

## **Membran Kitosan Terdop dengan Bromotimol Biru sebagai Bahan Penderia untuk Pengesanan Gas CO<sub>2</sub> Terlarut**

**Musa Ahmad dan Nur Mazidah Shahidan**

Pusat Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan, Fakulti Sains dan Teknologi  
Universiti Kebangsaan Malaysia, 43600 Bangi, Selangor Darul Ehsan.

**Abstrak** : Bahan penderia optik untuk pengesanan gas CO<sub>2</sub> terlarut telah disediakan dalam kajian ini dengan memegunkan penunjuk pH, bromotimol biru dalam membran kitosan. Hasil kajian menunjukkan bahawa bromotimol biru berjaya dipegunkan dalam membran kitosan dan memberikan rangsangan yang baik terhadap kehadiran gas CO<sub>2</sub>. Kelakuan penunjuk ini dalam larutan bebas dan larutan kitosan terhadap gas ini turut dikaji sebagai perbandingan. Dua parameter yang dikaji adalah kesan kepekatan gas CO<sub>2</sub> dan kebolehlulangan penunjuk. Bahan penderia ini didapati memberikan rangsangan yang berkadar dengan kepekatan gas CO<sub>2</sub>. Kebolehlulangan reagen dalam larutan bebas, larutan kitosan dan membran kitosan terhadap gas CO<sub>2</sub> walau bagaimanapun, agak tinggi iaitu dengan nilai peratus sisihan piawai relatif (RSD) 13.2%, 31.4% dan 53.4%, masing-masingnya.

**Abstract** : An optical sensing material for dissolved CO<sub>2</sub> gas detection was prepared in this study by immobilising a pH indicator, bromothymol blue, in a chitosan membrane. The results from this study showed that bromothymol blue was successfully immobilised in chitosan membrane and responded well to the presence of CO<sub>2</sub> gas. The response of the indicator in free solution and chitosan solution towards CO<sub>2</sub> gas was also studied for comparison. The two parameters studied were the effect of CO<sub>2</sub> gas concentration and the reproducibility of the indicator. The sensing material was found to produce a signal which was proportional to the CO<sub>2</sub> gas concentration. However, the reproducibility of the reagent in free solution, chitosan solution and chitosan membrane towards CO<sub>2</sub> gas was quite high with relative standard deviation (RSD) values of 13.2 %, 31.4 % and 53.4 %, respectively.

Received : 30.05.02; accepted : 12.04.03

### **Pengenalan**

Kitosan berasal daripada produk semula jadi iaitu kitin yang boleh didapati di dalam kulit udang. Kitin merupakan polimer terbiodegradasi yang mempunyai berat molekul tinggi dan tidak toksik. Kitin terhasil daripada rantai lurus kumpulan asetilglukosamina, manakala kitosan pula diperolehi dengan mengeluarkan kumpulan asetil (CH<sub>3</sub>-CO) untuk membolehkan molekul larut di dalam kebanyakan asid cair.

Sehingga kini terdapat banyak kaedah pemegunan yang telah dilaporkan dalam literatur. Ini termasuklah kaedah jerapan, tarikan elektrostatik, foto kimia, pemerangkapan sol-gel dan ikatan kovalen. Serra et al. [1] telah menggunakan Amberlite XAD 2 untuk memegunkan penunjuk pH fenol merah bagi memantau nilai pH air laut. Kuswandi dan Narayanaswamy [2] pula telah melaporkan kaedah pemegunan penunjuk pH menggunakan kaedah pemerangkapan membran polimer. Dalam kaedah tersebut, penunjuk pH dijerap terlebih dahulu pada permukaan XAD 4 dan kemudiannya disalut dengan polivinil klorida. Kaedah ini didapati dapat mengatasi masalah pelunturan penunjuk pH yang telah dipegunkan pada penyokong XAD 4.

Bacci et al. [3] telah memegunkan penunjuk bromotimol biru secara tarikan elektrostatik di atas penyokong polisterina bercas negatif. Pada tahun

1990, Moreno et al. [4] telah memegunkan penunjuk kresol merah di atas resin penukar ion Dowex 1-X10. Takai et al. [5] pula telah melaporkan satu kaedah lain dalam pemegunan secara tarikan elektrostatik di mana penunjuk pH dijerapkan di atas resin penukar ion dan kemudian diperangkap di dalam kopolimer organik. Pemegunan secara pengikatan kimia kovalen pula dilakukan dengan menghasilkan satu ikatan kovalen di antara reagen penunjuk dengan permukaan polimer seperti selulosa. Selulosa telah digunakan sebagai penyokong kepada penunjuk pH sejak dari tahun 1980an lagi [6]. Pada tahun 1997, Dybko et al. [7] telah menghasilkan membran selulosa yang mempunyai keliangan yang tinggi (75 % keliangan) dan menamakannya trek membran polimer. Keliangan yang tinggi meningkatkan amaun penunjuk pH yang dapat dipegunkan di atas penyokong dan seterusnya mengurangkan masa tindak balas.

Proses pemegunan secara fotokimia hanya bermula pada tahun 1991 apabila Barnard dan Walt [8] memperkenalkan teknik pempolimeranfoto bagi memegunkan penunjuk pH di atas permukaan gentian optik. Kajian terhadap proses pemegunan secara fotokimia ini kemudiannya diteruskan oleh sekumpulan penyelidik dari Amerika Syarikat [9-14]. Dalam kaedah tersebut, penunjuk pH dipegunkan pada hujung gentian optik dengan

mencelupkan hujung gentian optik itu ke dalam larutan polimer yang mengandungi campuran penunjuk pH. Pada tahun 1990, Zusman et al. [15] telah berjaya memegunkan penunjuk pH di dalam medium sol-gel. Kaedah ini telah digunakan secara meluas untuk memegunkan penunjuk pH kerana filem sol-gel memiliki beberapa kelebihan seperti kestabilan kimia dan foto yang tinggi, tahap lutsinar optik yang baik dan boleh digunakan untuk pemegunan penunjuk secara terus di atas kaca atau gentian silika. Kegunaan sol-gel dalam pembinaan penderia pH gentian optik telah dibincangkan oleh Lin dan Brown [16] serta Collison [17].

Objektif kajian ini adalah untuk menyediakan bahan penderia untuk pengesanan gas CO<sub>2</sub> dengan memegunkan reagen bromotimol biru di dalam membran kitosan. Kitosan dipilih sebagai matriks untuk pemegunan bromotimol biru kerana ia merupakan matriks yang lengai secara kimia, stabil di udara, merupakan polimer terbiodegradasi, selamat digunakan dan mudah diperolehi. Selain daripada itu, membran kitosan yang telah dipegunkan dengan bromotimol biru didapati bersifat lutcahaya dan membolehkannya dicirikan menggunakan spektrofotometer UL-Nampak. Penggunaan membran kitosan sebagai bahan penapis [18] dan bahan untuk prapemekatan [19] pernah dilaporkan. Baru-baru ini, membran kitosan dilaporkan digunakan sebagai matriks dalam penyediaan bahan penderia untuk pengesanan plumbum [20] dan kobalt [21]. Reagen bromotimol biru telah digunakan sebelum ini dalam penyediaan bahan penderia untuk pengesanan gas CO<sub>2</sub> [22] dan pengukuran pH dalam titratan asid-bes [23] dengan cara memegunkan reagen ini dalam filem sol-gel.

## Eksperimen

### *Penyediaan Larutan*

Larutan 1 % (v/v) asid asetik disediakan dengan memasukkan sebanyak 5 ml asid asetik glasial ke dalam kelalang isipadu 500 ml yang mengandungi sedikit air suling dan campuran dicairkan ke paras senggatan dengan air. Larutan kitosan 1% (w/v) disediakan dengan melarutkan 5.005 g kitosan ke dalam asid asetik glasial dan campuran dicairkan ke 500 ml isipadu dengan pelarut yang sama. Larutan dikacau dengan menggunakan pengacau magnet selama 24 jam bagi menghasilkan larutan yang homogen. Larutan bromotimol biru disediakan dengan menambahkan 0.2012 g serbuk bromotimol biru ke dalam 30 ml 0.1M NaOH. Larutan dicairkan ke isipadu 250 ml di dalam kelalang. Larutan bes 0.1M NaOH disediakan dengan melarutkan 1.0328 g pepejal NaOH di dalam air suling dan larutan dicairkan hingga ke paras senggatan kelalang isipadu 250 ml.

### *Peralatan*

Spektrofotometer UL- Nampak jenama Varian, model Cary 100 digunakan untuk pengukuran serapan. Untuk pengukuran serapan bagi membran

kitosan dengan reagen terpegun, aksesori gentian optik jenis transmisi yang dibekalkan bersama alat ini digunakan. Alat Meter pH model Cyberscan dan alat Trace Gas Mixer, masing-masingnya digunakan untuk pengukuran pH larutan dan untuk percampuran gas CO<sub>2</sub> dan N<sub>2</sub> bagi mendapatkan peratusan komposisi gas CO<sub>2</sub> yang berbeza.

### *Pemegunan Reagen Dalam Membran Kitosan*

Pemegunan reagen bromotimol biru dalam membran kitosan dilakukan dengan menambahkan 10 ml larutan bromotimol biru ke dalam 50 ml larutan kitosan. Campuran ini kemudiannya dituangkan ke dalam piring petri dan dikeringkan di dalam ketuhar pada suhu 30 °C selama 5 hari. Untuk tujuan pencirian, membran kitosan terpegun yang telah dikeringkan dipotong mengikut ukuran 50 mm × 25 mm.

### *Pencirian Penunjuk*

Spektrometer UL-Nampak digunakan untuk merakamkan spektrum serapan bromotimol biru pada julat panjang gelombang 350-700 nm. Gas CO<sub>2</sub> dialirkan pada kadar 5 ml minit<sup>-1</sup> untuk melihat rangsangan kehadiran gas ini terhadap bromotimol biru dalam keadaan larutan dan terpegun dalam membran kitosan.

Analisis kebolehulangan, yang merujuk kepada pengukuran yang dilakukan beberapa kali menggunakan sampel yang sama [24], dilakukan dalam kajian ini sebanyak 7 kali. Spektrum serapan bromotimol biru dirakamkan sebelum dan selepas gas CO<sub>2</sub> dialirkan. Dalam kajian ini gas CO<sub>2</sub> dialirkan pada kadar 5 ml minit<sup>-1</sup> selama 1 minit. Kesan kepekatan gas CO<sub>2</sub> berbeza terhadap rangsangan bromotimol biru dikaji dengan mengalirkan gas CO<sub>2</sub> dan gas N<sub>2</sub> ke dalam alat pencampur gas untuk mendapatkan gas CO<sub>2</sub> dengan kepekatan yang berbeza. Kepekatan CO<sub>2</sub> yang digunakan adalah 0 %, 25 %, 50 %, 75 % dan 100 %.

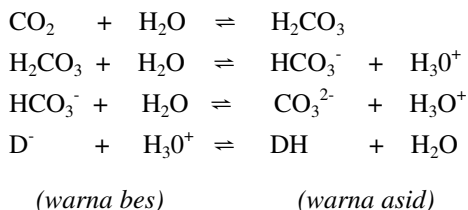
## Hasil dan Perbincangan

Selepas 5 hari pengeringan dalam ketuhar pada suhu 30 °C, larutan kitosan yang terdop dengan reagen bromotimol biru menghasilkan suatu membran kitosan yang lutcahaya. Sifat membran kitosan yang mikroliang ini membolehkan molekul bromotimol biru terperangkap di antara rantaian polimer glukosamina. Apabila dicelupkan dalam larutan NaOH, membran bertukar menjadi warna biru. Seterusnya apabila gas CO<sub>2</sub> dialirkan, warna membran kitosan bertukar menjadi warna kuning. Cerapan ini memberikan gambaran bahawa, membran kitosan yang didopkan dengan reagen bromotimol biru berpotensi untuk digunakan sebagai bahan penderia untuk pengesanan gas CO<sub>2</sub>.

### *Pencirian Bromotimol Biru Dalam Larutan Bebas*

Secara amnya kebanyakan reagen yang sensitif terhadap pH akan berubah warna apabila terdedah

kepada gas CO<sub>2</sub> [25]. Keseimbangan yang berlaku adalah berdasarkan persamaan berikut,

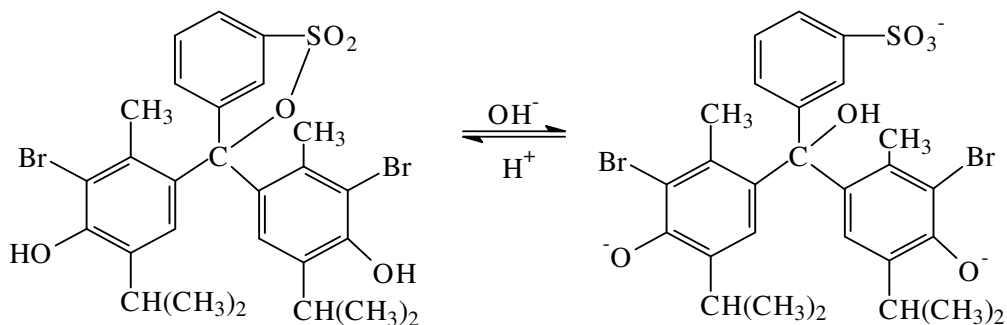


di mana D<sup>-</sup> dan DH masing-masingnya adalah spesies bes dan asid untuk penunjuk pH

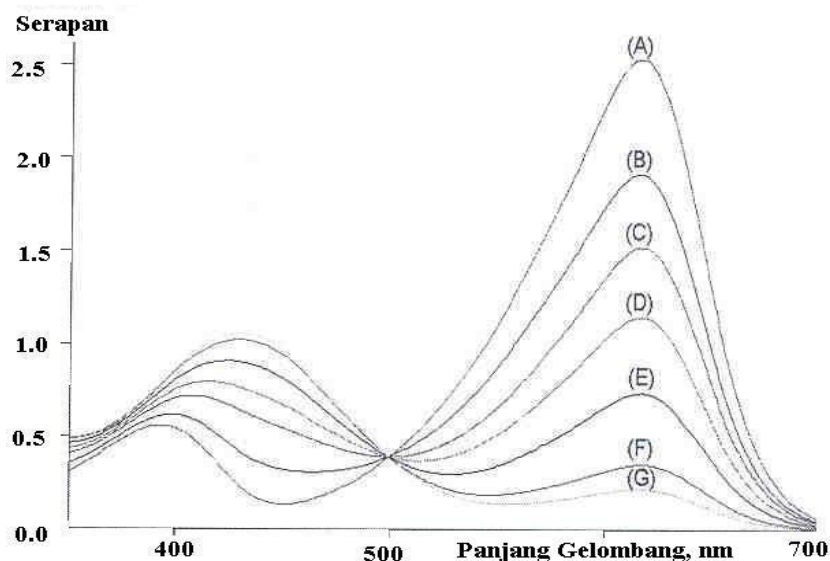
Untuk penunjuk bromotimol biru, ia memberikan warna biru dalam larutan bes manakala apabila gas CO<sub>2</sub> dialirkan, larutan menjadi bersifat asid dan menukarkan warna larutan bromotimol biru dari biru ke kuning. Rajah 1 menunjukkan keseimbangan kimia yang berlaku apabila penunjuk bromotimol biru bertukar warna dari warna asid ke bes dan sebaliknya. Rajah 2 menunjukkan spektrum serapan bagi reagen bromotimol biru pada julat panjang gelombang 350 – 700 nm apabila gas CO<sub>2</sub> dialirkan perlahan-lahan

pada tempoh masa tertentu. Seperti ditunjukkan, pengaliran gas CO<sub>2</sub> menyebabkan keamatan serapan pada λ<sub>maks</sub> 616 nm berkurangan manakala keamatan serapan pada λ<sub>maks</sub> 430 nm bertambah. Keadaan ini berlaku kerana apabila gas CO<sub>2</sub> dialirkan, asid karbonik akan terbentuk dan kepekatan ion hidroksonium meningkat. Oleh itu, serapan dalam medium bes didapati semakin menurun (λ<sub>maks</sub> 616 nm). Oleh kerana keasidan larutan meningkat, keamatan serapan pada λ<sub>maks</sub> 430 nm turut meningkat. Titik isobestik yang kelihatan pada sekitar panjang gelombang 500 nm menunjukkan berlakunya keseimbangan antara spesies asid dan bes bagi reagen bromotimol biru dalam larutan [26].

Untuk kajian keboleholangan, sebanyak 7 larutan bromotimol biru berbeza dengan kepekatan yang sama didedahkan kepada gas CO<sub>2</sub> dan serapan dirakamkan pada λ<sub>maks</sub> 616 nm sebelum dan selepas 1 minit gas CO<sub>2</sub> dialirkan. Nilai RSD yang dikira dari data keboleholangan ialah 13.2 %. Variasi ini adalah disebabkan oleh kesukaran untuk mendapatkan aliran gas yang sekata.



**Rajah 1 :** Keseimbangan Reagen Penunjuk pH dalam Larutan Asid dan Bes bagi Penunjuk Bromotimol Biru .



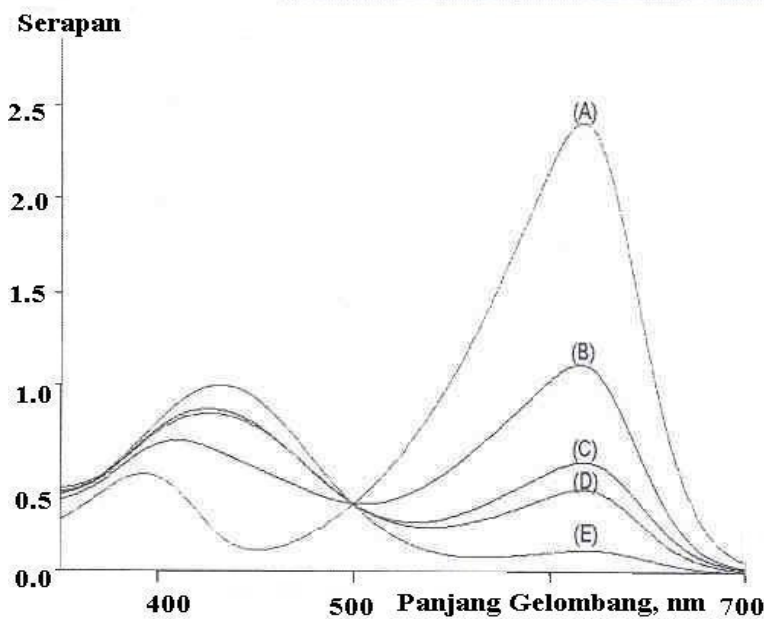
**Rajah 2 :** Spektrum Serapan Bromotimol Biru dalam Larutan Bebas Sebelum (A) dan Selepas Didedahkan Kepada Aliran Gas CO<sub>2</sub> Selama 0.5 Minit (B), 1.0 Minit (C), 1.5 Minit (D), 2.0 Minit (E), 2.5 Minit (F) dan 3.0 Minit (G)

Rajah 3 menunjukkan spektrum serapan untuk analisis kesan kepekatan gas CO<sub>2</sub> berbeza terhadap rangsangan bromotimol biru. Spektrum yang diperolehi menunjukkan keamatan serapan bromotimol biru semakin menurun apabila kepekatan gas CO<sub>2</sub> yang dialirkan semakin meningkat. Semakin tinggi kepekatan gas CO<sub>2</sub> yang dialirkan, semakin banyak asid karbonik akan terbentuk dan kepekatan ion hidroksonium semakin meningkat. Ini menyebabkan perubahan pH daripada medium bes kepada medium asid semakin ketara dan seterusnya menyebabkan penurunan serapan reagen bromotimol biru pada  $\lambda_{\text{maks}}$  616 nm.

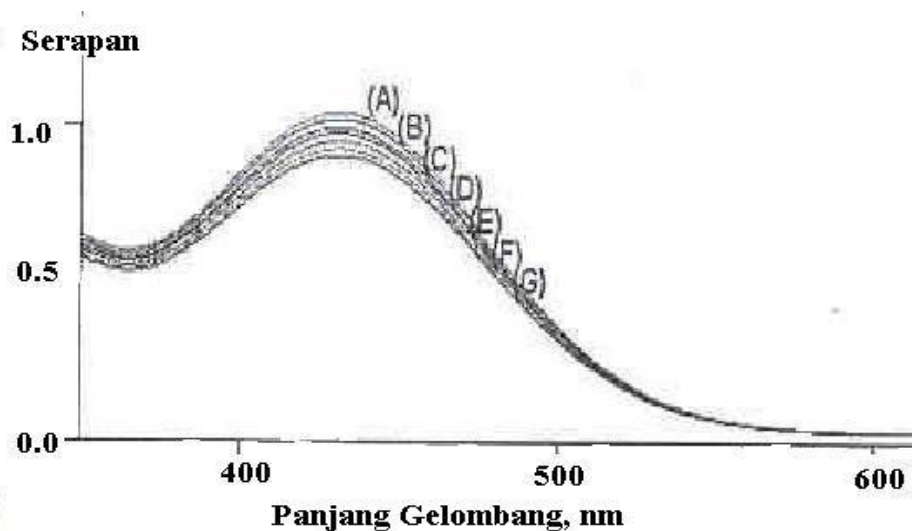
Keamatan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  430 nm sebaliknya meningkat kerana kepekatan spesies asid meningkat. Hasil yang diperolehi dalam kajian kesan kepekatan ini adalah menyamai seperti Rajah 2 apabila gas CO<sub>2</sub> pada kepekatan yang sama dialirkan secara berterusan kepada larutan bromotimol biru.

#### *Pencirian Bromotimol Biru Dalam Larutan Kitosan*

Rajah 4 menunjukkan spektrum serapan reagen bromotimol biru dalam larutan kitosan sebelum dan selepas gas CO<sub>2</sub> dialirkan selama 18 minit pada sela masa 3 minit. Berdasarkan



**Rajah 3 :** Spektrum Kesan Kepekatan Gas CO<sub>2</sub> Berbeza iaitu 0% (A), 25% (B), 50% (C), 75% (D) dan 100% (E) Terhadap Serapan Bromotimol Biru Dalam Larutan Bebas



**Rajah 4 :** Spektrum Serapan Bromotimol Biru Dalam Larutan Kitosan Sebelum (G) dan Selepas Didedahkan Kepada Gas CO<sub>2</sub> Selama 3 Minit (F), 6 Minit (E), 9 Minit (D), 12 Minit (C), 15 Minit (B) dan 18 Minit (A)

spektrum yang diperolehi, hanya serapan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  430 nm sahaja yang ditunjukkan manakala serapan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  616 nm tidak kelihatan. Keadaan ini berlaku kerana larutan kitosan adalah larutan berasid dan oleh itu hanya puncak serapan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  430 nm yang diperhatikan. Dengan pengaliran gas  $\text{CO}_2$ , keamatan serapan pada 430 nm bertambah kerana sifat keasidan larutan kitosan yang semakin bertambah apabila gas  $\text{CO}_2$  dialirkan. Selain daripada itu, kadar peningkatan keamatan serapan reagen bromotimol biru adalah kecil berbanding dalam larutan bebas (Rajah 2). Ini disebabkan oleh kehadiran molekul-molekul kitosan yang menyukarkan molekul-molekul bromotimol biru untuk berinteraksi dengan gas  $\text{CO}_2$ .

Analisis keboleholungan reagen bromotimol biru dalam larutan kitosan terhadap gas  $\text{CO}_2$  dilakukan untuk melihat sejauh mana reagen bromotimol biru yang telah digunakan, boleh digunakan semula untuk pengukuran gas  $\text{CO}_2$  yang seterusnya. Bacaan serapan diambil pada  $\lambda_{\text{maks}}$  430 nm sebelum dan selepas 5 minit gas  $\text{CO}_2$  dialirkan. Hasil yang diperolehi menunjukkan nilai peratus RSD bagi analisis keboleholungan reagen bromotimol biru dalam larutan kitosan ialah 31.4%. Nilai yang agak tinggi ini adalah disebabkan kesukaran untuk mendapatkan kadar aliran gas  $\text{CO}_2$  yang sekata dan kehomogenan larutan kitosan yang berbeza sedikit dari satu larutan ke larutan yang lain.

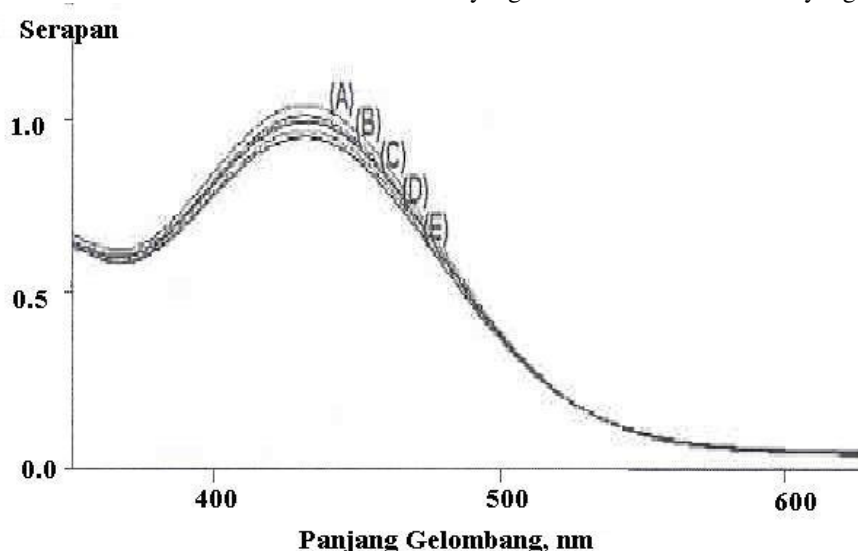
Rajah 5 menunjukkan spektrum serapan reagen bromotimol biru apabila peratus gas  $\text{CO}_2$  yang berbeza dialirkan ke dalam larutan kitosan. Apabila peratus kepekatan gas  $\text{CO}_2$  yang dialirkan meningkat, keamatan serapan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  430 nm akan meningkat pada kadar yang perlahan. Pemerhatian ini adalah menyamai pemerhatian apabila gas  $\text{CO}_2$  pada kadar yang tetap dialirkan secara berterusan kepada penunjuk bromotimol

biru dalam larutan kitosan (Rajah 4). Penjelasan yang sama seperti yang telah dibincangkan di atas dapat digunakan untuk menjelaskan pemerhatian yang sama yang diperolehi dalam kajian ini.

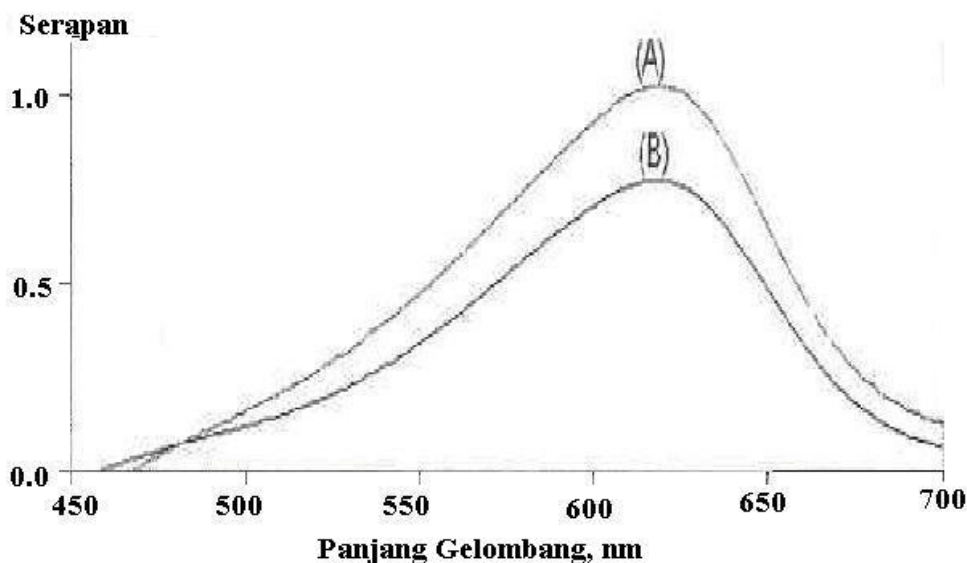
#### *Pencirian Bromotimol Biru Terdop Dalam Membran Kitosan*

Rajah 6 menunjukkan spektrum serapan reagen bromotimol biru dalam membran kitosan sebelum dan selepas 5 minit gas  $\text{CO}_2$  dialirkan. Serapan maksimum bromotimol biru dalam membran kitosan diperolehi pada panjang gelombang 619 nm. Titik isobestik yang kelihatan di sekitar 490 nm menunjukkan terdapat keseimbangan antara spesies asid dan spesies bes apabila gas  $\text{CO}_2$  dialirkan.

Nilai peratus RSD yang dikira dari data analisis keboleholungan yang diukur pada  $\lambda_{\text{maks}}$  619 nm ialah 53.4%. Variasi dalam bacaan serapan yang agak besar ini adalah disebabkan oleh taburan reagen bromotimol biru yang tidak sekata di dalam setiap membran kitosan yang disediakan. Oleh kerana kajian keboleholungan dilakukan menggunakan membran kitosan yang berbeza setiap kali pengukuran dilakukan, taburan reagen bromotimol biru yang tidak sekata di atas setiap membran akan menyebabkan keamatan serapan yang diperolehi berbeza dari satu membran ke membran yang lain, walaupun kepekatan gas  $\text{CO}_2$  yang sama dialirkan. Masalah lain yang menyumbang kepada nilai RSD yang tinggi ini adalah kesukaran mengukur kadar alir gas  $\text{CO}_2$  yang menyebabkan kepekatan  $\text{CO}_2$  yang sampai ke bahan penderia berbeza sedikit. Dalam kajian ini, alat Trace Gas Mixer hanya membuat bandingan relatif antara kadar alir gas  $\text{CO}_2$  dan gas  $\text{N}_2$  untuk mendapatkan komposisi gas  $\text{CO}_2$  yang berbeza. Oleh kerana aliran gas yang digunakan agak perlahan, adalah agak sukar untuk memastikan kadar aliran kedua-dua gas berkenaan tetap pada nilai yang dikehendaki. Nilai RSD yang tinggi ini



**Rajah 5 :** Spektrum Kesan Kepekatan Gas  $\text{CO}_2$  berbeza iaitu 100% (A), 75% (B), 50% (C), 25% (D) dan 0% (E) terhadap Serapan Bromotimol Biru dalam Larutan Kitosan

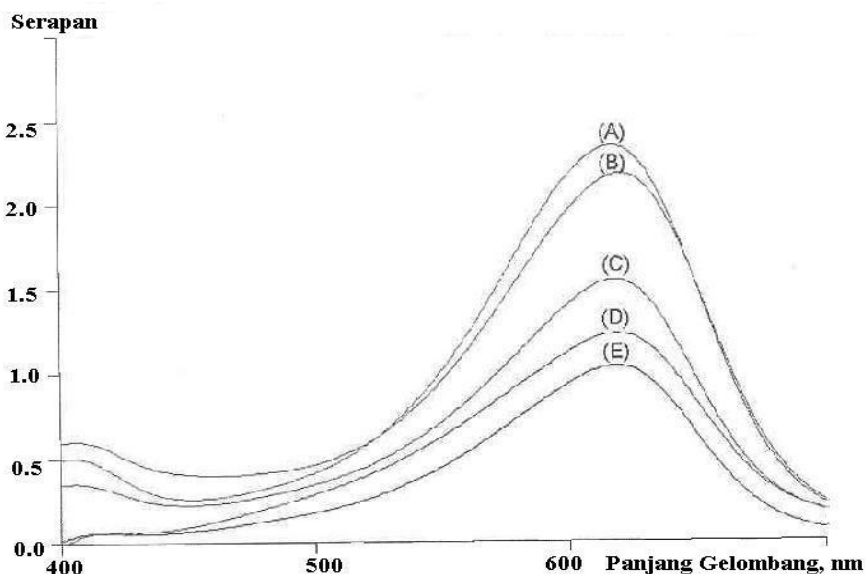


Rajah 6 : Spektrum Serapan Bromotimol Biru tanpa (A) dan dengan kehadiran Gas CO<sub>2</sub> (B) dalam Membran Kitosan

boleh diperbaiki sekiranya taburan reagen di dalam membran kitosan sekata. Ini boleh dilakukan dengan mengacau campuran larutan kitosan dan reagen dalam piring petri secara berterusan sehinggalah membran kitosan terbentuk. Walau bagaimanapun, ini agak sukar dilakukan kerana pembentukan membran kitosan mengambil masa yang agak lama (5 hari) dan memerlukan pemanasan dalam ketuhar secara berterusan. Kaedah lain yang difikirkan dapat mengurangkan nilai RSD adalah dengan menggunakan membran kitosan yang sama setiap kali pengesanan gas CO<sub>2</sub> dilakukan. Kaedah ini akan dapat mengurangkan ralat disebabkan variasi antara membran kitosan

dan oleh itu berupaya memperbaiki nilai RSD.

Kajian oleh Musa dan Azeane [27] turut melaporkan bahawa nilai RSD untuk analisis kebolehdulangan reagen bromotimol biru terpegun dalam filem sol-gel adalah lebih besar berbanding nilai RSD untuk kajian kebolehdulangan dalam larutan bebas iaitu 5.23 % dan 1.05 %, masing-masingnya. Nilai RSD kebolehdulangan filem sol-gel yang rendah (5.23 %) diperolehi kerana filem sol-gel yang sama digunakan untuk kajian kebolehdulangan manakala dalam kajian ini, membran kitosan yang berbeza digunakan. Selain daripada itu filem sol-gel disediakan dengan mencelupkan penyokong ke dalam larutan sol-gel



Rajah 7 : Spektrum Kesan Kepekatan Gas CO<sub>2</sub> Berbeza iaitu 0% (A), 25% (B), 50% (C), 75% (D) Dan 100% (E) Terhadap Serapan Reagen Bromotimol Biru Dalam Membran Kitosan

yang homogen dan mengambil hanya beberapa minit untuk kering sebelum digunakan. Seperti yang telah dibincangkan, penyediaan membran kitosan mengambil masa selama 5 hari dan tanpa pengacauan dilakukan, taburan reagen di atas membran kitosan menjadi tidak sekata. Membandingkan masa rangsangan untuk reagen bromotimol biru yang dipegunkan dalam membran kitosan dan filem sol-gel, membran kitosan didapati memberikan masa rangsangan yang lebih lama. Ini kerana membran kitosan adalah lebih tebal berbanding filem sol-gel dan oleh itu gas akan mengambil masa yang lebih lama untuk meresap masuk dan seterusnya bertindak balas dengan reagen terpegun. Reagen yang terpegun dalam membran kitosan walau bagaimanapun, memberikan keamatan isyarat yang lebih tinggi berbanding filem sol-gel jika kepekatan gas CO<sub>2</sub> yang sama dialirkan kerana kuantiti reagen yang dapat dipegunkan dalam membran kitosan adalah lebih banyak berbanding filem sol-gel.

Rajah 7 menunjukkan spektrum serapan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  619 nm apabila reagen bromotimol biru yang terpegun dalam membran kitosan didedahkan kepada gas CO<sub>2</sub> pada kepekatan yang berbeza. Kepekatan gas yang lebih tinggi didapati menyebabkan penurunan serapan yang lebih banyak. Seperti yang telah dibincangkan sebelum ini, kepekatan gas CO<sub>2</sub> yang tinggi menyebabkan keseimbangan kimia mengarah kepada pembentukan lebih banyak spesies asid dan seterusnya menyebabkan kepekatan spesies bes ( $\lambda_{\text{maks}}$  619 nm) semakin berkurangan. Musa et al. [28] turut melaporkan tren keputusan yang sama apabila kompleks ruthenium didedahkan kepada gas O<sub>2</sub> pada kepekatan yang berbeza.

### Kesimpulan

Reagen bromotimol biru telah berjaya dipegunkan ke dalam membran kitosan tanpa mengubah banyak sifat kimia dan sifat optik asalnya. Hasil kajian menunjukkan membran kitosan terdop dengan reagen bromotimol biru berpotensi digunakan untuk mengesan kehadiran gas CO<sub>2</sub>. Walau bagaimanapun, kebolehlugan reagen dalam larutan bebas, larutan kitosan dan membran kitosan terhadap gas CO<sub>2</sub> masih perlu diperbaiki lagi kerana peratus RSD yang diperolehi adalah tinggi, iaitu 13.2%, 31.4% dan 53.4% masing-masingnya.

### Penghargaan

Penyelidik ingin merakamkan penghargaan kepada Kementerian Sains, Teknologi & Alam Sekitar kerana sumbangan geran penyelidikan IRPA 03-02-02-0044 untuk kajian ini.

### Rujukan

1. Serra, G. Schirone, A. & Bonifarti, R. (1990) Fiber-optic pH sensor for sea water

- monitoring using a single dye. *Anal. Chim. Acta.* **232**: 337-344.
2. Kuswandi, B. & Narayanaswamy, R. (1999) Polymeric encapsulated membrane for optrodes, *Fresenius J. Anal. Chem.* **364**: 605.
3. Bacci, M. Baldini, F. & Scheggi, A. M. (1988) Spectrophotometric investigations on immobilized acid-base indicators. *Anal. Chim. Acta.* **207**: 343.
4. Moreno, M. C. Jimenez, M. Conde, C. P. & Camara, C. (1990) Analytical performance of an optical pH sensor for acid-base titration. *Anal. Chim. Acta.* **230**: 35-40.
5. Takai, N. Hirai, T. Sakuma, I. Fukui, Y. Kaneko, A. & Fujie, T. (1993) Development of an optical-fibre sensor using a functional membrane, *Sens. Actuators B.* **13**(1-3): 427.
6. Seitz, W. R. (1988) Chemical sensors based on immobilized indicators and fiber optics. *Crit. Rev. Anal. Chem.* **19**: 135.
7. Dybko, A. Wroblewski, W. Maciejewski, J. Romaniuk, R. & Brzozka, Z. (1997) Novel matrix for fibre optic chemical sensors made of particle track polymer. *Sens. Actuators B.* **38-39**: 207.
8. Barnard, S. M & Walt, D. R. (1991) Fiber-optic chemical sensor with discrete sensing sites. *Nature.* **353**: 338.
9. Bronk, K. S. Michael, K. L. Pantano, P. & Walt, D. R. (1995) Combined imaging and chemical sensing using a single optical imaging fiber. *Anal. Chem.* **67**: 2750.
10. Bronk, K. S. & Walt, D. R. (1994) Fabrication of patterned sensor arrays with aryl azides on a polymer-coated imaging optical fibre bundle. *Anal. Chem.* **66**: 3519.
11. Ferguson, J. A. Healey, B. G. Bronk, K. S. Barnard, S. M. & Walt, D. R. (1997). Fast temporal response fiber optic chemical sensor based on the photodeposition of micrometer-scale polymer arrays. *Anal. Chem.* **69**: 2123.
12. Healey, B. G. & Walt, D. R. (1997) Fast temporal response fiber optic chemical sensor based on the photodeposition of micrometer-scale polymer arrays. *Anal. Chem.* **69**: 2213.
13. Pantano, P. & Walt, D. R. (1995) Analytical applications of optical imaging fibers. *Anal. Chem.* **67**: 481A-487A.
14. Panova, P. Pantano, P. & Walt, D. R. (1997) In situ fluorescence imaging of localized corrosion with a pH-sensitive imaging fiber. *Anal. Chem.* **67**: 1635.
15. Zusman, R. Rottman, Ottolenghi, M. & Avnir, D. (1990) Doped sol-gel glasses as chemical sensor. *J. Non-Cryst. Solids.* **122**: 107-109.
16. Lin, J. & Brown, C. W. (1997) Sol-gel glass as a matrix for chemical and biochemical sensing. *Trends Anal. Chem.* **16** (4): 200-211.
17. Collison, M. M. (1999) Sol-gel strategies for the preparation of the selective materials for

- the chemical analysis. *Crit. Rev. Anal. Chem.* **29**(4): 289-311.
18. Juang R.S. & Shiau R.C. (2000) Metal Removal from Aqueous Solution Using Chitosan Enhanced Membrane Filtration, *J. Membr. Sci.*, **165**(2), 159-167.
  19. Kaminski W. & Zofia M. (1997) Application of Chitosan Membranes in Separation of Heavy Metal Ion, *Separat. Sci. Technol.*, **32**(16), 2659 – 2668.
  20. Azah N.Y. & Musa A. (2002) A Flow Cell Optosensor for Lead Based on Immobilised Galloycyanin in Chitosan Membrane, *Talanta*, **58**(3), 459 -466.
  21. Azah N.Y. & Musa A. (2002) A Flow Cell Optosensor for Determination of Co(II) Based on Immobilised 2-4-(pyridylazo)resorcinol in chitosan membrane by Using Stopped Flow, Flow Injection Analysis, *Sens. Actuators B*, **86**(2-3), 127 - 133.
  22. Musa A. & Liew M. S. (1997) Doping of Bromotymol Blue onto Glass Matrices Prepared by Sol-Gel Technique Using Silica Oxide, Aluminium Oxide and Magnesium Oxide as Starting Materials, *Malay. J. Anal. Sci.*, **3**(2), 281-288.
  23. Musa A. & Tan T.W. (2001) Optical pH Sensing Material Prepared From Doped Sol-Gel Film for Use in Acid-Base Titration, *ASEAN J. Sci. Technol. for Develop.*, **18**(2), 37-43.
  24. Alabbas S.H., Ashworth D.C. & Narayanaswamy R. (1989) Fibre Optic for Chemical Sensing, *Anal. Proc.* **26**, 373-378.
  25. Ming F.C. & Hawkins P. (1995) A Novel Oxygen and/or Carbon Dioxide Sensitive Optical Transducer, *Talanta*, **42**(3), 483-492.
  26. Puschett J.B. & Rao B.S. (1991) Indicator Characteristic of Bromothymol Blue Derivatives, *Talanta*, **38**(3), 335-338.
  27. Musa A. & Azeanee S.S.A. (2001) Bahan Penderia Optik Untuk Pengesanan CO<sub>2</sub> Menggunakan Bromotimol Biru Terpegun Dalam Filem Sol-Gel, *J. Inst. Mat. Malay.*, **2**(1), 47-58.
  28. Musa A., Norezuny M. & Jariah A. (2001) Sensing Material for O<sub>2</sub> Gas Prepared by Doping Sol-Gel Film With Tris (2,2-Bipyridyl)Dichlororuthenium Complex, *J. Non-Cryst. Solids*, **290**(1), 86-91.