

**PENENTUAN ION KADMIUM MELALUI KAEDAH ISE  
MENGUNAKAN KURKUMIN SEBAGAI IONOPOR**

**MOHD FADLY BIN SAWADA**

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

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

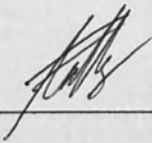
**APRIL 2007**



**UMS**  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

## PENGAKUAN

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



---

MOHD FADLY BIN SAWADA

HS2004-3652

APRIL, 2007

PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH



**UMS**  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

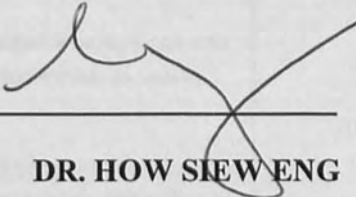
**DISAHKAN**


**NAMA : MOHD FADLY BIN SAWADA**

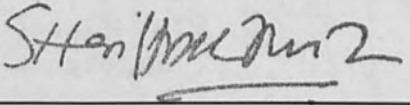
**TAJUK : PENENTUAN ION KADMIUM MELALUI KAEDAH ISE  
MENGUNAKAN KURKUMIN SEBAGAI IONOPOR**

  
\_\_\_\_\_  
**EN. JAHIMIN ASIK**

**PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH**

  
\_\_\_\_\_  
**DR. HOW SIEW ENG**

  
\_\_\_\_\_  
**DR. NOUMIE SURUGAU**

  
\_\_\_\_\_

**PROF. MADYA DR. SYARIFF A.K OMANG**



## BORANG PENGESAHAN STATUS TESIS@

JUDUL: PENENTUAN ION KADMIUM MENGGUNAKAN KAEDAH ISE  
DENGAN KURKUMIN SEBAGAI IONOPOR

Ijazah: SARJANA MUDA SAINS DENGAN KEPUJIAN (KIMIA INDUSTRI)

SESI PENGAJIAN: 04/05

Saya MOHD. FADLY PIN SAWADA  
 (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 PERPUSTAKAAN UNIVERSITI MALAYSIA RASMI 1972)

TERHAD

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

TIDAK TERHAD

Disahkan oleh

Fadly  
 (TANDATANGAN PENULIS)

EN. JAHIMIN ASIK  
 (TANDATANGAN PUSTAKAWAN)

Alamat Tetap: 0/4 ABD. SAMAD,  
PETI SURAT 1339,  
90179 SANDAKAN, SABAH.

EN. JAHIMIN ASIK  
 Nama Penyelia

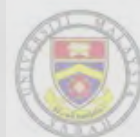
Tarikh: 23/04/07

Tarikh: 23/04/07

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).



## PENGHARGAAN

Terlebih dahulu saya ingin meluahkan rasa bersyukur kerana akhirnya saya dapat menyiapkan projek tahun akhir ini. Rasa kepuasan jelas dirasai setelah melalui pelbagai halangan dan cabaran di dalam proses untuk menyiapkan projek ini. Di dalam kesempatan yang ada ini, saya ingin mengucapkan jutaan terima kasih kepada semua pihak yang terlibat secara langsung dan tidak langsung untuk menyiapkan projek ini. Setinggi-tinggi terima saya ucapkan kepada penyelia saya, En. Jahimin Asik di atas kesabaran dan dedikasi yang ditunjukkan semasa memberikan pertolongan dan juga tunjuk ajar kepada saya selama ini. Tidak lupa juga kepada pembantu makmal, En. Sani bin Gorudin dan En. Samudi bin Surang yang turut memberikan tunjuk ajar dan menyediakan keperluan-keperluan makmal untuk tujuan kajian ini. Semoga segala nasihat dan tunjuk ajar yang diberikan akan menjadi panduan kepada saya di masa yang akan datang. Di samping itu, terima kasih sekali lagi kepada ahli keluarga saya yang banyak membantu saya khususnya dari segi kewangan sepanjang pengajian saya serta rakan-rakan yang banyak membantu dari segala aspek. Bantuan dan kerjasama anda semua akan senantiasanya saya ingati dan amat saya hargai.

## ABSTRAK

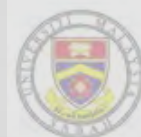
Elektrod Cd(II)ISE yang dibina dalam kajian ini bertujuan untuk mengesan ion kadmium di dalam sampel air Tasik SST dan sampel air Sungai Likas. Komposisi membran elektrod Cd(II)-ISE yang telah dibina terdiri daripada 50 % pemplastik (DEP, diethyl phthalate), 30 % polivinilklorida (PVC), 10 % kurkumin sebagai ionofor dan 10 % garam lipofilik (NaTPB). Elektrod Ag/AgCl digunakan sebagai elektrod rujukan. Nilai pH berkesan bagi elektrod yang dibina adalah pada julat pH 3 hingga pH 7 dan pH optimum yang dipilih bagi elektrod Cd(II)ISE adalah pH 5. Elektrod Cd(II)ISE yang dibina menunjukkan respon yang linear pada kepekatan  $1.0 \times 10^{-1}$  M hingga  $1.0 \times 10^{-4}$  M dengan kecerunan  $-26.5 \text{ mVdekad}^{-1}$ . Anggaran had pengesanan elektrod adalah  $1.0 \times 10^{-5}$  M. Masa respon untuk elektrod adalah 30 hingga 40 saat. Kesan kation pengganggu seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  dan  $\text{Mn}^{2+}$  terhadap keselektifan membran telah dikaji dan nilai pemalar selektiviti untuk semua ion pengganggu adalah kurang daripada 1 kecuali  $\text{Cu}^{2+}$  dan  $\text{Mn}^{2+}$  yang sangat mengganggu terhadap keselektifan membran. Perbandingan keputusan analisa elektrod Cd(II)ISE dan alat AAS mendapati bahawa elektrod yang dibina adalah lebih sensitif berbanding alat AAS.



**DETERMINATION OF CADMIUM USING ISE METHOD WITH CURCUMIN  
AS IONOPHORE**

**ABSTRACT**

*Cd(II)ISE electrode that been built in this research has used to detect cadmium ion in Lake SST and Sungai Likas water sample. The Cd(II)ISE membrane consist of 50% plasticizer (DEP, diethyl phatalate), 30% polivynilchloride (PVC), 10% curcumin as ionophore and 10% lipofilic salt(NaTPb). The Ag/AgCl electrode built as the references electrode. The optimum value for the electrode were ranged between pH 3 and pH 7, thus the the specific pH optimum used were pH 5. Cd(II)ISE electrode showed linear response at concentration between  $1.0 \times 10^{-1}$  M to  $1.0 \times 10^{-4}$  M with the graph slope at  $-26.5 \text{ mVdekad}^{-1}$ . The estimated value for the detection limit of the electrode is  $1.0 \times 10^{-5}$  M. Response time for Cd(II)ISE electrode were between 30 to 40 seconds. The effect of selectivity for the membrane were conducted using  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  and  $\text{Mn}^{2+}$  ions and only  $\text{Cu}^{2+}$  and  $\text{Mn}^{2+}$  were identified as ions that interfering with the electrode selectivity. The result of analysis between Cd(II)ISE electrode and AAS indicated that the electrode that been built was more sensitive than AAS.*



## KANDUNGAN

	Muka Surat
PENGAKUAN	ii
PENGESAHAN	iii
PENGHARGAAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
SENARAI KANDUNGAN	vii
SENARAI JADUAL	ix
SENARAI RAJAH	x
<b>BAB 1 PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1 Elektrod Pemilih Ion	1
1.2 Objektif Kajian	3
1.3 Skop Kajian	4
<b>BAB 2 KAJIAN LITERATUR</b>	<b>5</b>
2.1 Kadmium	5
2.2 Kurkumin	7
2.3 Elektrod Pemilih Ion	8
2.3.1 Pengenalan Kepada ISE	8
2.3.2 Binaan ISE	11
2.4 Elektrod Rujukan	15
2.5 Keupayaan membran	19





2.5.1 Selektiviti	22
2.6 Ulasan Kajian Terdahulu	26
<b>BAB 3 METODOLOGI</b>	<b>28</b>
3.1 Bahan Kimia	28
3.2 Alat Radas	28
3.3 Kaedah Penyediaan Larutan	29
3.3.1 Penyediaan Larutan Stok Cd <sup>2+</sup>	29
3.3.2 Penyediaan Larutan Piawai Cd <sup>2+</sup>	30
3.3.3 Penyediaan Larutan Ion Pengganggu	31
3.4 Pembinaan Elektrod Pemilih Ion Kadmium (Cd(II)-ISE)	32
3.4.1 Penyediaan Membran	32
3.4.2 Penyediaan Wayar Ag/AgCl Secara Elektrolisis	33
3.4.3 Lekatan Membran	34
3.4.4 Pembinaan Elektrod Cd(II)-ISE	35
3.4.5 Pembinaan Elektrod Rujukan (Ag/AgCl)	36
3.5 Pengoptimuman Cd(II)-ISE	38
3.5.1 Respon Terhadap Perubahan pH	38
3.5.2 Respon Terhadap Perubahan Kepekatan	38
3.5.3 Masa Respon	40
3.5.4 Jangka Hayat Elektrod Cd(II)-ISE	40
3.5.5 Kesan Ion Pengganggu	40



3.6 Penentuan Ion Kadmium(II) Dalam Larutan Sampel	41
3.6.1 Kalibrasi Dengan Menggunakan Cd(II)-ISE	41
3.6.2 Kalibrasi Dengan Menggunakan AAS	42
<b>BAB 4 HASIL DAN PERBINCANGAN</b>	<b>43</b>
4.1 Persamaan untuk Elektrod Cd(II)ISE yang dibina	43
4.2 Pencirian Elektrod	44
4.2.1 Nilai pH Berkesan	44
4.2.2 Respon Elektrod Terhadap Perubahan Kepekatan	47
4.2.3 Had Pengesanan	51
4.2.4 Masa Respon	52
4.2.5 Gangguan Dan Pemalar Selektiviti	53
4.2.6 Jangka Hayat Elektrod	55
4.3 Analisis Sampel Air	58
4.3.1 Perbandingan Dengan AAS	59
<b>BAB 5 KESIMPULAN</b>	<b>60</b>
5.1 Kesimpulan	60
5.2 Cadangan	61
<b>RUJUKAN</b>	<b>62</b>
<b>LAMPIRAN</b>	<b>65</b>

## SENARAI JADUAL

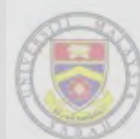
No. Jadual	Muka Surat
3.1 Penyediaan larutan piawai $\text{Cd}^{2+}$	31
3.2 Berat setiap garam dalam penyediaan 50 mL larutan piawai	
Ion pengganggu	32
4.1 Respon elektrod terhadap perubahan pH	46
4.2 Pengukuran respon keupayaan elektrod terhadap perubahan kepekatan	48
4.3 Pemalar Selektiviti $\text{Cd(II)ISE}$	53
4.4 Pemalar Selektiviti $\text{Cd(II)ISE}$	54
4.5 Perubahan respon $\text{Cd(II)ISE}$ dari minggu 1 hingga 5	55
4.6 Penentuan ion $\text{Cd}^{2+}$ dalam sampel air dari lokasi yang berlainan	57
4.7 Perbandingan penentuan kepekatan $\text{Cd}^{2+}$ dalam sampel air menggunakan AAS	58





## SENARAI RAJAH

No. Rajah	Muka Surat
2.1 Binaan asas elektrod pemilih ion	11
2.2 Elektrod Rujukan Kalomel	16
2.3 Elektrod Rujukan Ag/AgCl	18
2.4 Graf Kalibrasi bagi Kaedah Larutan Terpisah	23
2.5 Lengkung Kalibrasi bagi Kaedah Interferens Tetap	25
3.1 Penyediaan membran elektrod	33
3.2 Susunan sel semasa penyaduran wayar Ag secara elektrolisis	34
3.3 Lekatan membran pada hujung tiub kaca	34
3.4 Elektrod Cd(II)ISE yang telah siap	35
3.5 Elektrod Ag/AgCl yang telah siap	36
3.6 Susunan sel dalam pengukuran potensiometri	37
3.7 Persamaan sel elektrokimia untuk penentuan ion Cd <sup>2+</sup>	37
3.8 Plot respon keupayaan terhadap kepekatan	39
4.1 Graf respon elektrod terhadap perubahan pH	45
4.2 Graf respon Cd(II)ISE terhadap ion Cd <sup>2+</sup>	49
4.3 Had pengesanan Cd(II)ISE	51
4.4 Kesan ion pengganggu terhadap respon Cd(II)ISE	54
4.5 Penentuan tempoh jangka hayat elektrod	56



## BAB 1

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Elektrod Pemilih Ion

Pada asasnya, semua teknik analisis memerlukan perbandingan di antara satu sampel yang tidak diketahui dengan sampel atau larutan rujukan. Penderia kimia pula adalah alat yang memberikan respon terhadap spesis kimia sasaran dan secara langsung memberi maklumat tentang spesis kimia tersebut (Stradiotto *et al.*, 2003). Elektrod Pemilih Ion (ISE) adalah antara alat penderia kimia yang paling mudah dan banyak digunakan .

Teknik analisis elektrokimia terbahagi kepada 4 jenis iaitu Potensiometri, Voltametri, Amperometri dan Konduktometri. Teknik analisis Potensiometri adalah kaedah yang melibatkan pengukuran keupayaan terhadap kepekatan atau aktiviti ion dalam larutan sampel (Nelson *et al.*, 2003). Elektrod pemilih ion tergolong di dalam teknik analisis jenis amperometri. Ini kerana elektrod pemilih ion adalah pengesan elektrokimia yang mengukur keupayaan membran akibat tindakbalas aktiviti ion dengan kehadiran ion-ion lain dalam satu larutan (Hassan 2005). Membran elektrod adalah bersifat selektif dan hanya akan memilih jenis ion tertentu sahaja. Terdapat lima jenis elektrod yang digunakan di dalam teknik potensiometri iaitu elektrod fasa

pepejal, elektrod kaca, elektrod membran cecair, elektrod penderia gas dan elektrod membran biosensor (Skoog *et al.*, 1992)

Antara kaedah lain yang boleh digunakan untuk menguji kehadiran ion kadmium ialah dengan menggunakan kaedah spektroskopi UV-VIS, spektroskopi serapan atom AAS, spektrometri jisim (ICP-MS). Tetapi kesemua kaedah ini memerlukan rawatan awal sampel dan tidak sesuai untuk mengukur sampel dalam kuantiti yang banyak. Teknik potensiometri jenis elektrod pemilih ion mempunyai kelebihan berbanding teknik analisis lain kerana ia bersifat selektif terhadap ion-ion sasaran dalam larutan, tidak memerlukan masa yang banyak, tidak mempengaruhi sifat larutan, mudah dibawa dan lebih ekonomi berbanding teknik-teknik lain (Myland J.C *et al.*, 1993).

Teknik elektrod pemilih ion digunakan dengan meluas di dalam bidang perubatan, kejuruteraan, sistem air, industri makanan dan industri petroleum. Ini kerana elektrod pemilih ion mempunyai faktor had pengesanan yang rendah dan julat kerja yang luas. Penghasilan komponen-komponen elektrokimia yang lebih baik seperti ultramikroelektrod dan penderia berongga saiz molekul menunjukkan bahawa penggunaan semakin mendapat tempat di kalangan pengkaji (Kryota, 1990).



## 1.2 Objektif Kajian

Tujuan kajian ini adalah untuk:

1. Membina elektrod pemilih ion untuk penentuan ion kadmium.
2. Melakukan pengoptimuman ISE dengan menganalisa parameter seperti pH berkesan, had pengesanan, masa respon, jangka hayat ion kadmium dan kesan interferens.
3. Menentukan amaun ion kadmium dalam sampel Tasik Sekolah Sains Teknologi Universiti Malaysia Sabah dan membandingkan keputusan dengan spektroskopi serapan atom, AAS.

### 1.3 Skop Kajian

Cd(II)-ISE yang dibina digunakan untuk mengesan respon keupayaan terhadap kepekatan ion  $\text{Cd}^{2+}$  di dalam larutan sampel. Komposisi membran elektrod Cd(II)-ISE terdiri daripada 50 % pemplastik (DEP, diethyl phthalate), 30 % polivinilklorida (PVC), 10 % kurkumin sebagai ionofor dan 10 % garam lipofilik (NaTPB). Pembinaan membran dilakukan dengan melarutkan kesemua bahan kimia tadi di dalam larutan THF dan diletak di dalam tiub kaca. Membran yang telah siap dilekatkan pada hujung tiub kaca. Elektrod rujukan dengan wayar Ag/AgCl digunakan. Keberkesanan Cd(II)-ISE diuji dengan melakukan pengoptimuman elektrod. Parameter seperti pH berkesan, had pengesanan, kesan interferens dan juga jangka hayat Cd(II)-ISE ditentukan untuk mengoptimumkan penggunaan elektrod Cd(II)-ISE. Sampel air dari Tasik Sekolah Sains dan Teknologi UMS digunakan di dalam kajian ini. Keputusan yang terhasil daripada ujian keberkesanan Cd(II)ISE dalam sampel air kolam kemudiannya dibandingkan dengan keputusan melalui kaedah AAS menggunakan sampel yang sama.

## BAB 2

### ULASAN LITERATUR

#### 2.1 Kadmium

Kadmium merupakan sejenis logam berat yang terletak dalam kumpulan logam peralihan pada Jadual Berkala. Kadmium mempunyai nombor atom 48 dengan simbol Cd dan jisim atom 112.4 (Silberberg, 2003). Kadmium adalah logam yang lembut, berwarna putih kebiruan dan toksik kepada manusia. Kadmium biasanya wujud dalam bentuk ion  $2+$  dan jarang sekali wujud dalam bentuk ion  $1+$ .

Lazimnya, kadmium akan wujud bersama zink dan sulfur dalam bentuk bijih logam (Eichenberger dan Chen.,1982). Oleh itu, kadmium merupakan bahan sampingan yang terhasil semasa penghasilan logam zink. Walaupun kadmium hadir bersama zink dan sulfur, kuantiti kadmium adalah sedikit sahaja. CdS atau *Greenockite* merupakan satu-satunya logam kadmium yang berguna, biasanya hadir bersama ZnS (*Sphalerite*).



Walaupun secara fizikal, kadmium dan zink mempunyai sifat yang sama, kadmium lebih banyak bertindakbalas untuk membentuk sebatian-sebatian kompleks. Logam kadmium selalu digunakan dalam penghasilan bateri, penyaduran dan juga bahan penstabil plastik.

Logam kadmium adalah sangat toksik kepada manusia. Kehadiran kadmium walaupun dalam jumlah yang sedikit adalah sangat merbahaya. Kuantiti kadmium yang terkumpul adalah seiring dengan usia. Biasanya logam kadmium terkumpul pada hati dan ginjal. Kesan pengumpulan ini akan menyebabkan hati dan ginjal rosak. Pengumpulan ion kadmium dalam tisu darah boleh menyebabkan kerosakan tisu-tisu lemak pada kerana ion kadmium mengubah struktur protein tisu lemak otak. Kesan daripada kerosakan tisu lemak pada otak boleh menyebabkan kerosakan sistem saraf dan lumpuh (Silberberg, 2003).

Antara sumber-sumber pencemaran kadmium adalah daripada penghasilan logam zink iaitu sebagai hasil sampingan, tembakau, paip air dan pembakaran arang batu. Ion kadmium wujud dalam asap tembakau dan pendedahan yang berlebihan kepada asap rokok boleh menyebabkan pengumpulan ion kadmium di dalam badan. Kadmium juga lazim digunakan sebagai campuran bahan penyadur paip. Namun dalam jangka masa yang panjang, paip yang mengandungi ion kadmium boleh rosak dan risiko untuk logam kadmium diserap adalah sangat tinggi. Oleh itu, kehadiran logam kadmium di dalam persekitaran hendaklah dikesan kerana kesan sampingannya yang amat merbahaya.

## 2.2 Kurkumin

Kurkumin digunakan sebagai ionofor atau pengangkut ion di dalam membran elektrod Cd(II)ISE. Kurkumin atau nama spesifiknya 1,7-bis-(hydroxy-3-metoxyphenyl)-1,6-heptadiene-3,5-dion merupakan ekstrak tumbuhan rizom yang banyak ditanam di kawasan tropika Asia. Kurkumin yang akan digunakan sebagai ionofor adalah dalam bentuk serbuk kristal kekuningan dengan formula molekul  $C_{21}H_{20}O_6$  dan jisim molekul  $368.38 \text{ gmol}^{-1}$ .

Ciri-ciri seperti antitumor, antioksidan dan antivirus menjadikan kurkumin sebagai salah satu bahan kimia yang banyak digunakan dalam industri farmaseutikal (Tonnesen *et al.*, 2001). Selain itu, kurkumin juga digunakan secara meluas dalam bidang masakan. Ia bertindak sebagai bahan antioksidatif dengan berpaut pada radikal bebas seperti radikal hidroksi, feroksi dan nitrogen dioksida (Sumanont *et al.*, 2005).

Kurkumin boleh melarut di dalam larutan yang mempunyai pH beralkali tetapi tidak larut dalam larutan yang mempunyai pH berasid (Tonnesen *et al.*, 2001). Oleh itu, kurkumin hanya akan mencapai kestabilan optimum apabila berada di bawah pH 7. Selepas pH 7, kurkumin akan menjadi tidak stabil dan akan mengalami penguraian. Kurkumin wujud dalam dalam dua bentuk tautomerik iaitu keton (pepejal) dan enol (cecair) (Sumanont *et al.*, 2005).

Penyesuaian kurkumin sebagai ionofor adalah kerana kebolehan kurkumin untuk membentuk ikatan kompleks dengan ion kadmium. Kajian terhadap pembentukan kompleks kurkumin-kadmium mendapati satu logam kadmium boleh berkoordinat dengan kumpulan berfungsi keto-enol yang terdapat pada kurkumin.

## **2.3 Elektrod Pemilih Ion (ISE)**

### **2.3.1 Pengenalan kepada ISE**

Elektrod pemilih ion merupakan pengesanan elektrokimia yang menggunakan teknik potensiometri untuk menentukan aktiviti ion sasaran dengan kehadiran ion-ion lain dalam larutan (Hassan, 2005). Elektrod pemilih ion berfungsi dengan mengukur aktiviti atau kepekatan ion bebas yang berkesan secara termodinamik (Willard *et al.*, 1994). Kaedah ini membolehkan pengesanan ion-ion yang spesifik dan juga kehadiran gas-gas tertentu di dalam sampel larutan.

Elektrod pemilih ion boleh dibahagikan kepada lima jenis iaitu elektrod fasa pepejal, elektrod membran cecair, elektrod membran kaca, elektrod penderia gas dan juga elektrod membran biosensor (Skoog *et al.*, 1992). Elektrod membran biosensor juga dikenali sebagai elektrod enzim. Namun elektrod jenis ini tidak dikelaskan kepada ISE yang sebenar kerana binaannya yang terdiri daripada gabungan tiga jenis membran iaitu membran kaca, membran fasa pepejal dan membran cecair.



### **a. Elektrod Fasa Pepejal**

Elektrod jenis fasa pepejal terbahagi kepada elektrod membran kristal tunggal dan elektrod membran polikristal. Membran polikristal diperbuat daripada  $\text{Ag}_2\text{S}$  ataupun campuran  $\text{Ag}_2\text{S}$  dengan salah satu daripada ion argentum(I) (Willard *et al.*, 1994).

Membran jenis fasa pepejal mampu mengesan kehadiran kation dan anion. Untuk mengesan anion, membran yang dibina mestilah terdiri daripada campuran garam argentum tidak larut dengan  $\text{Ag}_2\text{S}$ . Bagi kation, campuran garam adalah seperti kadmium sulfida, kuprum sulfida dan plumbum sulfida masing-masing untuk mengesan kehadiran ion kadmium, kuprum dan plumbum (Skoog *et al.*, 2004).

### **b. Elektrod Membran Cecair**

Elektrod jenis ini mempunyai matriks polivinilkloroda (PVC) yang menggabungkan beberapa jenis pembawa neutral dan molekul penukar ion. Ia berfungsi untuk memisahkan larutan pengisi dalaman dengan sampel (Willard *et al.*, 1994). Jangka hayat bagi elektrod jenis ini adalah berkaitan dengan jumlah masa ia digunakan atau jumlah masa ia direndam di dalam analit. Oleh itu, elektrod jenis ini hendaklah sentiasa difabrikasikan apabila tidak digunakan (Harvey, 2000).



### c. Elektrod Membran Kaca

Elektrod membran kaca digunakan untuk pengukuran pH (Bailey, 1976). Elektrod jenis ini mempunyai selektivitas terhadap ion  $\text{H}_3\text{O}^+$  dan juga kation (Sawyer *et al.*, 1995). Ia melibatkan mekanisme pertukaran ion iaitu keupayaan pemisah dihasilkan dan ditentukan berdasarkan aktiviti relatif kation pada permukaan gel dan larutan luar. Oleh itu, keupayaan membrannya adalah bergantung kepada kation (Christian, 2004). Elektrod membran kaca boleh dibahagikan kepada tiga jenis iaitu:

- i. Elektrod pH
- ii. Elektrod kation (selektivitas terhadap kation monovalen)
- iii. Elektrod natrium

Membran elektrod kaca mempunyai tapak pengikatan tetap dan digunakan secara meluas dalam bidang analisis. Ia juga antara elektrod pemilih ion yang terbaik.

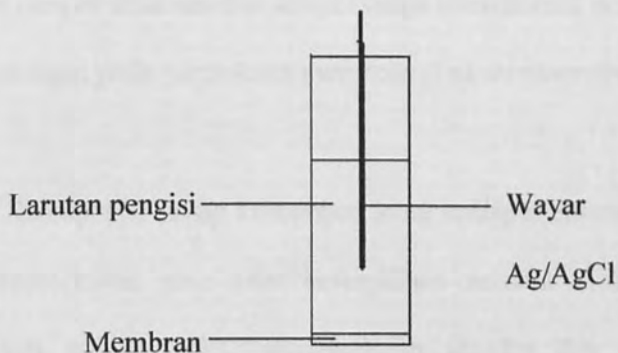
### d. Elektrod Penderia Gas

Biasanya elektrod penderia gas digunakan untuk mengesan pengukuran gas-gas terlarut seperti karbon dioksida, nitrogen oksida dan ammonia. Ia terdiri daripada ISE dan elektrod rujukan yang disambungkan dengan larutan elektrolit yang nipis. Bahagian ini akan diasingkan dari larutan sampel oleh lapisan membran. Lapisan membran ini dipilih untuk penyerapan terhadap gas tertentu dan sangat nipis bagi membolehkan kadar penyerapan berlaku dengan cepat (Strobel & Heinemen, 1989).

Gas yang telah melepasi membran akan melarut di dalam lapisan elektrolit dan menyebabkan perubahan terhadap keseimbangan tindak balas kimia.

### 2.3.2 Binaan ISE

ISE terdiri daripada membran, elektrod rujukan dalaman dan larutan pengisi. Larutan pengisi yang digunakan ialah larutan yang mengandungi ion sasaran. Binaan ringkas ISE ditunjukkan dalam Rajah 2.1:



**Rajah 2.1** Binaan asas elektrod pemilih ion (Myland *et al.*, 1993)

Bahagian utama yang menentukan sifat keselectifan sesuatu ISE ialah membran. Ia mempunyai komposisi tertentu untuk tujuan tertentu. Fungsi dan komposisi membran akan diterangkan dalam subtajuk yang seterusnya.

### a. Komposisi Membran

Membran elektrod hanya bersifat telap hanya terhadap ion sasaran sahaja dan ia berfungsi untuk memisahkan larutan sampel dan larutan pengisi di dalam elektrod (Nelson *et al.*, 2003). Membran ini akan dibina daripada komponen-komponen yang bertanggungjawab dalam proses pengecaman dan membran ini hendaklah mempunyai liang, tidak larut dan stabil secara mekanik. Kehadiran membran dalam pembinaan sesebuah elektrod berfungsi untuk menghalang percampuran dua elektrolit iaitu larutan pengisi dalaman dan sampel tanpa menghalang penyebaran sebarang spesis ion yang terdapat pada permukaan membran (Lakshiminarayah *et al.*, 1976).

Komposisi setiap komponen yang terdapat dalam membran akan menentukan sifat keselektifan atau sifat keterpilihan sesuatu elektrod terhadap ion sasaran. Membran polimer PVC mengandungi ionofor dan pemplastik garam lipofilik (NaTPB). Nisbah komposisi setiap komponen ini boleh diubah-ubah sehingga membran mencapai tahap keselektifan yang maksimum. Sifat keselektifan membran bergantung kepada kebolehan pembentukan kompleks yang spesifik bagi ion pembawa dengan ion sasaran (Gupta dan Mujawamariya., 2001).



## RUJUKAN

- Aggarwal, B. B., Kumar, A., Bharti, A. C., 2003. Anticancer Potential of Curcumin: Preclinical and Clinical Studies. *Anticancer Res.* **23** (1A), 363-398.
- Ahuja, M., Rai, A.K., Mathur, P.N., 2001. Adsorption behaviour of metal ions on hydroximate resins. *Analytica Chimica Acta*, **437**, 199-216.
- Bailey, P. L., 1976. *Analysis with Ion Selective Electrodes*. Heyden and Son Ltd., London.
- Bauer, P.L., 1976. *Analysis with Ion Selective Electrodes*. Heyden and Son Ltd., London.
- Christian, G. D., 2004. *Analytical Chemistry*. Ed-6. John Wiley and Sons, U.S.
- Eichenberger, B.A. dan Chen, K.Y. 1982. Origin and nature of selected inorganic constituents in natural waters. Dlm: Minear, R.A. dan Keith, L.A. (pnyt.) *Water Analysis volume I: Inorganic Species part I*. Academic Press, Inc. U.S.A.
- Gismerab, M. J., Mendiola, M. A., Procopiob, J. R., Sevillab, T. M., 1999. Copper potentiometric sensors based on copper complexes containing thiohydrazone and thiosemicarbazone ligands. *Analytica Chimica Acta* **385**, 143-149.
- Gupta, K. C., Mujawamariya, J. D., 2001. Effect of concentration of ion exchanger, plasticizer and molecular weight of cyanocopolymers on selectivity and sensitivity of Cu(II) ion selective electrodes. *Analytica Chimica Acta* **437**, 199-216.
- Gupta, V. K., Prasad, R., dan Kumar, A., 2002. Dibenzocyclamnickel(II) as ionophore in PVC-Matrix for Ni<sup>2+</sup> Selective Sensors. *Sensors* **2**, 384-396.





- Harvey, D., 2000. *Modern Analytical Chemistry*. International Edition 2000. McGraw Hills, U.S.
- Hassan, S. S. M., Elnemab, E. M., Mohameda, A. H. K. 2005. Novel potentiometric copper (II) selective membrane sensors based on cyclic tetrapeptide derivatives as neutral ionophores. *Talanta* **66**, 1034-1040
- Jain, A. K., Gupta, V. K., Singh, L. P., Raison, J. R., 2005. Chelating ionophore based membrane sensors. *Talanta* **66**, 1355-1361.
- Kryota, J., 1990. Theory and application of ion-selective electrodes. *Analytica Chimica Acta* **233**, 30-46.
- Lakshminarayana, N., 1976. *Membrane electrodes*. Academic Press, New York.
- Myland, J. C., Oldman, K. B., 1993. *Fundamental of electrochemistry*. McGraw-Hills, USA.
- Sawyer, D. T., Sokowiak, A., Robert, J. L., 1995. *Electrochemistry for chemists*. Ed. Ke-2. John Wiley & Sons, Inc. USA.
- Silberberg, M. S., 2003. *Chemistry, The Molecular Nature of Matter and Change*. Ed. Ke-3. McGraw-Hills, USA.
- Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., 2003. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Ed. Ke-7. Sanders College Publishing, New York.
- Skoog, D. A., Leary, A., 1992. *Principle of instrumental analysis*. Ed. Ke-4. Sanders College Publishing, USA.

- Stradiotto, N. R., Yamanaka, H., Valnice, M., Zanoni, B., 2003. Electrochemical Sensors: A Powerful Tool in Analytical Chemistry. *Chemical Society* **14**, 159-173.
- Toennesen, H.H., dan Karlsen, J., 1985. *Z Lebensm-Unter Forch.* **180**, 402.
- Wakida, S., Maasadome, T., Imato, T., Shibuni, Y., Yakabe, K., Shono, T., dan Asano, Y., 1999. Additive-salt effect on low detection limit and slope sensitivity in reponse of potassium and sodium selective neutral carrier ion-selective electrode field – Effect Transistor. *Analytical Sciences* **15**, 47-51.
- Wang, J., 1994. *Analytical electrochemistry*. VCH Publishers Inc., USA.
- Wardak, C., Marczevska, B., Lenik, J., 2004. An ion-selective electrode with a polymeric membrane containing an chelating substance. *Desalination* **163**, 69-75.
- Willard, H. H., Merritt, L. L., Dean, J. A., Settle, F. A., 1994. *Instrumental Methods of Analysis*. Ed. Ke-7. Wardsworth Publishing Company, USA.

