin

Nor Azah Yusof & Musa Ahmad

*Pusat Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan  
Fakulti Sains dan Teknologi  
Universiti Kebangsaan Malaysia  
43600 UKM Bangi, Selangor  
Malaysia*

Received: 4 September 2000

### ABSTRAK

Analisis suntikan aliran (FIA) dengan sistem pengesanan UL-Nampak telah digunakan dalam kajian ini untuk pengesanan Pb(II) dalam persekitaran akues. Sistem FIA yang digunakan di dalam penyelidikan ini adalah berdasarkan tindak balas antara Pb (II) dengan reagen galosianin untuk membentuk suatu kompleks yang keserapannya maksimum pada panjang gelombang 550 nm. Kadar alir larutan pembawa, pH larutan dan kepekatan reagen telah dioptimumkan bagi meningkatkan kecekapan analisis bagi sistem FIA ini. Sistem FIA didapati optimum pada kadar alir 1.2 mL/min dan pH 8. Julat kepekatan dinamik bagi Pb(II) pula ialah  $1.0 \times 10^{-3}$  mg/L hingga  $1.0 \times 10^1$  mg/L. Kebolehulangan pengesanan Pb(II) adalah baik dengan nilai RSD 1.03%. Pada nisbah mol 1:1, Cd(II), Ni(II) dan Co(II) didapati mengganggu dengan masing-masingnya memberikan ralat relatif sebanyak 10.05 %, 10.15 % dan 10.25 %.

### ABSTRACT

Flow injection analysis (FIA) with UV-Visible detection has been used in this study for Pb(II) detection in an aqueous environment. The FIA system used in this study was based on the reaction between Pb (II) and gallosyanine which formed a complex with maximum absorbance at around 550 nm. The carrier solution flow rate, solution pH and the reagent concentration have been optimised to increase the efficiency of the FIA system. The FIA system was found to be optimum at 1.2 mL/min flow rate and pH 8. The dynamic range for the Pb(II) concentration was found to be between  $1.0 \times 10^{-3}$  mg/L and  $1.0 \times 10^1$  mg/L. The reproducibility of the method was very good with RSD value of 1.03 %. At mole ratio of 1:1, Cd(II), Ni(II) and Co(II) were found to interfere with respective relative error of 10.05 %, 10.15 % and 10.25 %.

**Kata kunci:** Plumbum, kaedah analisis suntikan aliran, reagen galosianin, persekitaran akues

### PENGENALAN

Sistem FIA telah diasaskan oleh Ruzicka dan Hansen pada tahun 1975 (Shpigun 1990). Ia merupakan suatu teknik yang sesuai untuk pengukuran secara kinetik bagi ion logam kerana keadaan tindak balas yang boleh dikawal dengan

pengoptimuman parameter-parameter eksperimen seperti kadar alir, panjang tiub, diameter tiub dan lain-lain.

Pengesanan ion Pb(II) menggunakan sistem FIA telah dilakukan oleh beberapa penyelidik terdahulu, contohnya pengesanan Pb(II) secara spektrofotometri menggunakan kaedah FIA dengan reagen 2-(5-nitro-2-piridilazo)-5-(N-propil-N-sulfo-propilamino) fenol sebagai pengkompleks (Yamane & Yamaguchi 1997), pengesanan Pb(II) menggunakan kaedah suntikan aliran dengan ekstraksi-fotometrik (Novikov *et al.* 1989), pengesanan Pb(II) menggunakan kaedah suntikan aliran 'stopped flow' (Mingshu & Pacey 1995) dan pengesanan Pb(II) dalam darah menggunakan kaedah voltametri hidrodinamik dengan sistem suntikan aliran dan alat pengesanan 'wall jet' (Jaenicke *et al.* 1998).

Memandangkan pelbagai teknik telah wujud di dalam pengesanan ion Pb(II), adalah kurang berfaedah untuk memperkenalkan suatu teknik yang baru kecuali teknik tersebut dapat memberikan kadar pensampelan yang lebih tinggi, had pengesanan yang lebih rendah dan kaedah operasi yang lebih mudah tanpa melibatkan ekstraksi, pemekatan ataupun tindak balas yang rumit. Oleh itu kertas kerja ini memfokuskan kajian terhadap pengesanan Pb(II) menggunakan reagen galosianin yang sensitif terhadap Pb(II) melalui pembentukan kompleks Pb(II)-galosianin. Reagen yang digunakan ini adalah sensitif terhadap Pb(II) dan kaedah tindak balas yang terlibat ringkas tanpa melibatkan pemekatan analit dan juga ekstraksi.

Kaedah FIA dengan sistem pengesanan Spektrofotometer UL-Nampak digunakan dalam kajian ini. Kajian dilakukan untuk mendapatkan graf kalibrasi, menentukan keboleholangan kaedah, mengoptimumkan kadar alir, mengkaji kesan kepekatan reagen terhadap pembentukan kompleks, mendapatkan pH optimum dan mengkaji kesan gangguan logam berat yang lain semasa penentuan ion Pb(II).

## EKSPERIMEN

### *Bahan Kimia dan Reagen*

Semua bahan kimia yang digunakan dalam kajian ini adalah dari gred analisis. Air nyahion digunakan dalam kajian ini untuk penyediaan semua larutan. Larutan stok galosianin (Fluka) dengan kepekatan 0.15 % (w/v) disediakan dengan melarutkan 0.15 g reagen ke dalam 100 mL larutan penimbal pH 8. Satu siri kepekatan larutan galosianin (0.03 – 0.15 %) disediakan melalui pencairan terhadap larutan stok galosianin.

Larutan stok Pb(II) dengan kepekatan  $5.0 \times 10^3$  mg/L disediakan dengan melarutkan 0.5 g plumbum nitrat (Carlo Erba) dalam air nyahion dan isi padunya dijadikan 100 mL. Satu siri larutan Pb(II) dengan kepekatan  $1.0 \times 10^{10}$  mg/L –  $1.0 \times 10^4$  mg/L disediakan dengan melakukan pencairan terhadap larutan stok Pb(II).

Larutan penimbang yang digunakan disediakan berdasarkan kaedah dari Handbook of Basic Tables for Chemical Analysis (Bruno & Svoronos 1989).

#### *Peralatan*

Peralatan analisis suntikan aliran yang digunakan terdiri dari injap suntikan (Rheodyne 7727), pam peristaltik (Gelson Pump) dan tiub pam 1.85 cm (Astoria Pacific International). Peralatan ini disambungkan kepada Spektrofotometer UL-Nampak model Shimadzu 160A yang menggunakan sumber lampu tungsten dan deuterium.

#### *Tatakaedah*

Kesan kadar alir larutan pembawa terhadap pembentukan kompleks Pb(II)-galosianin dikaji untuk julat kadar alir dari 0.4 mL/min hingga 1.8 mL/min. Parameter-parameter yang lain seperti kepekatan reagen dan kepekatan Pb(II) dibiarkan tetap. Kesan pH terhadap tindak balas pengkompleksan pula dikaji pada julat pH antara 1 hingga 8.0. Larutan Pb (II) dengan isi padu dan kepekatan yang sama tetapi pH yang berbeza disuntik ke dalam sistem melalui injap suntikan.

Untuk kajian kesan kepekatan reagen terhadap serapan kompleks, larutan galosianin pada julat kepekatan 0.03% - 0.15% (g/mL) digunakan. Larutan galosianin yang berlainan kepekatan ini dipamkan ke sistem FIA dengan menetapkan parameter-parameter lain. Spektrum yang terhasil direkodkan dan graf ketinggian puncak melawan kepekatan galosianin diplotkan.

Kajian terhadap julat kepekatan dinamik Pb(II) dilakukan menggunakan larutan Pb(II) pada kepekatan  $1.0 \times 10^{-10}$  mg/L -  $1.0 \times 10^4$  mg/L. Setiap satu sampel disuntik sebanyak 10 kali ke dalam peralatan FIA melalui injap suntikan menggunakan penyuntik 25 ml. Reagen galosianin (0.03%) dialirkan menggunakan pam peristaltik dengan kadar alir 1.2 mL/min. Puncak yang terhasil direkodkan menggunakan Spektrofotometer UL-Nampak pada panjang gelombang sekitar 550 nm. Kebolehulangan kaedah ini ditentukan menggunakan kaedah yang sama seperti untuk penentuan julat kepekatan dinamik Pb(II) tetapi hanya satu kepekatan Pb(II) sahaja yang digunakan iaitu  $1.0 \times 10^{-2}$  mg/L.

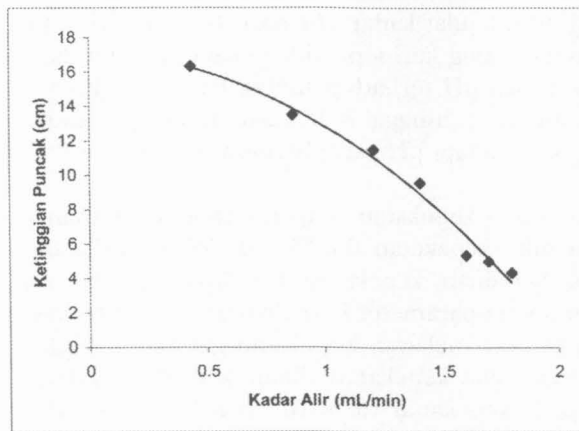
Kajian terhadap kesan gangguan oleh ion-ion asing dilakukan dalam kajian ini untuk melihat darjah gangguan oleh ion-ion berkenaan. Kajian dihadkan kepada kation-kation Mn(II), Cd(II), Ni(II), Mg(II), K<sup>+</sup>, Co(II) dan Na<sup>+</sup> yang telah dikenal pasti sebagai mengganggu dalam penentuan Pb(II). Kajian dilakukan dengan menyuntik campuran Pb(II) dan ion berkenaan pada nisbah molar 1:1 ke dalam peralatan FIA melalui injap suntikan menggunakan penyuntik 25 µl.

### **KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN**

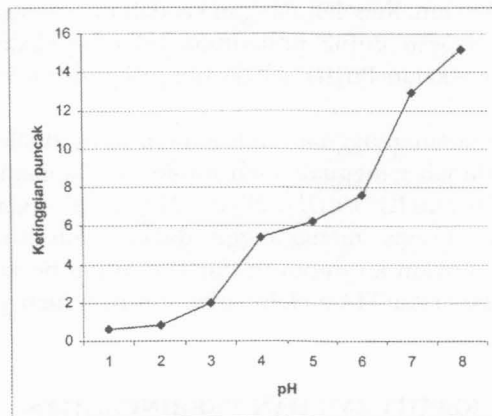
*Rajah 1* menunjukkan kesan kadar alir reagen terhadap serapan kompleks Pb(II)-galosianin. Keputusan ini menunjukkan bahawa rangsangan tindak balas

bertambah dengan pengurangan kadar alir. Pada kadar alir yang lebih rendah, analit akan berada di dalam reaktor tindak balas dalam jangka masa yang lebih lama berbanding kadar alir yang tinggi dan keadaan ini memberikan peluang untuk analit berinteraksi lebih lama dengan reagen yang dialirkan. Selain itu, pengurangan kadar alir akan mengurangkan juga serakan analit. Kedua-dua faktor ini membantu dalam meningkatkan kepekaan kaedah.

Kesan pH terhadap tindak balas di antara reagen dan analit ditunjukkan dalam *Rajah 2*. Seperti ditunjukkan, rangsangan optimum diperolehi pada pH 8.0 apabila puncak dengan ketinggian yang maksimum dihasilkan. Pada pH yang lebih tinggi, suatu mendakan berwarna putih didapati akan terbentuk. Oleh itu kesan pH yang melampaui pH 8.0 tidak dikaji dalam kajian ini.



*Rajah 1: Kesan kadar alir terhadap ketinggian puncak serapan kompleks Pb(II)-galosianin*

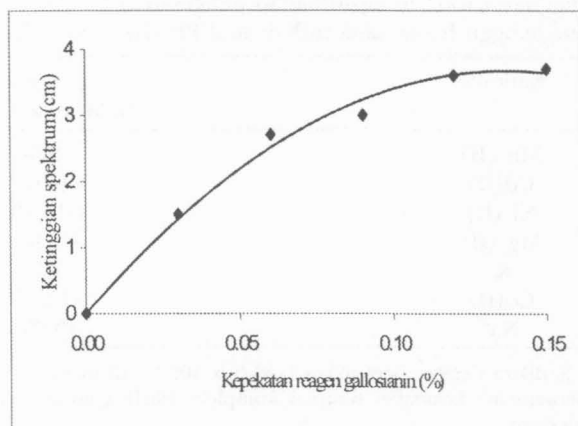


*Rajah 2: Kesan pH terhadap ketinggian puncak serapan kompleks Pb(II)-galosianin*

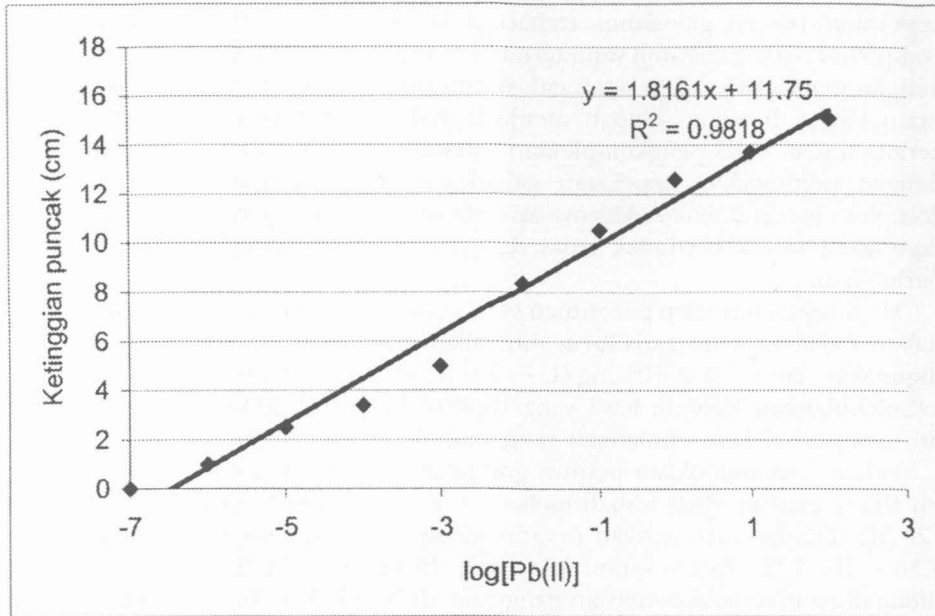
*Rajah 3* menunjukkan keputusan yang diperolehi dalam kajian kesan kepekatan reagen galosianin terhadap ketinggian puncak spektrum untuk kompleks Pb(II)-galosianin yang terhasil. Serapan kompleks didapati meningkat dengan peningkatan kepekatan galosianin yang digunakan sehingga mencapai suatu tahap di mana serapan menjadi malar. Peningkatan serapan berlaku kerana tindak balas pengkompleksan antara galosianin dan Pb (II) meningkat dengan peningkatan kepekatan galosianin. Walau bagaimanapun, serapan kompleks menjadi malar akhirnya apabila semua Pb (II) yang hadir telah habis digunakan untuk bertindak balas dengan galosianin yang kini hadir secara berlebihan.

Hasil kajian terhadap penentuan julat kepekatan dinamik Pb(II) ditunjukkan dalam *Rajah 4*. Suatu garis lurus dihasilkan pada julat kepekatan Pb(II) yang digunakan iaitu  $1.0 \times 10^{-3}$  mg/L –  $1.0 \times 10^1$  mg/L. Untuk kajian terhadap kebolehulangan kaedah, hasil yang diperolehi menunjukkan bahawa kaedah ini mempunyai kebolehulangan yang baik dengan nilai RSD 1.03%.

Jadual 1 menunjukkan peratus gangguan kation asing semasa pengesanan Pb (II) dilakukan. Pada nisbah molar 1:1, kation-kation Ni (II), K, Cd (II) dan Co (II) didapati memberikan peratus gangguan yang agak tinggi iaitu sekitar 7.50 – 10.15 %. Kation-kation lain yang dikaji iaitu Mn(II), Mg(II) dan Na<sup>+</sup> didapati memberikan peratusan gangguan di bawah 5.00 %. Di dalam keadaan di mana sampel Pb(II) yang ingin dianalisis diketahui mengandungi ion-ion pengganggu ini, adalah dicadangkan agar ion-ion pengganggu tersebut ditopengkan terlebih dahulu sebelum analisis dijalankan. Contohnya ion Ni(II) boleh ditopengkan dengan menggunakan Dimetilglioksin (DMG).



*Rajah 3: Kesan kepekatan reagen galosianin terhadap ketinggian puncak serapan kompleks Pb(II)-galosianin*



Rajah 4: Julat kepekatan dinamik ion Pb(II) menggunakan kaedah FIA dengan reagen galosianin

JADUAL 1

Kesan gangguan kation asing terhadap pengesanan Pb (II) apabila ion pengganggu hadir pada nisbah mol Pb (II):kation 1: 1.

Kation%	* gangguan (ralat relatif, %)
Mn (II)	+ 2.50
Cd(II)	+10.05
Ni (II)	+ 10.15
Mg (II)	+ 3.90
K <sup>+</sup>	+7.50
Co(II)	+10.25
Na <sup>+</sup>	+3.00

\* ralat relatif, % dikira dengan persamaan  $(x-y)/y \times 100 \%$ , di mana:

x - purata (3 penentuan) keamatan serapan kompleks Pb(II)-galosianin dengan kehadiran kation pengganggu

y - purata (3 penentuan) keamatan serapan kompleks Pb(II)-galosianin tanpa kehadiran kation pengganggu

### KESIMPULAN

Kajian yang telah dilakukan menunjukkan bahawa reagen galosianin merupakan reagen yang sensitif untuk penentuan Pb(II) dalam persekitaran air dengan menggunakan kaedah analisis suntikan aliran. Rangsangan linear diperolehi pada julat kepekatan Pb(II)  $1.0 \times 10^{-3}$  mg/L -  $1.0 \times 10^1$  mg/L dan had pengesanan yang dikira ialah 0.45 mg/L. Kebolehhulangan kaedah sangat memuaskan dengan nilai RSD 1.03%. Kaedah ini walau bagaimanapun mengalami kesan gangguan yang agak tinggi daripada kation-kation seperti Ni (II), K, Cd (II) dan Co (II).

### PENGHARGAAN

Penyelidik merakamkan penghargaan kepada IRPA kerana membiayai penyelidikan ini melalui gran projek IRPA 09-03-03-0028.

### RUJUKAN

- BRUNO T.J. dan P.D.N. SVORONOS. 1989. *CRC Handbook of Basic Tables for Chemical Analysis*. USA: CRC Press.Inc.
- JAENICKE S., R.M. SABARATHINAM, B. FLEET dan H. GUNASINGHAM. 1998. Determination of lead in blood by hydrodynamic voltammetry in a flow injection system with wall-jet detector. *Talanta* **45**: 703-711.
- MINGSHU L. dan G.E. PACEY. 1995. Lead determination at the ppb level using stopped-flow FIA. *Talanta* **42**: 1857-1865.
- NOVIKOV E.A., L. K. SHPIGUN dan YU. A. ZOLOTOV. 1989. Flow injection analysis: Extraction-photometric determination of lead. *Journal of Analytical Chemistry of USSR* **44**: 1067-1071.
- SHPIGUN, L. K. 1990. Flow injection analysis. *Journal of Analytical Chemistry of USSR* **78**: 145.
- YAMANE T. dan Y. YAMAGUCHI. 1997. Complex formation of 2-(5-nitro-2-pyridilazo)-5-(N-propyl-N-sulfo-propylamino)phenol with lead, cadmium and manganese for their sensitive spectrophotometric detection in flow injection and ion chromatography system *Anal. Chim. Acta* **345**: 139-146.