

**PEMBINAAN DAN PENGOPTIMUM Cd(II)-ISE UNTUK PENENTUAN  
KADMIUM DI DALAM SAMPEL AIR**

**MIMI FIONA BTE HAMIDON**

PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITI MALAYSIA SABAH

**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

## BORANG PENGESAHAN STATUS TESIS@

JUDUL: PEMBINAAN DAN PENGOPTIMUMAN cd(II) - ISE UNTUK  
PENENTUAN KADMIUM DI DALAM SAMPEL AIR

Jazah: Sarjana muda Sains (Kejuruteraan)

SESI PENGAJIAN: 04/05

Penyaji: MIMI FIONA BTE HAMIDON  
 (HURUF BESAR)

Perpustakaan membenarkan tesis (LPS/Sarjana/Doktor Falsafah)\* ini disimpan di Perpustakaan Universiti Malaysia Sabah dengan syarat-syarat kegunaan seperti berikut:

Tesis adalah hakmilik Universiti Malaysia Sabah.

Perpustakaan Universiti Malaysia Sabah dibenarkan membuat salinan untuk tujuan pengajian sahaja.

Perpustakaan dibenarkan membuat salinan tesis ini sebagai bahan pertukaran antara institusi pengajian tinggi.

\*\*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

*Jahimin Asik*

(TANDATANGAN PUSTAKAWAN)

*Mimi Fiona*  
 TANDATANGAN PENULIS)

Alamat Tetap: NO. 18, LORONG  
SEKOLAH SERAYA SE/1, TMN

BERKEMAS, 88450 KOTA KINABALU

Tarikh: 19/4/2007

Tarikh: 19/4/2007

PERKARA: \* Potong yang tidak berkenaan.

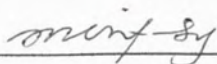
\*\* Jika tesis ini SULIT atau TERHAD, sila lampirkan surat daripada pihak berkuasa/organisasi berkenaan dengan menyatakan sekali sebab dan tempoh tesis ini perlu dikelaskan sebagai SULIT dan TERHAD.

@ 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

MIMI FIONA BTE HAMIDON

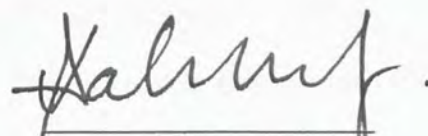
HS2004-3624



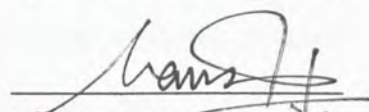
**PENGESAHAN**

Nama: Mimi Fiona Bte Hamidon

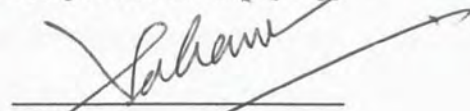
Tajuk: Pembinaan dan pengoptimuman Cd(II)-ISE untuk penentuan kadmium di  
dalam sampel air



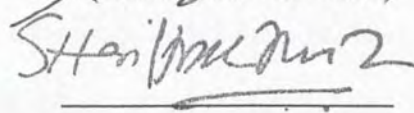
( Encik Jahimin Bin Asik)



( Professor Madya Dr. Marcus Jopony)



( Dr. Suhaimi Md. Yasir)



**DEKAN**

(Professor Madya Dr. Shariff Omang)

**APRIL, 2007**



## PENGHARGAAN

Alhamdulillah syukur ke hadrat Illahi di atas keberkatanNya dapat juga saya menyiapkan penulisan disertasi ini mengikut tempoh yang ditetapkan. Di kesempatan ini ingin saya merakamkan penghargaan dan rasa terima kasih saya kepada En. Jahimin selaku penyelia yang banyak memberi tunjuk ajar, dorongan dan panduan dalam menyiapkan penulisan disertasi ini. Terima kasih juga diucapkan kepada para pensyarah program kimia industri di atas tunjuk ajar serta kritikan dalam memperbaiki lagi mutu kajian ini. Tidak lupa juga penghargaan kepada kedua pembantu makmal kimia industri, En Sani Bin Gorudin dan En Samudi Bin Surang yang telah banyak membantu saya dari segi keperluan makmal sepanjang kajian ini di jalankan. Sekalung penghargaan juga ditujukan kepada keluarga yang tercinta dan rakan-rakan seperjuangan untuk segala dorongan dan galakan yang diberikan. Akhir kata, kepada mereka yang terlibat samada secara langsung atau tidak dalam menjayakan disertasi ini, terima kasih yang tak terhingga di ucapkan kepada semua.

MIMI FIONA BTE HAMIDON



## ABSTRAK

Sebuah membran dengan komposisi 4% ionopor *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* (PAN), 61% *Diethylphthalate* (DEP) sebagai pemplastik, 33% *Poly(vinylchloride)* (PVC) sebagai matriks polimer dan 2% garam lipofilik *Sodium Tetrphenylborate* (NaTPB) di bina untuk elektrod pemilih ion  $\text{Cd}^{2+}$ . Elektrod ini menunjukkan respon linear pada julat kepekatan  $1.0 \times 10^{-5}$  hingga  $1.0 \times 10^{-2}$  M dengan kecerunan  $46.7 \text{ mV dekad}^{-1}$  dan masa respon 20-40 saat. Jangka hayat elektrod adalah selama 3 minggu. Had pengesan elektrod dianggarkan pada  $6.3 \times 10^{-6}$  M dan elektrod berfungsi dengan baik pada julat pH 3 hingga 7. Kajian kesan gangguan oleh kation seperti  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  dan  $\text{Mn}^{2+}$  menunjukkan kesemua ion tidak memberi gangguan yang signifikan terhadap keselektifan membran kecuali ion  $\text{K}^+$  ( $K_{\text{pot Cd(II),K(I)}} = 1.1$ ). Cd(II)-ISE juga telah digunakan untuk menganalisa sampel air. Sungguhpun begitu, perbandingan keputusan dengan kaedah AAS menunjukkan bacaan yang berlainan.



# **CONSTRUCTION AND OPTIMIZATION Cd(II)-ISE FOR DETERMINATION OF CADMIUM WATER SAMPLES**

## **ABSTRACT**

*A membrane comprising of 4% 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) as ionophore, 61% Diethylphthalate (DEP) as plasticizer and 2% Tetraphenylborate (NaTPB) as anion excluder in 33% Poly(vinylchloride) (PVC) matrix was constructed for cadmium(II)-selective electrode. The Cd(II)-ISE gave linear response at concentration range of  $1.0 \times 10^{-5}$  to  $1.0 \times 10^{-2}$  M with a Nernstian slope of  $46.7 \text{ mV decade}^{-1}$ . The response time of the electrode was 20-40 seconds and the lifetime was three weeks in which it could be used without any measurable divergence. The detection limit for Cd(II) was  $6.3 \times 10^{-6}$  M and the effective pH range was 3.0 -7.0. The electrode selectivity coefficients towards  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$  and  $Mn^{2+}$  showed that all of the ions do not interfere the membrane selectivity (except for  $K^+$ ). The sensor was used to measure Cd(II) in water sample. However, comparison with AAS data showed contrasting results.*



## KANDUNGAN

	Muka surat
PENGAKUAN	ii
PENGESAHAN	iii
PENGHARGAAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
SENARAI KANDUNGAN	vii
SENARAI JADUAL	xi
SENARAI RAJAH	xii
SENARAI SIMBOL DAN SINGKATAN	xiv
<b>BAB 1 PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1 Pengenalan	1
1.2 Objektif	3
1.3 Skop kajian	3
<b>BAB 2 ULASAN LITERATUR</b>	<b>5</b>
2.1 Kadmium	5
2.2 Elektrod Pemilih Ion (ISE)	7
2.3 Komposisi membran	9
2.3.1 Pemplastik	9
2.3.2 Polivinilklorida (PVC)	9
2.3.3 Garam Lipopilik	10





2.3.4 Ionopor	10
2.4 Sejarah Perkembangan ISE	11
2.4.1 Pengkelasan ISE	12
2.5 Keupayaan Elektrod Pemilih Ion (ISE)	19
2.5.1 Keupayaan Membran	19
2.5.2 Selektiviti	21
2.5.3 Sifat ISE	23
2.6 Elektrod Rujukan	24
2.6.1 Elektrod Hidrogen Piawai	25
2.6.2 Elektrod Kalomel	26
2.6.3 Elektrod Argentum/Argentum Klorida (Ag/AgCl)	27
2.7 Ulasan Kajian Terdahulu ISE	28
<b>BAB 3 METODOLOGI</b>	32
3.1 Bahan Kimia	32
3.2 Alat Radas	32
3.3 Kaedah Penyediaan Larutan	33
3.3.1 Penyediaan larutan stok piawai $\text{Cd}^{2+}$ 0.1 M	33
3.3.2 Penyediaan larutan piawai $\text{Cd}^{2+}$	33
3.3.3 Penyediaan larutan ion pengganggu	35
3.4 Pembinaan elektrod	35
3.4.1 Penyediaan membran polimer	35
3.4.2 Pembinaan elektrod rujukan Ag/AgCl	36
3.3.3 Pembinaan elektrod Cd(II)-ISE	38
3.5 Penentuan keupayaan Cd(II)-ISE	39



3.6	Penentuan keadaan optimum elektrod	40
3.6.1	Respon terhadap pH	40
3.6.2	Respon terhadap kepekatan	41
3.6.3	Had pengesanan	41
3.6.4	Masa respon	41
3.6.5	Kehadiran ion pengganggu	42
3.6.6	Jangka Hayat Elektrod	42
3.7	Penentuan kadmium dalam sampel	43
3.7.1	Penyediaan sampel	43
3.7.2	Kalibrasi Cd(II)-ISE	43
3.7.3	Penentuan kadmium menggunakan Cd(II)-ISE	44
3.7.4	Pengukuran kadmium dalam sampel dengan kaedah AAS	44
3.7.5	Perbandingan Cd(II)-ISE dengan AAS	44
<b>BAB 4</b>	<b>HASIL DAN PERBINCANGAN</b>	45
4.1	Respon Elektrod	45
4.2	pH berkesan	46
4.3	Respon elektrod terhadap perubahan kepekatan	48
4.4	Had pengesanan	49
4.5	Masa respon	50
4.6	Gangguan dan Pemalar Selektiviti	51
4.7	Jangka hayat elektrod	52
4.8	Analisis sampel air	53
<b>BAB 5</b>	<b>KESIMPULAN</b>	56
5.1	Kesimpulan	56



5.2 Cadangan 57

RUJUKAN 58

LAMPIRAN 63



## SENARAI JADUAL

No. Jadual		Muka Surat
Jadual 2.1	Sifat-sifat fizikal bagi kadmium	6
Jadual 2.2	Perkembangan dan penemuan elektrod pemilih ion	12
Jadual 2.3	Jenis-jenis ISE yang dikelaskan mengikut membran	13
Jadual 3.1	Penyediaan larutan stok $\text{Cd}^{2+}$ pada kepekatan $1.0 \times 10^{-1} \text{ M}$ sehingga $1.0 \times 10^{-6} \text{ M}$	34
Jadual 3.2	Berat garam bagi penyediaan 50 ml larutan ion pengganggu 0.1 M	35
Jadual 4.1	Pemalar selektiviti Cd(II)-ISE	52
Jadual 4.2	Penentuan kepekatan $\text{Cd}^{2+}$ dalam sampel-sampel menggunakan Cd(II)-ISE	53
Jadual 4.3	Perbandingan kepekatan $\text{Cd}^{2+}$ dalam sampel air menggunakan Cd(II)-ISE dan AAS	54



## SENARAI RAJAH

No. rajah		Muka surat
Rajah 2.1	Susunan radas bagi pengukuran keupayaan ISE	8
Rajah 2.2	Struktur PAN	11
Rajah 2.3	Elektrod membran kaca	15
Rajah 2.4	Elektrod membran pepejal	16
Rajah 2.5	Elektrod membran polimer	18
Rajah 2.6	Elektrod pengesan gas	19
Rajah 2.7	Graf kalibrasi kaedah larutan terpisah	22
Rajah 2.8	Lengkung kalibrasi Kaedah interferens tetap	23
Rajah 2.9	Elektrod rujukan kalomel	27
Rajah 2.10	Elektrod rujukan Argentum/Argentum Klorida (Ag/AgCl)	28
Rajah 3.1	Pengeringan dan pembentukkan lapisan membran	36
Rajah 3.2	Susunan sel semasa pross penyaduran wayar Ag secara elektrolisis	37
Rajah 3.3	Elektrod rujukan Ag/AgCl yang dibina	38
Rajah 3.4	Elektrod penderia Cd(II)-ISE yang dibina	39
Rajah 3.5	Struktur litar pengukuran potensiometri	40
Rajah 4.1	Respon elektrod terhadap perubahan pH pada kepekatan $1.0 \times 10^{-2}$ M larutan CdCl <sub>2</sub>	47
Rajah 4.2	Respon Cd(II)-ISE terhadap ion Cd <sup>2+</sup> pada kepekatan $1.0 \times 10^{-7}$ hingga $1.0 \times 10^{-1}$ M	48
Rajah 4.3	Had pengesanan Cd(II)-ISE	50



Rajah 4.4	Kesan ion pengganggu (kepekatan $1.0 \times 10^{-2}$ M) terhadap respon Cd(II)-ISE pada pH 5	51
Rajah 4.5	Penentuan tempoh jangka hayat Cd(II)-ISE	53



## SENARAI SIMBOL, UNIT DAN SINGKATAN

gmol <sup>-1</sup>	gram per mol
ISE	<i>Ion selective electrode</i>
Ag/AgCl	Argentum/Argentum Klorida
g	Gram
PAN	<i>1-(2-pyridylazo)-2-naphthol</i>
µg	Mikrogram
M	Kemolaran
PVC	Polivinilklorida
NaTPB	Natrium <i>tetraphenylborate</i>
DEP	<i>diethylphtalate</i>
THF	<i>Tetrahydrofuran</i>
AAS	Spektrometri serapan atom
K	Kelvin
V	Volt
z	Cas ion
%	Peratus
°C	Darjah celcius



## BAB 1

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Pengenalan

Kadmium adalah elemen kimia yang mempunyai nombor atom 48 dan nombor jisim 112.411 g/mol. Di dalam jadual berkala, kadmium merupakan unsur peralihan yang berada pada kumpulan 2B(12) dengan nombor pengoksidaan 2+ (Silberberg,2003). Kadmium yang bernombor pengoksidaan 1+ adalah jarang ditemui. Fizikalnya, kadmium kelihatan putih kebiruan, lembut dan kehilangan kilatnya apabila terdedah di udara. Unsur ini mempunyai banyak persamaan dengan zink dimana kedua-duanya sering hadir bersama sulfur (Eichenberger dan Chen,1982). Hampir  $\frac{3}{4}$  penggunaan kadmium adalah untuk penghasilan bateri Ni-Cd. Selain itu, kadmium digunakan dalam pelbagai industri seperti pembuatan pigmen, elektrosaduran dan metalurgi (Rodiguez *et al.*,2005).

Walaupun kitaran logam kadmium dalam persekitaran tidak begitu diketahui puncanya, namun ia sentiasa hadir seiring dengan aktiviti manusia (Eichenberger dan





Chen,1982). Antara punca utama pencemaran logam kadmium yang dapat dikenal pasti adalah melalui peleburan bijih timah, pembakaran plastik dan pigmen kadmium (Eichenberger dan Chen,1982) serta sisa buangan industri. Kadmium memberi kesan negatif kepada manusia terutamanya dalam aspek kesihatan. Pengumpulan kadmium di dalam badan seseorang yang terdedah kepadanya boleh mengakibatkan kerosakan pada ginjal. Kitaran kadmium dalam darah pula boleh mengakibatkan pengumpulan tisu lemak pada otak yang membawa kepada kegagalan dalam sistem saraf dan fisiologi manusia (Silberberg,2003).

Terdapat pelbagai teknik yang boleh digunakan untuk mengesan logam kadmium seperti spektrometer penyerapan atom dan spektrofotometer UV-vis. Akan tetapi alat-alat ini menelan kos yang tinggi dan sukar untuk diselenggarakan. Oleh itu teknik potensiometri seperti ISE dijadikan alternatif untuk mengenal pasti kehadiran logam berbahaya ini memandangkan penyediaannya ringkas, mudah dan berkos rendah. Penyediaan ISE terdiri daripada sebuah elektrod rujukan, sebuah elektrod penderia dan alat pengukur potensi (Skoog *et al.*,2004). Pada keadaan yang optimum, teknik ini mampu bertindakbalas dengan baik sama seperti penggunaan teknik spektrometri. Satu daripada sifat elektrod pemilih ion adalah elektrod ini bergerak balas secara logaritma terhadap keaktifan ion yang dikaji ( Bauer *et al.*,1990). Di dalam mengesan ion kadmium, sebuah elektrod penderia yang sensitif terhadap ion kadmium akan dibina. Dalam lebih kurang 20 tahun yang lepas, berbagai jenis elektrod pemilih ion dagangan dan buatan sendiri ada tersedia.

Elektrod pemilih ion ini mengesan kehadiran ion spesifik di dalam sampel air melalui tindakan membrannya. Membran bertindak sebagai pemisah di antara dua



larutan; analit dan larutan rujukan (Hibbert,1993). Membran bagi elektrod pemilih ion bertanggungjawab dalam memberi respon terhadap daya elektromotif (*emf*) dan keselektifan keseluruhan elektrod tersebut (Buck dan Lindner,1994). Pembinaan elektrod Cd(II)-ISE menggunakan membran jenis pepejal. Membran jenis ini menelap secara memilih, mempunyai rintangan rendah dan mudah disediakan ( Bauer *et al.*,1990).

## 1.2 Objektif

Objektif kajian ini ialah untuk:

- 1) Menyediakan membran polimer menggunakan *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* atau PAN sebagai ionopor
- 2) Membina elektrod penderia pemilih ion Cd(II)-ISE
- 3) Menentukan keadaan optimum elektrod Cd(II)-ISE
- 4) Membuat perbandingan terhadap kaedah spektrometer penyerapan atom (AAS)

## 1.3 Skop Kajian

Skop kajian menjurus kepada pembinaan Cd(II)-ISE untuk pengesanan kadmium di dalam sampel larutan. Sebuah litar pengukuran potensi yang terdiri daripada elektrod rujukan Ag/AgCl, Cd(II)-ISE dan alat pengukur potensi di bina. Elektrod Cd(II)-ISE yang di bina dicirikan oleh keupayaan membrannya. Membran pemilih ion yang dihasilkan menggunakan *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* atau PAN sebagai bahan aktif membran. Elektrod Cd(II)-ISE yang di bina akan diselenggarakan dengan elektrod rujukan Ag/AgCl untuk mendapatkan bacaan keupayaan elektrod. Sebelum elektrod



rujukan Ag/AgCl untuk mendapatkan bacaan keupayaan elektrod. Sebelum elektrod dapat digunakan, pengoptimuman Cd(II)-ISE dikaji terhadap parameter-parameter seperti pH, kepekatan, masa, had pengesanan, ion pengganggu dan jangka hayat elektrod. Terdapat dua lokasi yang di pilih sebagai sampel larutan bagi pengukuran kadmium iaitu kolam pengoksidaan Sekolah Sains dan Teknologi dan Sungai Likas. Bacaan yang diperoleh akan dibandingkan dengan bacaan yang diperolehi menggunakan kaedah spektrometer penyerapan atom (AAS) bagi menentukan tahap kejitian elektrod.



## BAB 2

### ULASAN LITERATUR

#### 2.1 Kadmium

Kadmium di temui oleh seorang ahli kimia berbangsa Jerman, Friedrich Strohmeyer pada tahun 1817 ketika beliau sedang mengkaji sampel *calamine* ( $ZnCO_3$ ). Ketika pemanasan, beliau mendapati sampel *calamine* berubah warna menjadi kuning. Selepas pemeriksaan lanjut, beliau mendapati *calamine* yang bertukar warna itu mengandungi elemen baru. Elemen tersebut diberi nama kadmium. Nama kadmium di ambil dari bahasa greek *kadmeia* bersempena dengan nama kuno bagi zink karbonat.

Secara fizikal, kadmium adalah berkilat, berwarna putih kebiruan, mulur dan mudah dilentur. Apabila terdedah kepada udara, logam ini akan kehilangan kilatnya. Kadmium larut di dalam asid tetapi tidak di dalam alkali. Logam ini mempunyai banyak persamaan sifat dengan logam zink (Eichenberger dan Chen.,1982) kecuali kadmium boleh menghasilkan lebih banyak kompleks berbanding zink. Di dalam jadual berkala, kadmium merupakan unsur peralihan yang berada pada kumpulan 2B(12) dan ditulis dengan simbol Cd (Silberberg,2003). Lazimnya, sifat logam



peralihan mempunyai banyak nombor pengoksidaan. Kadmium biasanya wujud dengan nombor pengoksidaan 2+. Nombor pengoksidaan lain bagi logam kadmium adalah jarang ditemui. Kadmium mempunyai nombor atom 48 dan nombor jisim 201.32 gmol<sup>-1</sup>. Sifat-sifat fizikal kadmium yang lainnya dinyatakan dalam Jadual 2.1.

**Jadual 2.1** Sifat-sifat fizikal bagi kadmium(Silberberg,2003)

Sifat fizikal	Kadmium
Ketumpatan (gcm <sup>-3</sup> )	8.65
Takat lebur (°C)	321
Takat didih (°C)	765

Kadmium merupakan elemen yang jarang ditemui, wujud dalam mineral CdS dan biasanya hadir dalam plumbum dan bijih zink sulfit. Seperti zink, kadmium selalunya hadir bersama sulfit (Eichenberger dan Chen,1982). Di kerak bumi, kadmium wujud pada kepekatan sederhana iaitu lebih kurang 0.2 µg/g dan biasanya hadir dalam tanah pada kepekatan 0.5 µg/g (Reeves dan Brooks,1978). Kadar kadmium dalam air semulajadi pula adalah rendah melainkan di dalam air aliran mineral sulfit. Punca kehadiran kadmium dalam air semulajadi adalah melalui bahan buangan baja fosfat, industri saduran besi, bateri, pigmen, lombong dan aloi (Wardak *et al.*,2003).

Kadmium adalah toksik kepada manusia dan hidupan lain. Ketoksidan ini boleh mengakibatkan keretakan tulang seperti wabak 'itai-itai' yang menular di Jepun (Reeves dan Brooks,1978). Selain itu, kesan jangka panjang keracunan kadmium juga



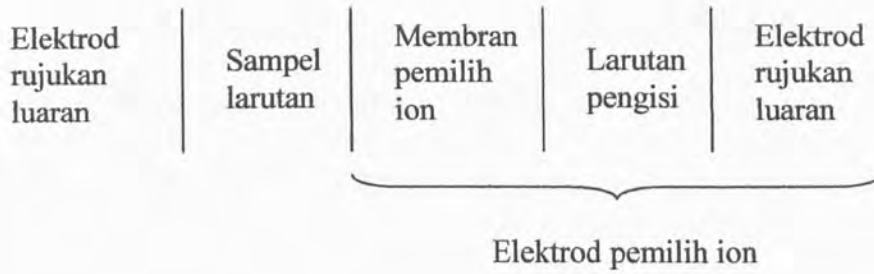
boleh menyebabkan kerosakan pada ginjal, hati dan darah. Kebolehan kadmium untuk melarut resap ke dalam tanah dan air bawah tanah mendatangkan mudarat kepada ekosistem dan mikroorganisma tanah. Meskipun begitu, kadmium masih digunakan dalam pelbagai industri seperti bateri, plastik, elektrosaduran dan produk-produk metalurgi.

Penentuan kadmium semakin penting kerana ketoksidannya (Wardak *et al.*,2004). Pelbagai kaedah yang boleh digunakan untuk mengesan logam ini seperti GFAAS, *flame atomic absorption spectrometry*, ET-AAS dan *stripping chronopotentiometry*. Akan tetapi, kaedah-kaedah ini menggunakan kos yang besar dan sukar diselenggarakan. Oleh itu, kaedah analisis berasaskan pengesan potensiometri seperti elektrod pemilih ion (ISE) merupakan alternatif kepada kaedah-kaedah ini.

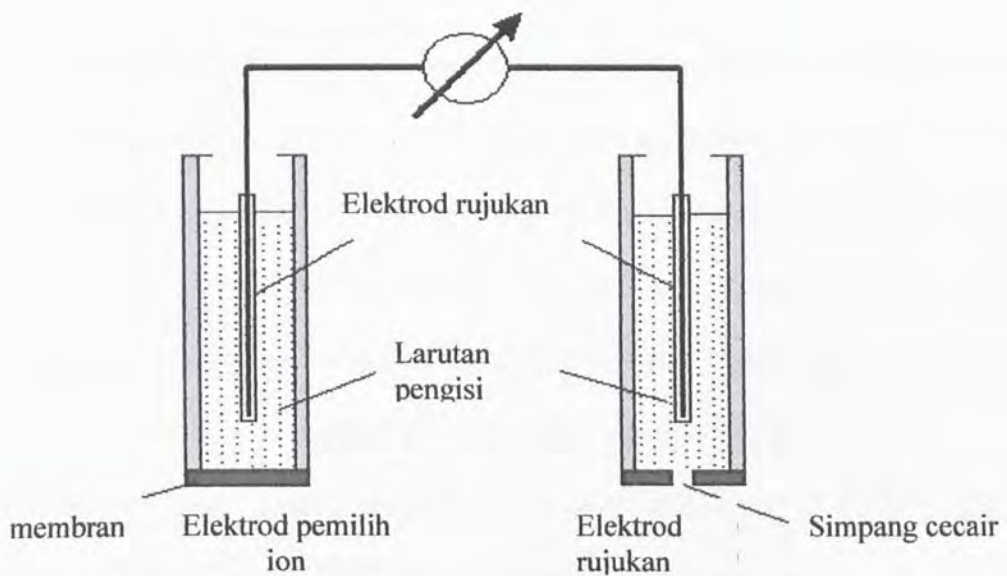
## 2.2 Elektrod Pemilih ion (ISE)

Elektrod pemilih ion (ISE) merupakan elektrod membran yang memberi respon kepada satu atau lebih spesis ion secara selektif (Hibbert,1993). ISE digunakan untuk pengesanan dan penentuan analit dalam pelbagai sampel larutan. Ia mudah disediakan dan berkos efektif (Al-Saraj *et al.*,2003). Secara asas, elektrod pemilih ion (ISE) merangkumi membran pemilih-ion, larutan pengisi dalaman dan elektrod rujukan dalaman (Izutsu,2002).





Susunan radas bagi pengukuran keupayaan elektrod pemilih ion di tunjukkan dalam Rajah 2.1.



**Rajah 2.1** Susunan radas bagi pengukuran keupayaan ISE

### 2.2.1 Membran

Membran merupakan lapisan yang mengandungi bahan separa telap (pepejal atau cecair) yang bertindak sebagai pengawal ketelapan. Di dalam ISE, membran

merupakan medium pemisah di antara komponen dalaman elektrod dan larutan ujian. Membran bagi sebuah elektrod pemilih ion bertanggungjawab ke atas respon keupayaan dan keselektifan elektrod keseluruhannya (Buck dan Lindner,1994). Komposisi sebuah membran terdiri daripada pemplastik, matriks polivinilklorida (PVC), garam lipofilik dan ionopor.

## 2.3 Komposisi membran

### 2.3.1 Pemplastik

Bahan pemplastik ditambah ke dalam membran untuk memberikan kekuatan dan sifat elastik terhadap membran plastik (Gupta et al.,2007). Pemplastik berperanan dalam mengawal had pengesanan, keselektifan dan kesensitifan elektrod pemilih ion (Gupta dan D'Arc,2000). Selain itu, pemplastik juga memberi pengaruh kepada pemalar dwielektrik fasa membran, pergerakan molekul ionopor serta ligan (Javanbakht *et al.*,2000). Antara contoh-contoh pemplastik yang sering digunakan ialah *dioctylphthalate* (DOP), *dibutylphthalate* (DBP), *tris(2-ethylhexyl) phosphate* (TEHP), *o-nitrophenyloctyl ether* (o-NPOE) dan *1-chloronaphthalene* (CN).

### 2.3.2 Polivinilklorida (PVC)

PVC merupakan bahan termoplastik yang kuat dimana ia mempunyai sifat fizikal dan elektrik yang baik (Bahadur dan Sastry,2002). Polivinilklorida (PVC) ditambah sebagai matriks kepada membran. Kehadiran PVC di dalam komposisi membran





## RUJUKAN

- Al-saraj, M., Saadch, 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.
- Bakker, E. dan Qin, Yu. 2006. Electrochemical sensors. *Analytical Chemistry* **78** (12), 3965-3984.
- Bahadur, P. dan Sastry, N.V. 2002. *Principles of Polymer Science*. Alpha Science International Ltd.U.K.
- Bricker, J., Daunert, S. dan 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 and applied chemistry* **66**(12), 2527-2536.
- Dos Santos, W.N.L., Costa, J.L.O., Araujo, R.G.O., De Jesus, D. dan Costa, A.C.S. 2005. An on-line pre-concentration system for determination of cadmium in drinking water using FAAS. *Journal of Hazardous Materials* **137**(3), 1357-1361.



- 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.
- Eugster, R., Gehrig, P.M., Morf, W.E., Spichiger, U.E. dan Simon, W. 1991. Selectivity-Modifying influence of anionic sites in neutral-carrier-based membrane electrodes. *Analytical Chemistry* **63** (20), 2285-2289.
- Gupta, V.K., Jain, A.K dan Kumar, P. 2006. PVC-based membranes of dicyclohexano-24-crown-8 as Cd(II) selective membrane. *Electrochimica acta* **52**, 736-741.
- Gupta, V.K., Singh, A.K. dan Gupta, B. 2007. Schiff bases as cadmium(II) selective ionophores in polymeric membrane electrodes. *Analytica Chimica Acta* **583**, 340-348.
- Gupta, V.K. dan D'Arc, M.J. 2000. Effect of concentration of ion exchanger, plasticizer and molecular weight of cyanocopolymers on selectivity and sensitivity of Cd(II) ion selective electrode. *Talanta* **52**, 1087-1103.
- Harvey, D., 2000. *Modern Analytical Chemistry International Edition 2000*. McGraw Hill, USA
- Hibbert, D.B. 1993. *Introduction to Electrochemistry*. MacMillan Press Ltd., Britain.



Izutsu, K. 2002. *Electrochemistry in Nonaqueous Solutions*. Wiley-VCH, Germany.

Javanbakht, M., Shabani-Kia, A., Darvich, M.R., Ganjali, M.R. dan Shamsipur, M. 2000. Cadmium(II)-selective membrane electrode based on a synthesized tetrol compound. *Analytica Chimica Acta* **408**, 75-81.

Mohd. Radzi Abas, Zainudin Arifin, Abdul Hamid Yahaya dan Hamid Abdul Hadi (ptjr.). 1990. *Analisis Beralatan*. Terjemahan. Dewan Bahasa dan Pustaka, Kuala Lumpur.

Pungor, E. 2001. The New Theory of Ion-Selective Electrodes. *Sensors* **1**, 1-12.

Reeves, R.D. dan Brooks, R.R. 1978. *Trace element analysis of geological materials*. John Wiley & Sons Inc., USA.

Rieger, P.H. 1994. *Electrochemistry*. Ed. Ke-2. Chapman & Hall Inc., USA.

Rodriguez, A.M., Gomez-Limon, D. dan Alguacil, F.J. 2005. Liquid-liquid extraction of cadmium(II) by Cyanex 9923 and its application to a solid-supported liquid membrane system. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* **80**. 967-972.



- Sawyer, D.T., Sobkowiak, A. dan Roberts Jr, J.L. 1995. *Electrochemistry for Chemists*. Ed. Ke-2. John Wiley & sons. New York.
- Shamsipur, M. dan Mashhadizadeh, H. 2001. Cadmium ion-selective electrode based on tetrathia-12-crown-4. *Talanta* **53**, 1065-1071.
- Silberberg, M.S. 2003. *Chemistry : The Molecular Nature of Matter and Change*. Ed. Ke-3. Mc Graw Hill, USA.
- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. dan Crouch, S.R. 2004. *Fundamentals of analytical chemistry*, Ed. Ke-8. Thomson Brooks/Cole, USA.
- Wang, J., 1994. *Analytical Electrochemistry*. VCH Publisher. Inc. New York.
- Wardak, C., Marczewska, B. dan Lenik, B. 2003. An ion-selective electrode with a polymeric membrane containing an active chelating substance. *Desalination* **163**, 69-75.
- Yu, X., Zhou, Z., Wang, Y., Xie, Q. Dan Xiao, D. 2006. Mercury(II)-selective polymeric membrane electrode based on the 3-[4-(dimethylamino)phenyl]-5-mercapto-1,5-diphenylpentanone. *Sensors and Actuators B chemicals* (sedang diterbitkan).

