



ANALISIS ELEKTROKIMIA ION KALIUM
DENGAN KAEDEAH ELEKTROD
PEMILIH ION (ISE)

HARRY BIN ALIU

PROGRAM KIMIA INDUSTRI
SEKOLAH SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

PERPUSTAKAAN
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

2005

PERPUSTAKAAN UMS

1400006360



UMS
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

**ANALISIS ELEKTROKIMIA ION KALIUM DENGAN KAEDAH ELEKTROD
PEMILIH ION (ISE)**

HARRY BIN ALIU

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

MAC 2005

PENGAKUAN

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

31 Mac 2005



HARRY BIN ALIU

HS 2002 - 3720



UMS
UNIVERSITI MALAYSIA SARAWAK

UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

BORANG PENGESAHAN STATUS TESIS@

JUDUL: Analisis Elektrokimia Ion Kalium
Dengan kaedah Elektrocl Penitikan ion (ICE)

Ijazah: KIMIA INDUSTRI

SESI PENGAJIAN: 2004/2005

Saya HAPPY BIN ALIU
(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

(TANDATANGAN PENULIS)

(TANDATANGAN PUSTAKAWAN)

Alamat Tetap: Ro Box 37,
Kg. Kentiran, 88450 Menggatal,
Kota Kinabalu, Sabah

En. Juhimin ASIK

Nama Penyelia

Tarikh: 1/4/2005

Tarikh: 1/4/2005

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).



UMS
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

PENGHARGAAN

Saya ingin merakamkan jutaan terima kasih kepada semua yang telah membantu dalam menjayakan penulisan saya. Penghargaan ini ditujukan kepada semua pensyarah saya terutamanya penyelia saya En. Jahimin Asik yang tidak mengenal putus – asa dalam memberi bimbingan semasa saya menyiapkan kajian saya. Selain itu, penghargaan juga ditujukan kepada ahli keluarga saya kerana sentiasa memberi galakkan sepenuhnya kepada saya demi menjayakan penulisan ini. Akhir sekali, penghargaan ditujukan kepada rakan – rakan yang banyak memberi tunjuk – ajar serta bantuan kepada saya. Diharapkan kejayaan projek ini akan menyemarakkan lagi semangat saya untuk pergi lebih jauh dalam bidang ini. Sekian, terima kasih.

ABSTRAK

Elektrod pemilih ion kalium ini telah dibina dengan membran yang mempunyai komposisi 66% Polivinil klorida, 33% Dibutil Phatalate (DBP) sebagai komponen pemoplastik dan sebanyak 1% 1-(Pyridylazo)-2-neptol (PAN) sebagai ionopor. Respon ISE kalium terhadap pengaruh pH, kepekatan ion kalium dan ion-ion gangguan telah dikaji. Keputusan yang diperolehi daripada kajian menunjukkan ISE kalium memberi respon pengukuran yang berkesan pada nilai pH 5. Selain itu, respon elektrod terhadap ion kalium adalah linear pada julat 1.0×10^{-3} mol/L hingga 1.0×10^{-1} mol/L dengan nilai kecerunan adalah $19.3 \pm$ mV/decad. Had pengesanan pula adalah pada sekitar 7.5×10^{-3} mol/L.

ABSTRACT

Ion selective Electrode for potassium is constructed using a membrane which compositions are polyvinyl chloride 66%, Dibutyl phthalate 33% (DBP) as plasticizer and 1-(Pyridylazo)-2-neptol (PAN) 1% as ionophore. The response of K-ISE toward pH, Potassium concentration and some cations on the electrode response has been investigated. The results obtained shows that K-ISE gives an optimum response at pH 5. K-ISE response was linear towards potassium concentration at the range of 1.0×10^{-3} mol/L to 1.0×10^{-1} mol/L with a slope of $19.3 \pm$ mV/decade. The detection limit was 7.5×10^{-3} mol/L.

KANDUNGAN

Muka Surat

PENGAKUAN	ii
PENGESAHAN	iii
PENGHARGAAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
SENARAI KANDUNGAN	vii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Pengenalan Kepada Elektrod Pemilih Ion (ISE)	1
1.2 Pengenalan Kepada Elektrod Pemilih Ion Kalium	4
1.3 Objektif	4
BAB 2 ULASAN KAJIAN	5
2.1 Pengenalan Kepada Ion Kalium	5
2.1.1 Kepentingan Biologi	6
2.1.2 Kepentingan Persekutaran	6
2.2 Kaedah Analisis Elektrod Pemilih Ion	7
2.2.1 Kaedah Potentiometri Terus	7
2.2.2 Kaedah Ikremental	8
2.3 Pengukuran Elektrod Pemilih Ion	8
2.4 Kriteria – Kriteria Penting Dalam Pengukuran ISE	10
2.4.1 Pemilihan	10
2.4.2 Slope Pada Bahagian Linear Lengkuk Kalibrasi ISE	11



KANDUNGAN

Muka Surat

2.4.3 Lingkungan Respon Linear	12
2.4.4 Masa Respon	12
2.4.5 Had Pengesanan	13
2.5 Elektrod Rujukan	13
2.6 Membran	14
2.7 Ulasan Perpustakaan	17
BAB 3 BAHAN DAN KAEDEAH	20
3.1 Bahan Kimia	20
3.2 Alat Radas	20
3.3 Kaedah	21
3.4 Pengoptimunan Elektrod	25
3.5 Penentuan Kalium Dalam Sampel	26
BAB 4 HASIL DAN PERBINCANGAN	27
BAB 5 KESIMPULAN (DAN CADANGAN)	35
RUJUKAN	38
LAMPIRAN	41

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Pengenalan Kepada Elektrod Pemilih Ion (ISE)

Sejarah awal elektrod pemilih ion (ISE) bermula apabila Cremer berjaya mencipta elektrod kaca pengukur pH pada tahun 1906. Selepas itu, George Perley telah menerbitkan sebuah artikel yang bertajuk “ Relationship of glass composition to pH function ” pada tahun 1949. Bermula dari detik itu pelbagai buku yang berkaitan dengan perbagai formula dan penghasilan elektrod telah diterbitkan. Pembinaan ISE secara komersial bermula apabila John Riseman berjaya mencipta sejenis elektrod yang telah digunakan untuk kegunaan klinikal dikenali sebagai “ blood gas analyzer ”. kemudian beliau telah mendirikan pusat kajian Orian bersama – sama dengan Dr. James Ross. Pada penghujung tahun 1960, pusat kajian ini telah mengeluarkan elektrod kalsium untuk analisis ion kalsium dalam sampel darah. Semenjak itu pelbagai ISE telah dicipta untuk analisis perbagai ion.



Elektrod pemilih ion (ISE) merupakan satu elektrod bermembran yang boleh memberikan tindak - balas pemilihan ke atas ions yang hadir dalam sesuatu larutan akues. Elektrod pemilih ion yang biasa digunakan pada masa kini adalah elektrod pH. Antara ion – ion yang boleh dikaji menggunakan elektrod pemilih ion adalah seperti bahan logam florida, kadmium, besi , kalium dan sesium. ISE turut digunakan untuk menentukan ion yang wujud di dalam larutan bergas seperti amonia, karbon dioksida, nitrogen dioksida dan oksigen. Penggunaan elektrod pemilih ion dalam analisis persekitaran memberikan banyak kelebihan berbanding dengan kaedah analisis lain. Antaranya adalah kos pembinaan ISE yang rendah berbanding dengan kos pembinaan peralatan lain contohnya alatan spektrofotometri serapan atom (AAS) atau Chromatografi ion (IC). Secara umumnya pembinaan ISE hanya memerlukan beberapa peralatan asas seperti sebuah meter pH/mv untuk membaca keupayaan voltan, elektrod yang selektif terhadap ion yang dikaji serta beberapa alatan lain yang digunakan untuk penyediaan larutan penimbal (ISAB). (Izutsu. *et al.*, 2002)

ISE juga merupakan kaedah analisis yang ringkas, mudah digunakan serta boleh diaplikasikan kepada perbagai bidang kajian. Misalnya ISE digunakan secara meluas dalam bidang pengawalan pencemaran, pemprosesan makanan, pertanian, makmal bioperubatan dan banyak lagi. Jadual 1.1 menunjukkan aplikasi –aplikasi ISE dalam perbagai bidang.

Jadual 1.1 Aplikasi – aplikasi elektrod pemilih ion dalam kehidupan seharian.

Bidang	Aplikasi
Pengawalan pencemaran	pH untuk hujan asid, tanah dan air laut. Kontaminasi, cadmium, merkuri dan plumbum dalam air buangan.
Pengawalan kualiti makanan	Kandungan nitrat dan nitrit dalam daging dan sayur – sayuran. Kadmium dalam ikan. Florida dan kalsium dalam susu dan produk tenusu.
Pertanian dan perikanan	Analisis ammonium, nitrat dan kalium dalam tanah dan baja. pH dan oksigen terlarut dalam kolam ikan.
Industri farmasi dan kosmetik	pH dan florida dalam ubat gigi. pH dalam syampu rambut.
Penyelenggaraan air buangan	pH, nitrat, amonium dan ion – ion lain yang digunakan dalam rawatan air.
Industri pengeluaran	Peratusan ion dalam air mineral. Kandungan pH sabun mandi.
Dignosis kesihatan.	Kandungan kalium dalam urine. Kandungan Ferum dalam darah.
Kaji - selidik dan pendidikan	Kajian tindak balas redoks fakulti sains dan teknologi.

Sumber : (Izutsu. *et al.*, 2002)

1.2 Pengenalan Kepada Elektrod Pemilih Ion Kalium

Elektrod pemilih ion kalium merupakan elektrod yang memberi respon selektif dan memilih ion kalium sahaja dalam pengukurannya. ISE kalium terdapat dalam perbagai saiz dan bentuk. Namun secara umumnya ISE kalium terdiri daripada tiub berbentuk selinder yang biasanya diperbuat daripada bahan plastik yang berdiameter diantara 5 hingga 15 mm dan panjang diantara 5 hingga 10 cm. Membran yang terdiri daripada matrix polimer PVC akan dicantum pada salah satu hujung tiub elektrod supaya larutan hanya boleh betindak – balas di bahagian luar membran. Salah satu hujung tiub elektrod pula dimasukkan wayar perak dan disambung secara langsung dengan alat pengukur keupayaan pH meter. ISE kalium mengukur ion kalium dengan baik pada pH optimum diantara julat 1 hingga 9 dan pada suhu diantara julat 5 °C hingga 50 °C. Elektrod rujukan yang disarankan adalah elektrod jambatan berkembar (Double junction). (Koryta *et al.*, 1991)

1.3 Objektif

Objektif kajian ini adalah untuk menghasilkan membran elektrod pemilih ion, membina elektrod pemilih ion untuk ion kalium, dan menentukan amaun ion kalium dalam larutan sampel yang tidak diketahui.

BAB 2

ULASAN KAJIAN

2.1 Pengenalan Kepada ion Kalium

Ion kalium merupakan elemen yang penting dalam kebanyakan bidang kehidupan manusia. Ion kalium boleh didapati dengan banyaknya secara semulajadi dalam kerak bumi maupun dalam tubuh badan manusia. Namun, secara umumnya ion kalium lebih mudah ditemui dalam bentuk sebatian kalium klorida (KCl) iaitu larutan garam yang ditemui dalam air laut. Ion kalium boleh dikelaskan kepada dua kepentingan major iaitu kepentingan biologi dan kepentingan persekitaran.
(Sawyer *et al.*, 1995)

2.1.1 Kepentingan Biologi

Ion kalium adalah dalam bentuk kation intraselular yang utama. Ia memainkan peranan penting dalam proses regulasi dan keseimbangan osmosis dalam sel haiwan. Ini kerana ion kalium akan bertindak sebagai agen untuk mengepam dan menggerakkan ion natrium (kation estraselular yang utama) keluar daripada sel dan seterusnya menggantikannya. Proses ini merupakan satu proses aktif yang akan melindungi sel badan daripada rosak. Diketahui kepekatan ion kalium dalam serum darah biasanya pada lingkungan 4.0 hingga 4.6 mmol/L dan ini membuktikan bahawa ion kalium adalah penting kepada badan manusia. (Sawyer *et al.*, 1995)

2.1.2 Kepentingan Persekutaran

Ion kalium wujud dengan banyaknya dalam persekitaran kita. Ia boleh ditemui dengan banyaknya pada mineral-mineral semula jadi. Kepekatan ion kalium dalam laut adalah dianggarkan sekitar julat 0.05 M, tetapi kepekatananya adalah kurang dalam sungai, air tasik dan air hujan. Kajian mendapati kepekatan ion kalium dalam air dunia Cuma sedikit lebih rendah berbanding daripada ion natrium. Ini besar kemungkinan disebabkan garam kalium adalah kurang larut berbanding garam natrium serta keperluan ion kalium untuk vegetasi. (Sawyer *et al.*, 1995)

2.2 Kaedah analisis elektrod pemilih ion

Terdapat dua kaedah analisis yang biasa dipraktikkan dalam pengukuran elektrod pemilih ion iaitu kaedah analisis Potentiometri Terus dan kaedah analisis Inkremental.

2.2.1 Kaedah Potentiometri Terus

Kaedah Potentiometri Terus merupakan kaedah analisis yang biasa dan digunakan dengan meluas dalam pengukuran ISE. Kaedah ini dijalankan hanya dengan mengukur respon elektrod dalam larutan yang tidak diketahui dan mendapatkan kepekatannya secara terus melalui graf kalibrasi sama ada secara manual ataupun dengan menggunakan komputer khas untuk melakukan pengiraan. Kepekatan juga boleh diperolehi terus daripada ion meter yang melakukan kalibrasi secara automatik. Salah satu kelebihan pada kaedah analisis ini adalah ia boleh memberikan pengukuran sampel dengan cepat dalam jumlah yang besar meliputi kepekatan yang pelbagai tanpa perlu menukar lingkungan, kalibrasi semula atau tanpa melakukan sebarang pengiraan yang rumit. Namun jikalau ISAB tidak digunakan, maka isipadu bagi suatu sampel atau larutan piawai tidak dapat ditentukan. Keputusan yang agak boleh diterima juga boleh diperolehi apabila elektrod diukur terus kepada air sungai, tasik atau kolam efluen tanpa memerlukan bikar untuk menyimpan sampel. (Izutsu *et al.*, 2002)

2.2.2 Kaedah Inkremental

Secara umumnya terdapat dua kategori kaedah Inkremental yang biasa dijalankan untuk analisis pengukuran ISE dikenali sebagai larutan piaawai dan larutan tidak piaawai. Kepentingan bagi kedua –dua kaedah ini ialah pengukuran kalibrasi dan sampel dilakukan pada masa yang sama dan juga pada larutan yang sama. Maka perubahan suhu dan kekuatan ionik adalah tidak signifikan dan penggunaan ISAB tidak diperlukan. Namun keburukan pada kaedah ini ialah ukuran isipadu bagi larutan piaawai dan sampel perlu dicampur dengan tepat. Di samping itu, kaedah ini menggunakan slope elektrod yang diketahui dalam pengiraannya. Dalam kebanyakkannya kes, bacaan yang memuaskan boleh diperolehi dengan menggunakan nilai teori dalam pengiraannya, tetapi ketepatan bacaan hanya boleh dicapai jikalau slope elektrod ditentukan terus dengan membuat dua titik kalibrasi dengan larutan piaawai. Walaupun kaedah Inkremental sepatutnya memberikan keputusan yang lebih tepat dan persis berbanding kaedah potentiometri, namun kaedah ini kurang popular kepada pengguna ISE kerana ia memerlukan banyak masa. (Izutsu *et al.*, 2002)

2.3 Pengukuran Elektrod Pemilih Ion

Kesemua elektrod pemilih ion berfungsi berdasarkan prinsip umum sel galvanik. Cas tetap boleh ditentukan dengan mengukur keupayaan elektrik menerusi membran dan ion seterusnya dibandingkan dengan elektrod rujukan. Keupayaan cas

adalah berkadar langsung dengan kepekatan ion yang dipilih. Formula umum untuk sel galvani adalah seperti di bawah :

$$E_{\text{cell}} = E_{\text{ise}} - E_{\text{ruj}}$$

Di mana keupayaan sel adalah bersamaan dengan keupayaan sel ISE ditolak dengan keupayaan sel rujukan. Biasanya elektrod pemilih ion akan mematuhi persamaan Nerst (3), jikalau tidak dipengaruhi oleh interferensi ion lain., di mana E merupakan keupayaan yang diukur diantara elektrod dan elektrod rujukan. z ialah cas pada ion analit, a_i adalah ukuran aktiviti ion dan yang selainnya diwakili oleh persamaan Nernst (1) seperti yang diberikan di bawah. Melalui persamaan, graf E melawan $\log a_i$ boleh diplotkan. (Sawyer *et al.*, 1995)

$$E = E^{\circ} + \left(\frac{2.303}{zF} \right) RT \log a_i \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

Atau

$$E = \text{constant} + \frac{RT}{zF} \ln a_i \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

E = Keupayaan keseluruhan yang dihasilkan diantara elektrod pengukur dan elektrod rujukan.

E° = Keupayaan malar daripada suatu elektrod pemilih ion.

R = Pemalar gas (8.314 joule/degree/mol)

T = Suhu mutlak

n = Cas pada ion

F = Pemalar Faraday (96,500 coulombs per mol)

Log a = Aktiviti logaritma bagi ion yang diukur.



Analisis kuantitatif untuk semua ion biasanya adalah sama iaitu menggunakan kaedah lengkuk (working curve method) kecuali ion pH. Kaedah ini disediakan dengan memplotkan keupayaan bagi beberapa larutan piaawai sebagai fungsi kepada logaritma (ln) sesuatu aktiviti atau kepekatan dalam larutan. Aktiviti atau kepekatan analit akhirnya ditentukan daripada lengkuk. Ion PH pula biasanya diukur dengan voltmeter yang diubah suai dipanggil pH meter. (Aurbach *et al.*, 1997)

2.4 Kriteria – kriteria penting dalam pengukuran ISE

Keberkesanan pengukuran ion pemilih elektrod banyak dipengaruhi oleh parameter – parameter yang perlu diambil perhatian demi untuk mendapat bacaan yang tepat dan persis. Diantara parameter yang utama dalam pengukuran ISE adalah parameter pemilihan, slope pada bahagian linear lengkuk kalibrasi ISE, lingkungan respon linear, masa respon dan had pengukuran (detection limit).

2.4.1 Pemilihan

Pemilihan adalah kriteria yang paling penting bagi sebuah elektrod, ini kerana ia boleh menentukan sama ada pengukuran sampel adalah mungkin atau sebaliknya.. Koefisian pemilihan (selectivity coefficient) telah diperkenalkan dalam persamaan Nikolski-Eisenmen. Biasanya persamaan ini dinyatakan dalam bentuk logaritma (K_{xy}). Nilai negatif menunjukkan penumpuan kepada ion spesifik secara relatifnya

terhadap ion-ion gangguan dan sebaliknya jika nilai adalah positif. Kajian koefisian pemilihan bergantung aktiviti dan kaedah suatu pengukuran dijalankan. Namun IUPAC telah mencadangkan dua kaedah untuk pengukuran pemilihan iaitu kaedah larutan beransingan (Separate Solution Method, SSM) dan kaedah gangguan tetap (Fixed Interference Method FIM). Terdapat juga kaedah lain yang disarankan iaitu kaedah kesamaan keupayaan (Macthed Potential Method MPM). Setiap satu kaedah mempunyai kesan dan kelebihan masing – masing. Maka, tidak terdapat syarat tetap yang menunjukkan kaedah mana yang betul dan memberi bacaan betul. (Alexander *et al.*, 1997)

2.4.2 Slope pada bahagian linear lengkuk kalibrasi ISE

Nilai teori slope pada bahagian linear lengkuk kalibrasi ISE mengikut persamaan Nernst adalah $59.16 [\text{mV}/\log (ax)]$ pada suhu 298 K untuk ion kalium monovalen atau $59.16/2 = 29.58 [\text{mV per decade}]$ bagi ion kalium divalent. Suatu slope yang berkesan boleh dikategorikan pada lingkukan $50 - 60 [\text{mV per decade}]$. Walau bagamanapun, dalam aplikasi tertentu nilai untuk slope elektrod adalah berubah - ubah dan tidak mengikut persamaan. Secara umumnya nya slope linear adalah lebih rendah berbanding persamaan teori kerana pengaruh pemilihan dalam ISE serta banyak lagi faktor yang tidak memenuhi keadaan idealnya. Slope bagi suatu elektrod boleh ditentukan dengan mengukur respon mV dalam dua larutan standad dengan kepekatan diberi sebagai a_1 dan a_2 . (Alexander *et al.*, 1997) Kemudian graf kalibrasi mV (E) melawan log kepekatan dilakarkan. Slope bagi garis kalibrasi diukur sebagai

$$M = (E_1 - E_2) / [\log(a_1) - \log(a_2)]$$

Namun didapati nilai keupayaan E_3 mV boleh diperolehi menerusi pengukuran pada larutan yang tidak ketahui, maka kepekatananya boleh dicari melalui persamaan $\log(a) = (E_3 - c) / M$.

Ini merupakan pengiraan yang digunakan dalam kaedah potentiometri terus dalam pengukuran sampel.

2.4.3 Lingkungan respon linear

Respon linear adalah satu linkungan kepekatan atau aktiviti ion. Perbezaan pengukuran keupayaan tidak tersisih daripada slope linear elektrod sebanyak ± 2 mV. Biasanya lengkuk kalibrasi elektrod menunjukkan respon linear pada lingkungan 10^{-1} M hingga 10^{-7} M. (Alexander *et al.*, 1997)

2.4.4 Masa respon

Mengikut IUPAC, Masa respon ditakrifkan sebagai lingkungan masa yang diperlukan untuk mendapatkan bacaan keupayaan elektrod yang stabil apabila elektrod dikeluarkan daripada larutan sampel dan dicelup ke dalam larutan sampel



yang berlainan kepekatan. Masa respon banyak dipengaruhi oleh faktor – faktor seperti jenis elektrod yang digunakan, magnitud dan perubahan arah kepekatan, suhu, dan kehadiran ion –ion gangguan. Namun bagi takrifan tepat untuk ISE, masa respon dinyatakan sebagai sebagai masa yang diperlukan untuk menghabiskan 90% daripada nilai baru dan biasanya pada jangka masa 10 saat. Semasa ujikaji biasanya perlu menunggu beberapa minit untuk menghabiskan baki 10 % demi untuk mendapatkan bacaan yang persis. (Alexander *et al.*, 1997)

2.4.5 Had pengesanan

Had pengesanan ditakrifkan sebagai kepekatan atau aktiviti ion yang diukur pada suatu titik antara sesi pada segmen linear lengkuk kalibrasi dan mewakili slope normal elektrod. Manakala garis horizontal mewakili voltan apabila kepekatan adalah sangat rendah dimana sebarang perubahan kecil pada kepekatan tidak akan menghasilkan perubahan pengesanan untuk respon elektrod. Pada peringkat ini ia dikenali sebagai lingkungan tidak linear (non – linear range) elektrod. Namun sampel masih boleh diambil pengukurnya pada lingkungan ini. (Alexander *et al.*, 1997)

2.5 Elektrod rujukan

Elektrod rujukan digunakan untuk melengkapkan litar dalam pengukuran ISE. Elektrod ini akan membekalkan litar berbalik terhadap larutan sampel. Walau

bagaimanapun disebabkan sentuhan elektrod adalah berdasarkan konsep elektrokimia. Misalnya seutas dawai logam diletakkan dalam larutan kimia elektrod itu. Oleh itu keupayaan elektrik secara siri akan dihasilkan bersama-sama dengan keupayaan yang dihasilkan oleh ISE. Kupayaan elektrod rujukan ini seharusnya sentiasa stabil dan tidak dipengaruhi oleh sebarang perubahan kimia dalam larutan. Diantara elektrod rujukan yang biasa digunakan bersama dengan pengukuran ISE ialah Elektrod Argentum klorida, elektrod rujukan kalomel (calomel reference electrode) dan elektrod rujukan sulfat (Sulphate reference electrode). (Chen Z.L. *et al.*, 1996)

2.6 Membran

Membran adalah suatu lapisan berterusan yang meliputi satu struktur atau memisahkan dua larutan elektrolit dalam konsep ISE. Tidak dapat dinafikan kepentingan membran kepada ISE kerana ia bertindak untuk memberi respon keupayaan dalam pengukuran ISE.

Konsep membran dalam kimia fizikal tidak hanya tertumpu kepada membran biologi semata – mata, ia mempunyai aspek teori dan beberapa aplikasi praktikal yang tersendiri. Kajian tentang membran biologi dan artifisial dipanggil sebagai membranology. Komposisi membran merupakan faktor terpenting dalam menentukan sifat selektiviti sesuatu elektrod. Penggunaan membran dalam pembinaan ISE kalium akan melibatkan komponen PVC, pemplastik dan ionopor. Ketiga – tiga komponen ini akan dibincangkan secara terperinci. (Koryta *et al.*, 1991)

2.6.1 Polivinil klorida (PVC)

Secara umumnya, PVC adalah suatu bahan yang ringan, kalis air dan tahan lama. Maka PVC menjadi komponen membuat plastik yang agak terkemuka pada masa sekarang. PVC banyak digunakan dalam industri pembinaan contohnya dalam penghasilkan bahan – bahan seperti paip PVC, Kabel – kabel dan bingkai jendela. PVC juga penting untuk sektor perubatan dengan penghasilan alatan seperti sarung tangan, tiub dan bag darah. PVC wujud dalam perbagai rupa bentuk. Keperbaagaiannya rupa bentuk ini berlaku apabila komposisi kimia PVC diubah suai demi memenuhi keperluan aplikasinya. Antara bahan yang digunakan dalam pengubahsuaian PVC adalah komponen pemplastik (plasticizer) dan komponen penstabil (stabilizer). Bagamanapun, dalam kajian ini PVC jenis serbuk yang diimport dari fluka, Switzerland akan digunakan. (Valley *et al.*, 2002)

2.6.2 Ionopor

Ionopor merupakan suatu molekul organik kompleks yang mempunyai kecenderungan kepada ion-ion spesifik di dalam suatu larutan. Ionopor akan wujud dalam bentuk lapisan plastik dalam ISE di mana ia menjadi perantara kepada elektrod dan sampel yang dikaji. Ion spesifik yang diukur akan melalui molekul-molekul ionopor secara proses difusi (diffusion). Seterusnya ion-ion akan berhijrah secara selektif melalui membran dan menyebabkan berlakunya pembentukan cas elektrik dalam membran yang seterusnya menghasilkan keupayaan. (Sawyer *et al.*, 1991)

RUJUKAN

- Alexander, PW, Dimitrakopoulos, T. Hibbert, DB., 1997. *A Photo-Cured Coated Wire Potassium Ion-Selective Electrode for Use in Flow Injection Potentiometry, Electroanalysis.* Academic press. Edisi ke – 9. 813-817.
- Aurbach, D., 1999. *Nonaqueous electrochemistry.* Ed. Ke – 4. Marcel Dekker. New York. 241ms.
- J. M. Fernández-Romero^a, M. D. Luque De Castro dan R. Quiles-Zafra, 1994. *Spectrofluorimetric Flow-injection, Determination of Potassium in Serum Based on Enzyme Activation.* Langmuir. Edisi ke – 3. 45 -51.
- Chen, ZL., Alexander, PW, 1996. *Flow injection determination of carboxylic acids with a potentiometric tungsten oxide sensor,* Analytica Chimica Acta. Ed ke – 12. 187-192.
- Chen, ZL., Alexander, PW, 1997. *Flow-Injection Potentiometric Detection of Metal Ions Based on Tungsten Oxide Electrode,* Electroanalysis. Edisi ke - 9. 141-147.
- Chen, ZL*, De Marco, Alexander, PW, 1997. *Flow-injection Potentiometric Detection of Phosphates Using a Metallic Wire Ion-selective Electrode,* Analytical Communications. Volume 21. 93-95.

Kosuke izutsu, 2002. *Electrochemistry In Nonaqueous Solutions*. Wiley – VCH. Germany. 346 ms.

Koryta, J., 1991. *Ions, Electrodes And membranes*. Ed. Ke-2. John Wiley & sons. England. 193 ms.

L. F. Capitán-Vallvey, M. D. Fernández Ramos dan Muneer Al-Natsheh, 2002. *A disposable single-use optical sensor for potassium determination based on neutral ionophore*. Langmuir. Edisi ke- 9. 158ms.

L. Ilcheva, R. Yanakiev, V. Vasileva dan N. Ibekwe, 1989. *Multicomponent flow injection analysis, Determination of potassium and calcium in wine*. Langmuir. Edisi ke - 7. 55 – 62.

Lars Bøtter-Jensen dan Vagn Mejdahl, 1984. *Determination of potassium in feldspars by beta counting using a GM multicontroller system*. Edisi ke - 22. 155 ms.

Ohta K., Mizutani K., Itoh S. dan Mizuno T., 2000. *Electrothermal Atomic Absorption Spectrometric, Determination of Potassium in Biological Materials with a Molybdenum Tube Atomizer*. Langmuir. Edisi ke - 15. 36 ms.

Sawyer D.T., Sobkowiak A. dan Roberts Jr., 1995. *Electrochemistry For Chemist*. Ed. Ke-2. John Wiley & sons. Canada. 505 ms.

Yang, Xi, Hibbert, DB, Alexander, PW, 1997. *Continuous flow analysis of lead (II) and mercury (II) with substituted diazacrown ionophore membrane electrodes*, Talanta, 155-165.