

**PEMBINAAN ELEKTROD PEMILIH-ION Mn(II) BERKOS RENDAH  
UNTUK PENENTUAN MANGAN**

**GENEVIEVE ALFORD MONGUGANG**

**PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH**

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

**2007**



**UMS**  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

## UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

## BORANG PENGESAHAN STATUS TESIS@

JUDUL: ~~PEMBINAAN~~ PEMBINAAN ELEKTROD PEMILIH - ION MnCl<sub>2</sub>  
BERKOS RENDAH UNTUK PENENTUAN MANGAN

Ijazah: SARJANA MUDA SAINS DENGAN KEPUJIAN

SESI PENGAJIAN: 2004 - 2007

Saya GENEVIEVE ALFORD MONGYANG  
 (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 AKTA RAHSIA RASMI 1972)

TERHAD

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

TIDAK TERHAD

Disahkan oleh

KMA  
 (TANDATANGAN PENULIS)

Jahimin  
 (TANDATANGAN PUSTAKAWAN)

Alamat Tetap: 6950, LORONG  
SEMARAK 27, TAMAN SEMARAK,

ENCIK JAHIMIN ASIK  
 Nama Penyelia

91000 TAWAU, SABAH

Tarikh: 18/04/2007

Tarikh: 18/04/2007

CATATAN: \* Potong yang tidak berkenaan.

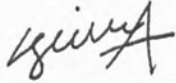
\*\* Jika tesis ini SULIT atau TERHAD, sila lampirkan surat daripada pihak berkuasa/organisasi berkenaan dengan menyatakan sekali sebab dan tempoh tesis ini perlu dikelaskan sebagai SULIT dan TERHAD.

@ 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.



APRIL, 2007

---

GENEVIEVE ALFORD MONGUGANG


HS2004-3274

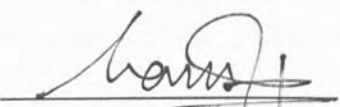



**PENGESAHAN**

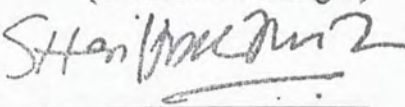
Nama: Genevieve Alford Mongugang

Tajuk: Pembinaan Elektrod Pemilih-ion Mn(II) Berkos Rendah untuk Penentuan Mangan

  
( Encik Jahimin Bin Asik)

  
( Professor Madya Dr. Marcus Jopony)

  
( Dr. Noumie Surugau)

  
DEKAN

(Professor Madya Dr. Shariff Omang)

**APRIL, 2007**



## PENGHARGAAN

Segala puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan kerana berkat dan keizinanNya akhirnya berjaya juga saya menyiapkan projek tahun akhir ini setelah mengharungi segala suka duka dan pahit manis sepanjang tempoh kajian ini dijalankan. Setinggi-tinggi penghargaan dan ucapan terima kasih khasnya kepada penyelia saya; Encik Jahimin Asik atas segala tunjuk ajar, bimbingan serta pendapat bernas beliau dalam membantu saya menjalankan kajian ini, dan juga kerana selalu bersabar dengan segala karenah para pelajar di bawah bimbingan beliau. Terima kasih yang tidak terhingga juga diucapkan kepada para pensyarah program Kimia Industri dan rakan-rakan seprogram atas bantuan dan galakan baik secara langsung atau tidak langsung, begitu juga kepada para pembantu makmal; Encik Sani dan Encik Samudi. Ucapan ribuan terima kasih yang tidak terhingga kepada keluarga yang tidak putus-putus memberikan semangat, galakan dan sokongan. Tidak ketinggalan sekalung penghargaan juga ditujukan kepada rakan-rakan sepenyeliaan; saudara Wahid, Fahmi dan Waldo, dan teman-teman rapat saya; Mimi Fiona, Norazaninah, Juria dan Azrani kerana sering meluangkan masa dan membantu saya dalam apa jua hal sepanjang menyiapkan projek ini. Sekian, terima kasih.

*Genevieve Alford Mongugang*



## ABSTRAK

Getah silikon digunakan dalam penyediaan membran Mn(II)-ISE. Komposisi lain membran adalah kurkumin sebagai ionofor 1%, dietil phatalat (DEP) sebagai bahan pemplastik 49% dan natrium tetrafenilborat (NaTPB) sebagai pemencil anion 1%. Ujian yang dijalankan mendapati membran menghasilkan respon linear pada julat kepekatan  $1 \times 10^{-2}$  hingga  $1 \times 10^{-6}$  M dengan kecerunan  $18.3 \text{ mVdekad}^{-1}$ . Masa respon adalah di antara 1-2 minit. Julat pH optimum pula adalah pada pH 4 sehingga 9 dan elektrod boleh bertahan selama empat minggu. Kesan ujian ion pengganggu menunjukkan bahawa elektrod adalah tidak selektif terhadap Mn(II).



**CONSTRUCTION OF CHEAP Mn(II) ION-SELECTIVE ELECTRODE FOR  
DETERMINATION OF MANGANESE**

**ABSTRACT**

*Silicon rubber was used in membrane preparation of Mn(II)-ISE. Other components of the membrane were curcumin 1% as the ionophore, diethyl phthalate (DEP) 49% as the plasticizer and sodium tetrphenylborate (NaTPB) 1% as the anion excluder. Tests showed that membrane produced a linear potential response in the concentration range of  $1 \times 10^{-2}$  to  $1 \times 10^{-6}$  M with a slope of  $18.3 \text{ mVdekad}^{-1}$  and response time of 1-2 minutes. The electrode's optimum pH was in the range pH 4 to pH 9 and it can last for almost four weeks. Interference ion test proved that the electrode was not selective towards Mn(II).*



## KANDUNGAN

## Muka Surat

PENGAKUAN	ii
PENGESAHAN	iii
PENGHARGAAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
SENARAI KANDUNGAN	vii
SENARAI JADUAL	x
SENARAI RAJAH	xi
SENARAI SIMBOL DAN SINGKATAN	xii
SENARAI LAMPIRAN	xiii
<b>BAB 1        PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1    Pengenalan	1
1.2    Objektif Kajian	3
1.3    Skop Kajian	3
<b>BAB 2        KAJIAN LITERATUR</b>	<b>4</b>
2.1    Mangan	4
2.2    Elektrod Pemilih-ion (ISE)	6
2.2.1 Sejarah Perkembangan ISE	6
2.2.2 Jenis-jenis ISE	7
2.3    Membran	14
2.3.1 Getah Silikon	14
2.3.2 Ionofor – Kurkumin	14





2.4	Teori ISE	16
2.5	Elektrod Rujukan	18
	2.5.1 Elektrod Hidrogen Piawai	19
	2.5.2 Elektrod Ag/AgCl	20
	2.5.3 Elektrod Kalomel	20
	2.5.4 Elektrod Merkuri/Merkurus Sulfat	21
2.6	Ulasan Kajian Terdahulu	21
<b>BAB 3</b>	<b>METODOLOGI</b>	<b>25</b>
3.1	Bahan Kimia	25
3.2	Alat Radas	25
3.3	Kaedah	26
	3.3.1 Penyediaan Larutan Stok Ion Mangan $Mn^{2+}$ $1 \times 10^{-1}$ M	26
	3.3.2 Penyediaan Larutan Piawai $Mn^{2+}$	26
	3.3.3 Penyediaan Larutan Ion Pengganggu	27
3.4	Pembinaan Elektrod	28
	3.4.1 Penyediaan Membran Polimer	28
	3.4.2 Pembinaan Elektrod Rujukan Dalaman Ag/AgCl	29
	3.4.3 Pembinaan Elektrod Mn(II)-ISE	29
	3.4.4 Pembinaan Elektrod Rujukan Ag/AgCl	30
3.5	Penentuan Keupayaan Mn(II)-ISE	31
3.6	Pengoptimuman Elektrod	32
	3.6.1 Kesan Perubahan pH	32
	3.6.2 Kesan Perubahan Kepekatan	33
	3.6.3 Had Pengesanan Elektrod	33
	3.6.4 Masa Respon	33



3.6.5 Kehadiran Ion Pengganggu	34
3.6.7 Jangka Hayat Elektrod	34
3.7 Penentuan Kepekatan Mangan	34
a. Penyediaan Graf Kalibrasi Mn(II)-ISE	35
b. Penentuan Mangan <sup>2+</sup> dalam Sampel	35
c. Perbandingan dengan AAS	35
<b>BAB 4 HASIL DAN PERBINCANGAN</b>	<b>36</b>
4.1 Respon Elektrod	37
4.2 Pencirian Elektrod	37
4.2.1 Kesan Perubahan pH	37
4.2.2 Kesan Perubahan Kepekatan	39
4.2.3 Had Pengesanan	41
4.2.4 Masa Respon	42
4.2.5 Kesan Kehadiran Ion Pengganggu	43
4.2.6 Jangka Hayat Mn(II)-ISE	45
4.3 Aplikasi Mn(II)-ISE	46
<b>BAB 5 KESIMPULAN</b>	<b>48</b>
<b>RUJUKAN</b>	<b>51</b>
<b>LAMPIRAN</b>	<b>55</b>



## SENARAI JADUAL

		Muka Surat
Jadual 2.1	Contoh ISE untuk Larutan Akues	8
Jadual 2.2	Senarai Enzim Pengesan Potensiometri	13
Jadual 2.3	Elektrod Rujukan untuk Larutan Akues dan Keupayaannya	19
Jadual 3.1	Penyediaan Larutan Stok $Mn^{2+}$	27
Jadual 3.2	Penyediaan Larutan Ion Pengganggu $1 \times 10^{-1}$ M	27
Jadual 4.1	Pemalar Selektiviti bagi Mn(II)-ISE	44
Jadual 4.2	Purata Nilai Keupayaan bagi setiap Sampel Air dan Penentuan Kepekatan Ion Mangan dari Sampel menggunakan Graf Kalibrasi Mn(II)-ISE	46



## SENARAI RAJAH

		Muka Surat
Rajah 2.1	Sel Elektrokimia Lengkap	6
Rajah 2.2	Gambarajah Berskema Elektrod Membran Kaca	9
Rajah 2.3	Gambarajah Berskema Binaan Elektrod Pemilih-ion Membran Pepejal	10
Rajah 2.4	Elektrod Pengesan Gas	12
Rajah 2.5	Struktur Molekul Kurkumin (a) dan Struktur Ligan bagi Kompleks Mangan (b)	15
Rajah 3.1	Campuran Komponen Membran di dalam Silinder Kaca	28
Rajah 3.2	Elektrod Pemilih-ion Mn(II)-ISE	30
Rajah 3.3	Elektrod rujukan Ag/AgCl	31
Rajah 3.4	Litar Pengukuran Potensiometri	32
Rajah 4.1	Graf Keupayaan (mV) melawan pH	38
Rajah 4.2	Graf Perubahan Keupayaan melawan Kepekatan pada pH 6 dengan Julat Kepekatan di antara $1 \times 10^{-1}$ M hingga $1 \times 10^{-8}$ M	40
Rajah 4.3	Had Pengesanan Mn(II)-ISE yang ditentukan dari Graf Perubahan Kepekatan	42
Rajah 4.4	Graf Keupayaan melawan Kepekatan untuk Semua Ion pengganggu pada kepekatan $1 \times 10^{-2}$ M (pH 6)	44



## SENARAI SIMBOL, UNIT DAN SINGKATAN

Ag/AgCl	Argentum-Argentum Klorida
[A]	Kepekatan ion A
E	Keupayaan
E <sub>sel</sub>	Keupayaan sel
E <sup>o</sup>	Keupayaan elektrod rujukan
g	Gram
gmol <sup>-1</sup>	Gram per mol
ISE	<i>Ion-Selective Electrode</i>
M	Kemolaran
mA	Miliampere
mg	Miligram
mg/L	Miligram per liter
mm	Milimeter
mL	Mililiter
mV	Milivolt
nm	Nanometer
V	Isipadu
®	<i>Registered</i>
%	Peratus
°C	Darjah Celcius



**SENARAI LAMPIRAN**

	Muka Surat
Lampiran A Penyediaan Larutan Piawai	55
Lampiran B Jadual Data Kajian	58
Lampiran C Pemalar Selektiviti	60
Lampiran D Graf Kalibrasi	63



## BAB 1

### Pengenalan

#### 1.1 Pendahuluan

Mangan (Mn) mempunyai nombor atom 25 dan terletak di dalam kumpulan logam peralihan dalam jadual berkala. Logam ini berwarna kelabu-keputihan, keras dan berkilat, dan sangat penting dalam pembikinan keluli. Kehadiran sejumlah kecil mangan dalam keluli membuatkan ia senang dicanai, ditempa dan dipateri (Silberberg, 2003). Selain itu, mangan penting dalam nutrisi dan perlu diambil sebanyak 0.15-0.8 mg setiap hari (Smit dan Rechnitz, 1992). Mangan juga terkandung dalam baja, makanan ternakan dan barang farmasi. Mangan tersebar luas di permukaan Bumi sebagai fasa pepejal dalam batu igneus, metamorfik dan sedimen, dan juga fasa akues di dalam kolam, tasik, sungai dan laut. Mangan wujud dalam beberapa jumlah nombor pengoksidaan tetapi ia kerap ditemui dalam keadaan pengoksidaan 2+ dan 4+ (Eichenberger dan Chen, 1982).

Terdapat banyak kaedah yang boleh digunakan untuk menentukan kehadiran mangan di dalam sampel air misalnya kaedah spektrometer penyerapan atom (AAS) dan spektrofotometer penyerapan ultraviolet (UV-Vis). Namun, alat-alat ini berkost



tinggi dan memerlukan penyelenggaraan yang teliti. Salah satu kaedah lain yang boleh digunakan ialah teknik potensiometri, contohnya elektrod pemilih-ion (ISE). Secara amnya, ISE ialah kaedah yang ringkas, murah dan senang digunakan (Taylor, 1982). ISE dipasang bersama-sama dengan sebuah elektrod rujukan dan alat pengukur keupayaan (Skoog *et al.*, 2004).

ISE mengesan kehadiran ion sasaran secara spesifik melalui tindakan membrannya. Membran merupakan komponen di dalam ISE yang memisahkan dua jenis larutan tanpa menghalang penyebaran spesies ion sasaran (Pungor, 1998). Ionofor merupakan bahan aktif dalam membran yang bertindakbalas dengan ion sasaran yang dikaji dan memberikan sifat pemilihan kepada elektrod (Bailey, 1976). Membran ISE akan berespon terhadap ion sasaran dan menghasilkan signal dalam bentuk daya elektromotif (*emf*). Amnya, keselektifan keseluruhan elektrod tersebut adalah bergantung kepada membran dan komposisi membrannya. (Buck dan Lindner, 1994).

Penyediaan membran polimer yang menggunakan getah silikon merupakan perkara baru dalam bidang potensiometri. Salah satu faedah menggunakan getah silikon ialah pengurangan kos (Geun *et al.*, 1991). Sifat semulajadi getah silikon membuatkan penyediaan membran tidak perlu lagi menggunakan bahan pemplastik yang banyak. Malah membran getah silikon dengan sedikit atau tiada bahan pemplastik lebih disyorkan dalam pembinaan ISE. (Sang *et al.*, 1997) Dalam kajian ini, ISE akan dibina khusus untuk penentuan Mn.





## 1.2 Objektif

Objektif kajian ini adalah:

- 1) Untuk membina elektrod pemilih-ion Mn(II)-ISE yang murah menggunakan getah silikon sebagai komponen utama membran
- 2) Untuk menjalankan proses pengoptimuman ke atas Mn(II)-ISE yang dibina untuk menentukan keberkesanannya terhadap ion  $Mn^{2+}$ .
- 3) Untuk membandingkan respon Mn(II)-ISE dengan kaedah AAS

## 1.3 Skop Kajian

Skop kajian adalah menjurus kepada pembinaan Mn(II)-ISE yang kemudiannya akan digunakan untuk mengukur amaun ion  $Mn^{2+}$  dalam larutan sampel. Mn(II)-ISE akan dipasangkan dengan elektrod rujukan Ag/AgCl dan alat pengukur keupayaan (potensiometer). Dalam kajian ini, membran Mn(II)-ISE akan disediakan menggunakan getah silikon sebagai komponen utama, kurkumin sebagai ionofor, dan *diethyl phthalate* (DEP) sebagai bahan pemplastik. Setelah elektrod siap dibina, pengoptimumannya akan dilakukan terhadap parameter-parameter berikut iaitu pH, kepekatan, masa, had pengesanan, ion pengganggu, dan jangka hayat dengan menggunakan larutan piawai  $Mn^{2+}$ , sebelum penentuan  $Mn^{2+}$  dalam sampel sebenar. Sampel sebenar yang digunakan ialah sampel air yang diambil dari Sungai Likas, Kota Kinabalu. Prestasi Mn(II)-ISE kemudiannya dibandingkan dengan spektrometri serapan atom (AAS).



## BAB 2

### ULASAN LITERATUR

#### 2.1 Mangan

Mangan merupakan elemen kimia yang mempunyai simbol Mn dan nombor atom 25. Dalam jadual berkala, mangan tergolong di dalam kumpulan tujuh dan berada di kala keempat. Mangan mempunyai jisim molar sebanyak  $54.94 \text{ gmol}^{-1}$  dan konfigurasi elektron bagi mangan ialah  $[\text{Ar}]4s^23d^5$ . Mangan boleh wujud dalam beberapa jumlah nombor pengoksidaan seperti 2+, 3+, 4+ dan 7+ (Eichenberger dan Chen, 1982). Secara fizikal, logam mangan berwarna kelabu-keputihan, keras dan berkilat (Silberberg, 2003). Mangan oksida berwarna ungu dan ciri ini sangat penting dalam penentuan warna kaca.

Mineral oksida seperti *pyrolusite* ( $\text{MnO}_2$ ) dan mineral dioksida merupakan sumber utama bagi mangan. Selain itu, mangan juga wujud dalam bentuk karbonat iaitu *rhodochrosite* ( $\text{MnCO}_3$ ) dan silikat iaitu *rhodonite* tetapi dalam jumlah yang sedikit. Mangan boleh diasingkan melalui beberapa cara sama ada melalui penukaran mineral oksida ( $\text{MnO}_2$ ) kepada mineral karbonat ( $\text{MnCO}_3$ ) yang kemudiannya diturunkan menggunakan Al ataupun penukaran kepada  $\text{MnO}_4$  dan selepas itu menjalankan elektrolisis terhadap akues  $\text{Mn}^{2+}$  (Silberberg, 2003).



Mangan digunakan dalam industri keluli. Kehadiran sejumlah kecil mangan kira-kira kurang daripada 1% dalam keluli membuatkan ia senang dicanai, ditempa dan dipateri. Kehadiran mangan sebanyak 12% dalam keluli pula sudah mencukupi untuk membuat perisai bagi tentera marin, jentolak dan lain-lain lagi (Silberberg, 2003). Mangan juga sangat penting bagi tubuh manusia kerana berkaitan dengan pembentukan tulang dan tisu, serta penting dalam metabolisme karbohidrat dan lipid (Smit dan Rechnitz, 1992). Biomolekul yang mengandungi mangan di dalam tubuh ialah *isocitrate dehydrogenase* dan ia berfungsi dalam respirasi sel (Silberberg, 2003).

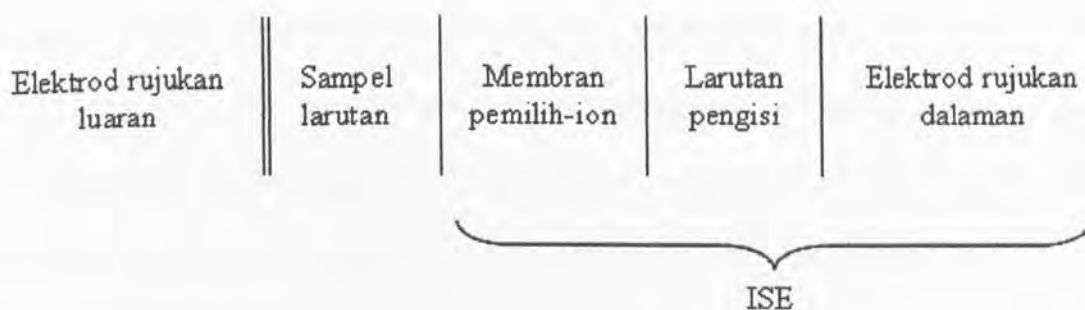
Walaupun bagaimanapun, mangan boleh memudaratkan tubuh badan manusia jika diambil berlebihan. Mangan wujud sebagai fasa akues di dalam kolam, tasik, sungai dan laut, maka ia hadir di dalam air minum. Kepekatan mangan di dalam air minum adalah sebanyak 0.001 sehingga 0.1 mg/L, tetapi biasanya disekitar 0.01 mg/L (Massadizadeh *et al.*, 2007). Mangan yang merupakan salah satu logam berat adalah sangat toksik walaupun pada kepekatan yang sangat rendah. Oleh itu, kepekatan maksimum mangan yang dibenarkan dalam air minuman ialah sebanyak 0.05 mg/L sahaja (Singh *et al.*, 2005).

Keracunan mangan boleh dilihat dari segi kegagalan sistem saraf berfungsi secara normal seakan-akan penyakit Parkinson, kekejangan otot dan gangguan mental (Smit dan Rechnitz, 1992). Selain itu, dos tinggi mangan dalam tubuh manusia boleh menyebabkan penyakit anemia dan mengganggu sistem pembiakan (Masshadizadeh *et al.*, 2005).



## 2.2 Elektrod Pemilih-ion (ISE)

Secara amnya, ISE ialah kaedah yang ringkas, murah dan senang digunakan (Taylor, 1982). ISE merupakan elektrod membran yang bertindakbalas secara memilih terhadap ion-ion yang hadir bersama-sama di dalam sampel. ISE terdiri daripada membran pemilih ion, larutan pengisi dalaman dan elektrod rujukan dalaman (Izutsu, 2002). ISE mestilah digunakan bersama-sama sebuah elektrod rujukan luaran untuk membentuk sebuah sel elektrokimia yang lengkap (Buck dan Lindner, 1994). Elektrod dalaman boleh jadi Ag/AgCl dalam HCl atau Hg/HgCl dalam HCl (Bauer *et al.*, 1978). Sel yang lengkap boleh digambarkan secara gambarajah berskema seperti yang ditunjukkan pada Rajah 2.1.



**Rajah 2.1** Sel Elektrokimia Lengkap

### 2.2.1 Sejarah Perkembangan ISE

Pada tahun 1900, satu fenomena telah disaksikan oleh Haber dan Clemensiewith membawa kejutan yang besar dalam fenomena elektrokimia apabila sebuah elektrod kaca telah mengeluarkan signal elektrokimia sebagai respon kepada keasidan sesuatu larutan. Beberapa tahun selepas itu, satu eksperimen telah dijalankan oleh Donnan

telah menemukan keseimbangan elektrokimia sebagai kesan daripada keupayaan elektrik yang boleh diukur apabila merentasi membran. Penemuan Donnan telah membawa kepada beberapa spekulasi yang diutarakan oleh Guggenheim yang kemudiannya mengaplikasikan teori Galvani dalam pengiraan keupayaan elektrokimia (Pungor, 2001).

Walaupun bagaimanapun, kredit harus diberikan kepada Cremer kerana beliau merupakan orang yang pertama menulis artikel tentang elektrod pH tersebut pada tahun 1906. Pada 1949, George Perley telah menerbitkan sebuah artikel tentang hubungan komposisi kaca dengan fungsi pH. Perkembangan ISE secara komersial bermula apabila seorang jurutera bernama John Riseman cuba menghasilkan sebuah alat untuk menganalisis darah-gas. Beliau bekerjasama dengan Dr. James Ross, seorang ahli elektrokimia daripada MIT dan menubuhkan Orion Research. Menjelang pertengahan 1960-an, Orion Research Inc. telah mengeluarkan elektrod kalsium untuk digunakan dalam analisis darah-gas. Semenjak itu, terdapat banyak kajian dan ciptaan yang telah dibuat untuk menganalisa sampel yang mengandungi banyak ion yang hadir pada satu-satu masa.

### 2.2.2 Jenis-jenis ISE

ISE biasanya dikelaskan berdasarkan jenis mekanisme yang menghasilkan gerak balas elektrod. Pendekatan yang diambil di sini ialah untuk membezakan perihal elektrod mengikut kandungan penderia membran (Bauer *et al.*, 1978). Menurut Izutsu (2002), pengkelasan ISE boleh diringkaskan seperti dalam Jadual 2.1.



**Jadual 2.1** Contoh ISE untuk Larutan Akues (Sumber: Izutsu, 2002)

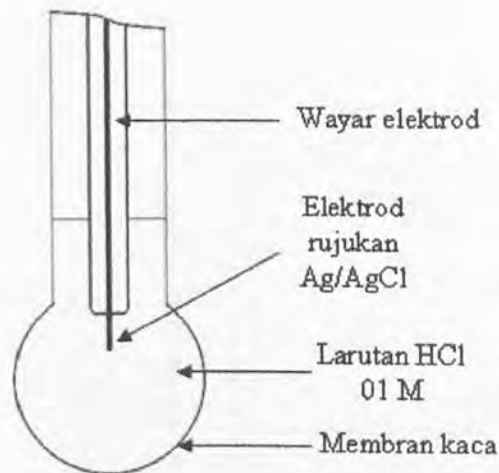
Jenis ISE	Ion	Bahan Membran
Elektrod Membran Kaca	H <sup>+</sup> Na <sup>+</sup> K <sup>+</sup>	Na <sub>2</sub> O-CaO-SiO <sub>2</sub> LiO <sub>2</sub> -Cs <sub>2</sub> O-La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> O-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> O-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub>
Elektrod Membran-pepejal	F <sup>-</sup> Cl <sup>-</sup> Br <sup>-</sup> I <sup>-</sup> CN <sup>-</sup> S <sup>2-</sup> Cu <sup>2+</sup> Cd <sup>2+</sup> Pb <sup>2+</sup>	LaF <sub>3</sub> AgCl; AgCl-Ag <sub>2</sub> S AgBr; AgBr-Ag <sub>2</sub> S AgI; AgI-Ag <sub>2</sub> S AgI Ag <sub>2</sub> S CuS- Ag <sub>2</sub> S CdS- Ag <sub>2</sub> S PbS- Ag <sub>2</sub> S
Elektrod Membran-cecair	Cl <sup>-</sup> ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup> Ca <sup>2+</sup> Kation bivalen (M <sup>2+</sup> ) K <sup>+</sup> Ion logam alkali (M <sup>+</sup> )	Dimetildisterilamonium/Cl <sup>-</sup> 1,10-fenantrolin Fe(II)/ ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup> Didesilfosfat/Ca <sup>2+</sup> Didesilfosfat/M <sup>2+</sup> Valinomisin/K <sup>+</sup> Crown ether/M <sup>+</sup>
Elektrod Pengesan-gas	CO <sub>2</sub> NH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub>	Elektrod kaca H <sup>+</sup> /NaHCO <sub>3</sub> /GPM <sup>1)</sup> Membran kaca H <sup>+</sup> /NH <sub>4</sub> Cl/ GPM <sup>1)</sup> Elektrod kaca H <sup>+</sup> /NaHSO <sub>3</sub> /GPM <sup>1)</sup>
Elektrod enzim	Urea	Elektrod kaca NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /membran urea

1) GPM = *gas-permeable membrane*

### a. Elektrod Membran Kaca

Elektrod membran kaca biasanya digunakan untuk mengawasi aktiviti ion hidronium (H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>). Rajah 2.2 menunjukkan gambaran berskema elektrod jenis ini dan menunjukkan bahawa sistem elektrod primer ialah elektrod Ag/AgCl berhubung dengan larutan berkepekatan tetap HCl 0.1 M. Apabila permukaan luar membran kaca terdedah kepada suatu larutan berion, satu respon aktiviti ion hidronium [H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>] yang mengikut persamaan Nernst diperolehi (Sawyer *et al.*, 1995). Elektrod jenis ini terdiri daripada satu matrik penyokong yang mengandungi penukar ion sama ada kationik

atau anionik, pelarut bahan pemplastik, dan spesies pemilih-penambah tidak bercas yang mana biasanya diselitkan di antara dua larutan akues. Matrik penyokong boleh jadi sama ada bahan porous makro contohnya penuras polipropilena atau kaca, atau bahan porous mikro contohnya kaca "haus" atau bahan polimer seperti polivinilklorida (PVC). Matrik penyokong ini kadangkala dibuat bersama-sama dengan penukar ion tertentu. Elektrod ini menghasilkan respon dengan kehadiran bahan penukar ion di dalam membran (Buck dan Linder, 1994).

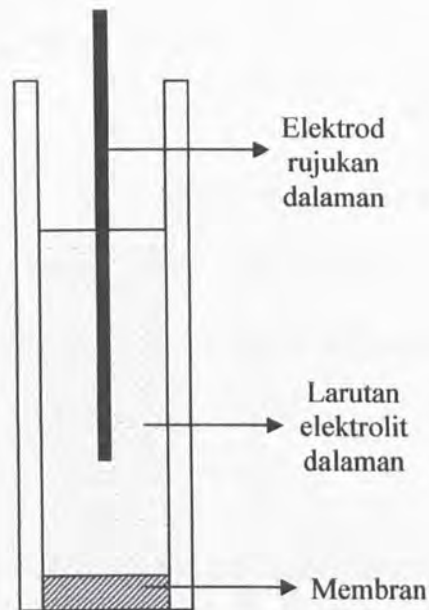


**Rajah 2.2** Gambarajah Berskema Elektrod Membran Kaca (Sumber: Sawyer *et al.*, 1995)

#### b. Elektrod Membran Pepejal

Elektrod membran pepejal terbahagi kepada dua iaitu jenis homogenus dan jenis heterogenus. Elektrod membran homogenus merupakan ISE yang di mana membrannya merupakan bahan berhablur yang disediakan sama ada daripada komponen tunggal atau campuran komponen homogenus (Buck dan Lindner, 1994).

Contoh elektrod membran homogenus ialah elektrod fluorida dengan hablur tunggal  $\text{LaF}_3$  dicelup dengan europium sebagai penderia. hablur  $\text{LaF}_3$  ditampalkan ke dalam hujung jasad elektrod berbentuk silinder yang tegar yang diperbuat daripada plastik dan kemudiannya diisi dengan larutan elektrolit dalaman, lazimnya  $\text{NaF}$  dan  $\text{NaCl}$  bersama-sama satu elektrod rujukan dalaman untuk melengkapkan binaannya. Rajah 2.3 menunjukkan gambarajah berskema bagi binaan elektrod pemilih ion penderia berhablur (Bauer *et al.*, 1978).



**Rajah 2.3** Gambarajah Berskema Binaan Elektrod Pemilih-ion Membran Pepejal  
(Sumber: Bauer *et al.*, 1978)

Elektrod membran pepejal jenis heterogenus pula dihasilkan dengan mencampurkan sesuatu bahan aktif atau campuran bahan-bahan aktif dengan matrik lengai seperti getah silikon atau PVC, atau diletakkan pada grafit hidrofobik atau epoksi pengalir untuk membentuk membran pengesan heterogenus (Buck dan Lindner, 1994). Membran jenis ini mempunyai rintangan yang rendah, telap secara



## RUJUKAN

- Al-Saraj, M., Saadeh, S.M. dan Abdel-Latif, M.S. 2003. Cu(II) Ion-selective Electrodes based on Cu(II) complex with cyclized salophen. *Z. Naturforsch* **58**, 658-662.
- Bailey, P. L., 1976. *Analysis with ion-selective electrodes*. Thomas L.C. Heyden & Sons Ltd, New York.
- Bauer, H.H., Christian, G. D., dan O'Reilly, J. E. (penyt), 1978. *Instrumental Analysis*. Alyn and Bacon, Inc., Boston.
- Baytak, S. dan Turker, A. R., 2003. Flame atomic absorption spectrometric determination of manganese in alloys after preconcentration onto Amberlite XAD-4 loaded with *Saccharomyces carlsbergensis*. *Turk J Chem* **28**, 243-253.
- Bricker, J., Daunert, S., Bachas, L.G. 1991. Selective electrodes for silver and anions based on polymeric membranes containing complexes of triisobutylphosphine sulfide with silver. *Analytical Chemistry* **63**, 1585-1589.
- Buck, R. P. dan Lindner, E., 1994. Recommendations for nomenclature of ion-selective electrodes. *Pure & Applied Chemistry* **66**, 2527-2536.

- 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.
- Elvers, B., Hawkins, S. dan Russey, W., 1994. *Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Jilid B6. Ed. Ke-5. VCH Publisher, German.
- Ekmekçi, G. dan Somer, G., 1999. A new selenite selective membrane electrode and its application. *Talanta* **49**, 83-89.
- Geun, S. C., Dong, L., Meyerhoff, M. E., Cantor, H. C., Midgley, A. R., Goldberg, H. D. dan Brown, R. B., 1991. Electrochemical performance, biocompatibility, and adhesion of new polymer matrices for solid-state ion sensors. *Anal. Chem.* **63**, 1666-1672.
- Gupta, V. K., Jain, A. K. dan Maheshwari, G., 2006. Manganese (II) selective PVC based membrane sensor using a Schiff base. [http://www.sciencedirect.com./](http://www.sciencedirect.com/)
- Harvey, D., 2000. *Modern analytical chemistry*. McGraw Hill, U.S.A.
- Hibbert, D. B., 1993. *Introduction to electrochemistry*. Macmillan Press Ltd, London.
- Izutsu, K., 2002. *Electrochemistry in nonaqueous solutions*. Wiley, Germany.



- Kenduzler, E. dan Turker, A. R., 2002. Determination of iron, manganese and zinc in water samples by flame atomic absorption spectrophotometry after preconcentration with solid-phase extraction onto Amborsorb 572. *Analytical Sciences* **18**, 917-921.
- Malinowska, E., Oklejas, V., Hower, R. W., Brown, R. B. dan Meyerhoff, M. E., 1996. Enhanced electrochemical performance of solid-state ion sensors based on silicon rubber membranes. *Sensors and Actuators B* **33**, 161-167.
- Masshadizadeh, M. H., Taheri, E. P. dan Sheikhshoaie, I., 2007. A novel  $Mn^{2+}$  PVC membrane electrode based on a recently synthesized Schiff base. <http://www.sciencedirect.com/>
- Pungor, E., 1998. The theory of ion-selective electrodes. *Analytical Sciences* **14**, 249-256.
- Pungor, E., 2001. The new theory of ion-selective electrodes. *Sensors* **1**, 1-12.
- Sang, Y. Y., Young, K. H., Bong, K. O., Geun, S. C. dan Hakhyun, N., 1997. Potentiometric properties of ion-selective electrode membranes based on segmented polyether urethane matrices. *Analytical Chemistry* **69**, 868-873.
- Sawyer, D. T., Sobkowiak, A. dan Roberts Jr., J. L., 1995. *Electrochemistry for chemists*. Ed. Ke-2. Jon Wiley & Sons, U.S.A.



- Sil, A., Ijeri, V. S. dan Srivastava, A. K., 2001. Coated-wire silver ion-selective electrode based on silver complex of cyclam. *Analytical Sciences* **17**, 477-479.
- Silberberg, M. S., 2003. *Chemistry: the molecular nature of matter and change*. Ed. Ke-3. McGraw Hill, U.S.A.
- Singh, A. K., Saxena, P. dan Panwar, A., 2005. Manganese(II)-selective PVC membrane electrode based on a pentaazamacrocyclic manganese complex. *Sensors and Actuators B* **110**, 377-381.
- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R. 2004. *Fundamentals of analytical chemistry*, Ed. Ke-8. Thomson Brooks/Cole, USA.
- Smit, H. dan Rechnitz, G. A., 1992. Reagentless enzyme electrode for the determination of manganese through biocatalytic enhancement. *Analytical Chemistry* **64**, 245-249.
- Taylor, H. E., 1982. A summary of methods for water-quality analysis of specific species. Dlm: Minear, R.A. dan Keith, L.A. (pnyt.) *Water Analysis volume I: Inorganic Species part I*. Academic Press, Inc. U.S.A.
- Tonnesen, H. H. dan Karlsen, J., 1985. *Z Lebensm-Unter Forch.* **180**, 402.



- Tonnesen, H. H., Masson, M. dan Loftsson, T., 2002. Studies of curcumin and curcuminoids. XXVII. Cyclodextrin complexation: solubility, chemical and photochemical stability. *International Journal of Pharmaceutics* **244**, 127-135.
- Tsujimura, Y., Yokoyama, M. dan Kimura, K., 1995. Practical applicability of silicone rubber membrane sodium-selective electrode based on oligosiloxane-modified calyx[4]arene neutral carrier. *Analytical Chemistry* **67**, 2402-2404.
- Vajragupta, O., Boonchoong, P., Watanabe, H., Tohda, M., Kummasud, N. dan Sumanont, Y., 2003. Manganese complexes of curcumin and its derivatives: evaluation for the radical scavenging ability and neuroprotective activity. *Free Radical Biology & Medicine* **35**(12), 1632-1644.

