

## Keluli Tahan Karat SS304L Terubahsuai Permukaan untuk Sensor Elektrokimia Mikrob dalam Pemantauan Semasa Kualiti Air (Surface Modified SS304L Stainless Steel for Microbial Electrochemical Sensors in Real Time Monitoring of Water Quality)

Farah Syakinah Md Sokor<sup>a</sup>, Ryan Yow Zhong Yeo<sup>b</sup>, Manal Ismail<sup>a\*</sup> & Swee Su Lim<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Jabatan Kejuruteraan Kimia dan Proses, Fakulti Kejuruteraan & Alam Bina, Universiti Kebangsaan Malaysia, Malaysia

<sup>b</sup>Fuel Cell Institute, Universiti Kebangsaan Malaysia, Bangi, Selangor, Malaysia

\*Corresponding author: [manal@ukm.edu.my](mailto:manal@ukm.edu.my)

Received 16 April 2024, Received in revised form 30 August 2024  
Accepted 19 September 2024, Available online 30 November 2024

### ABSTRAK

Sensor elektrokimia mikrob (MES), diklasifikasikan sebagai biosensor elektrokimia berkuasa sendiri dan biofilem elektrod yang digunakan sebagai sensor. Teknik konvensional seperti kromatografi ion (IC), kromatografi cecair prestasi tinggi (HPLC), dan permintaan oksigen kimia (COD) memerlukan peralatan yang besar, mahal dan juga tidak mudah alih. Dengan itu, MES telah menarik banyak perhatian atas sebab kelebihanannya yang berkos rendah, operasi yang mudah dan mudah alih. Bahan keluli tahan karat (SS404L) banyak digunakan dalam pelbagai aplikasi tetapi mempunyai sifat biokompabiliti yang lebih rendah berbanding bahan karbon dalam penggunaan sebagai anod. MES ini dibina dengan menggunakan elektrod yang telah diubahsuai seperti penurunan elektrokimia, penyalutan karbon, pengoksidaan terma dan penyalutan grafin. Stok medium nutrien akan disuapkan secara berkala setiap hari untuk mengkayakan mikro elektroaktif dan mengekalkan prestasi biosensor pada tahap yang stabil. Sampel diambil dan dianalisis ketika ujikaji bahan pencemar bagi menentukan nilai pH, konduktiviti, IC dan COD. Nilai-nilai parameter ini dikaitkan dengan data isyarat MES bagi menentukan prestasi setiap biosensor dari segi kadar tindak balas. Analisis FESEM-EDX serta RAMAN menunjukkan peningkatan unsur O dari 2.4% kepada 19.9% bagi pengoksidaan terma. Bagi penyalutan karbon dan grafin, peningkatan unsur karbon dari 4.1-9.1% kepada 48.4-78.6%. Penyalutan karbon menunjukkan nilai  $R^2$  iaitu 0.7023 bagi ujian menggunakan 4-nitrofenol. Manakala bagi kalium nitrat, penyalutan grafin menunjukkan nilai  $R^2$  iaitu 0.8785 yang paling tinggi. Nilai  $R^2$  yang lebih tinggi menunjukkan hubungan yang lebih kuat dan menunjukkan prestasi yang lebih baik dalam pengubahsuaian elektrod dalam MES. Dengan ini, kepentingan hasil MES dalam pemantauan kualiti air dapat difahami dan digunakan secara lebih efektif.

**Kata kunci:** Sensor elektrokimia mikrob; keluli tahan karat SS304L; pengubahsuaian permukaan; pengoksidaan terma; penyalutan karbon

### ABSTRACT

Microbial Electrochemical Sensor (MES) is classified as a self-powered electrochemical biosensor and utilising biofilm electrode used as a sensor. Conventional techniques such as ion chromatography (IC), high-performance liquid chromatography (HPLC), and chemical oxygen demand (COD) require large, expensive, and non-portable equipment. Therefore, MES has gained significant attention due to its advantages, including low cost, easy operation, and portability. Stainless steel (SS404L) is widely used in various applications but exhibits lower biocompatibility compared to carbon-based materials when used as an anode. This MES is constructed using modified electrodes through techniques such as carbon coating, electrochemical reduction, flame oxidation, and graphene coating. A nutrient medium stock is

periodically supplied daily to enrich the electroactive microbes and maintain the biosensor's performance at a stable level. Samples are collected and analyzed during pollutant testing to determine pH, conductivity, IC, and COD values. These parameter values are correlated with MES signal data to assess each biosensor's performance in terms of reaction rate. FESEM-EDX and RAMAN analysis indicated an increase in O content from 2.4% to 19.9% for flame oxidation. For carbon and graphene coatings, carbon content increased from 4.1-9.1% to 48.4-78.6%. The carbon coating exhibited an  $R^2$  value of 0.7023 for tests using 4-nitrophenol. Meanwhile, for potassium nitrate, the graphene coating demonstrated the highest  $R^2$  value of 0.8785. A higher  $R^2$  value indicates a stronger correlation and suggests better performance in electrode modification within MES. This highlights the significance of MES results in water quality monitoring, which can be understood and applied more effectively.

**Keywords:** Microbial Electrochemical sensor; surface modification; flame oxidation; carbon powder coating; stainless steel SS304L

## PENGENALAN

Air merupakan bahagian yang penting bagi semua makhluk hidup di bumi di mana setiap hidupan bergantung kepada air bagi memastikan kesinambungan kehidupan di bumi. Aktiviti manusia seperti pemakanan, pernafasan, peredaran, perkumuhan dan pembiakan memerlukan air bagi menyokong kehidupan dan kemakmuran. Permintaan air yang bersih meningkat dengan pesat seiring dengan perkembangan populasi serta ekonomi manusia. Kekurangan air akan menyebabkan pengurangan biodiversiti dalam ekosistem akuatik dan daratan serta mengancam bekalan makanan manusia (Kılıç 2020).

Sejak kebelakangan ini, 71% daripada penduduk dunia yang bersamaan dengan 4.3 bilion menghadapi masalah kekurangan air. Pencemaran air daripada aktiviti antropogenik seperti pembinaan, perindustrian, dan perniagaan menjadi punca utama kekurangan air yang mengganggu biodiversiti marin. Ciri-ciri air yang tercemar

terdiri daripada kehadiran fizikal, parameter kimia dan biologi (Hui et al. 2022). Sebagai contoh, pada musim panas tahun 2019 di Norway berhadapan dengan peristiwa tragis dimana lebih daripada 2000 orang jatuh sakit dan 60 daripadanya dirawat di hospital manakala dua orang meninggal dunia akibat wabak *Campylobacter* dan *Escherichia Coli* (*E.Coli*) yang terdapat dalam air minuman (Yaroshenko et al. 2020).

Sensor kualiti air amat penting dalam memastikan kawasan bandar dan luar bandar mempunyai akses kepada air minuman. Ianya juga digunakan di kawasan pertanian, tapak tentera, dan rawatan air sisa industri serta bandar untuk kawalan alam sekitar. Penggunaan sensor membolehkan pengesanan dan tindakan pemulihan dengan pantas untuk mencegah kerosakan alam sekitar secara meluas (Kruse 2018). Sensor merupakan sistem amaran awal yang terdiri daripada teknologi instrumen pemantauan dengan keupayaan menganalisis dan menafsirkan keputusan secara waktu nyata. Ianya memberikan tindak balas yang cepat, merangkumi pelbagai pencemar yang dapat dikesan, kos yang berpatutan, berfungsi secara

berterusan, dan beroperasi pada jarak jauh (Raich Jordi 2013).

Prosedur berasaskan makmal atau teknik konvensional seperti kromatografi gas (GC), kromatografi cecair prestasi tinggi (HPLC), spektroskopi serapan atom (AAS), dan spektrometri fluoresens atom (AFS) adalah peka, tepat, dan konsisten. Teknik ini dijalankan dengan bantuan operator terlatih bagi mengukur parameter air. Walaubagaimanapun, ianya memerlukan peralatan yang besar serta mahal, tempoh masa yang lama, dan tidak dapat menilai toksisiti atau nutrien dalam air (Hui et al. 2022). Ciri-ciri ini mendorong kepada pembangunan teknologi baharu yang lebih berpatutan, sensitif dan cekap dalam pengesanan bahan pencemar pada masa nyata.

Pembangunan biosensor elektrokimia untuk pengesanan pencemaran alam sekitar telah menarik banyak perhatian baru-baru ini. Biosensor mempunyai pelbagai kelebihan berbanding teknik konvensional seperti kos rendah, kurang penggunaan reagen, cepat bertindak balas dan berupaya untuk memantau secara berterusan. Biosensor mempunyai rangkaian yang luas termasuk biosensor DNA, biosensor enzimatik, immunosensor, dan sensor elektrokimia mikrob (*Microbial Electrochemical Sensor* - MES) yang menggunakan elemen pengecaman biologi. (Hui et al. 2022). Teknologi elektrokimia mikrob (MET) menggunakan mikroorganisma untuk menghasilkan tenaga elektrik daripada substrat organik yang boleh dilaksanakan dengan cara yang mudah dan berkos rendah (Chu et al. 2021).

Sensor elektrokimia mikrob (MES) merupakan salah satu MET, umumnya diklasifikasikan sebagai biosensor elektrokimia berkuasa sendiri yang berasaskan sel fuel dan biofilem elektrod yang digunakan sebagai sensor. Terdapat beberapa kelebihan MES berbanding teknik konvensional (IC, HPLC, COD) seperti menjana isyarat elektrik secara langsung tanpa transduser tambahan, pemantauan dalam talian secara waktu nyata, kos rendah, berkuasa sendiri seperti sel fuel, dan operasi serta penyelenggaraan yang mudah menjadikannya lebih praktikal untuk penggunaan lapangan. Disebabkan kelebihan ini, sensor elektrokimia mikrob telah menarik banyak perhatian (Chu et al. 2021).

Dalam MES, anod mengumpul elektron melalui aktiviti mikroorganisma elektroaktif. Elektron-elektron ini kemudiannya mengalir ke katod melalui litar luar, yang menghasilkan arus elektrik (Simoska et al. 2021). Peranan mikroorganisma elektroaktif dalam

prestasi MES adalah untuk mengumpulkan elektron yang diperlukan untuk menghasilkan arus elektrik.

Kekakisan elektrod dalam MES menyebabkan prestasi penjana elektrik terbatas dan memberi kesan pada ketepatan isyarat yang dihasilkan. Elektrod menjadi salah satu elemen yang penting dalam penyelidikan elektrokimia. Bahan keluli tahan karat SS404L dipilih sebagai elektrod dalam kajian ini kerana ia merupakan bahan yang kos rendah dan banyak digunakan dalam pelbagai aplikasi. SS404L juga mempunyai kekonduksian yang tinggi, kekuatan mekanikal yang tinggi dan mempunyai rintangan yang tinggi terhadap kakisan berbanding dengan bahan dari karbon. Oleh itu, SS terbukti dapat menjadi salah satu pesaing yang sesuai dalam penggunaan sebagai bahan elektrod pada MES (Yow Zhong Yeo et al. 2023).

Walaupun, prestasi SS404L dalam aplikasi MES kurang mendapat perhatian kerana sifatnya rendah biokompatibiliti berbanding bahan karbon menjadikan ianya halangan utama sebagai anod dalam MES (Ivase et al. 2020). Oleh itu, pengubahsuaian permukaan elektrod dilakukan bagi mengatasi isu ini. Teknik pengubahsuaian permukaan yang digunakan untuk meningkatkan prestasi elektrod dalam kajian ini termasuk penurunan elektrokimia, penyalutan karbon, pengoksidaan terma, dan penyalutan grafin. Teknik ini dapat meningkatkan unsur oksigen dan karbon bagi mengatasi masalah biokompatibiliti serta kakisan pada elektrod (Emerson 2018).

Pengoksidaan nyala api pada permukaan kain gentian SS pernah dilakukan pada dekad yang lalu. Lapisan oksida besi yang terbentuk secara in-situ semasa proses rawatan haba meningkatkan pembentukan biofilem pada permukaan kain gentian SS lalu pengaliran arus juga meningkat (Abbas et al. 2021) Kaedah lain bagi pengubahsuaian permukaan elektrod adalah elektrod berlapis dengan serbuk karbon. Kajian terdahulu yang menguji pemangkin berasaskan karbon pada elektrod SS dapat mengatasi biokompatibiliti yang rendah. Bahan yang berasaskan karbon mempunyai kepekaan yang sangat baik, malah kain gentian SS yang diubahsuai dengan serbuk karbon hitam telah mencapai kepadatan arus tiga kali tinggi (Zheng et al. 2015)

Bahan karbon sering digunakan sebagai elektrod dalam MES kerana berkos rendah, biokompatibiliti dan tahan karat. Walaupun, kekuatan mekanikal yang rendah dan kerintangan yang agak tinggi pada elektrod berasaskan karbon menjadi salah satu kelemahannya. Ini akan menyebabkan elektrod berasaskan karbon menjadi rapuh dan mudah rosak. Oleh itu, pengubahsuaian permukaan elektrod keluli tahan karat SS304L melalui teknik lapisan serbuk

karbon dan pengoksidaan dikaji didalam kajian ini. Nutrien yang digunakan untuk mengkayakan mikro elektroaktif ialah stok medium nutrien yang mengandungi 0.250 M natrium asetat dan 0.125 M amonium klorida. Nutrien ini perlu disuapkan secara berkala setiap hari untuk mengekalkan prestasi biosensor pada tahap yang stabil.

Kemudian, keberkesanan elektrod yang telah diubahsuai dilihat apabila terdapat kehadiran bahan pencemar dengan menganalisis sampel dengan melihat parameter pH, konduktiviti, kromatografi ion (IC), dan permintaan kimia oksigen (COD). Nilai-nilai parameter ini digunakan untuk menentukan prestasi setiap biosensor dari segi kadar tindak balas. Manakala nilai  $R^2$  yang diperolehi menunjukkan hubungan antara COD dan ketumpatan arus, yang menunjukkan prestasi pengubahsuaian elektrod dalam MES.

## METODOLOGI

### PENGUBAHSUAIAN PERMUKAAN

Terdapat empat sampel elektrod yang di bandingkan bagi melihat keberkesanan pengubahsuaian permukaan elektrod. Sampel tersebut adalah elektrod penurunan elektrokimia, elektrod berlapis serbuk karbon, elektrod pengoksidaan terma, dan elektrod berlapis grafin. Bagi penurunan elektrokimia, permukaan kepingan elektrod akan di rendam dalam elektrolit HCl (0.05M). Kemudian dibekalkan voltan 5V antara anod dan katod selama 15 minit dan dibasuh dengan air teryahion dan dikeringkan dalam ketuhar pada suhu 95°C semalaman. Sampel kedua iaitu berlapis serbuk karbon, permukaan elektrod yang telah dibersihkan dengan kertas pasir dilapis dengan serbuk karbon melalui penyerapan semburan. Serbuk karbon disediakan dengan pencampuran karbon hitam dengan larutan nifon dan isopropanol. Selepas proses semburan, kepingan elektrod dikeringkan di dalam oven pada suhu 95°C selama sehari.

Sampel ketiga iaitu pengoksidaan nyalaan api, permukaan elektrod keluli tahan karat yang telah di bersihkan menggunakan kertas pasir diletakkan secara seranjang dengan jarak lebih kurang 5 cm dari pusat nyalaan penunu bunsen. Setiap bahagian permukaan elektrod didedahkan dengan nyalaan api selama 3 minit. Selepas proses pengoksidaan, kepingan elektrod diletakkan di dalam desikator bagi membenarkan kepingan elektrod sejuk dan melindunginya daripada pendedahan kepada kelembapan atau bahan cemar yang lain. Akhir sekali, sample keempat iaitu berlapis grafin di mana permukaan elektrod yang telah dibersihkan dengan kertas pasir dilapis dengan grafin melalui penyerapan semburan.

## ANALISIS PERMUKAAN

Morfologi permukaan elektrod yang diubah suai diperiksa menggunakan FESEM (Mikroskop Elektron Imbasan Pancaran Medan) yang dilengkapi dengan EDX (Spektroskopi Sinar-X Tenaga Serakan) (Merlin, Zeiss, Jerman). Beberapa elemen (Fe, C, O, Cr, Ni, Mn, Si, F, dan S) telah diperiksa semasa FESEM-EDX. Pembesaran sebanyak 30x digunakan untuk pemeriksaan. Sistem pengimejan RAMAN (RDXR2xi, Thermo Scientific, AS) dengan perisian pengimejan RAMAN yang dipancarkan secara visual (Thermo Scientific™ OMNIC™xi) telah digunakan untuk menganalisis sampel yang diubah suai secara masa nyata. Sampel diletakkan di atas pentas pengimejan untuk memilih lokasi yang ditetapkan. Untuk analisis. Keamatan RAMAN diplotkan melawan anjakan RAMAN dari 3500 hingga 0  $\text{cm}^{-1}$ .

## PENGABUNGAN ELEKTROD DAN PEMASANGAN SENSOR

Elektrod dipasang dengan menggunakan penutup hujung PVC yang diisi dengan epoksi di mana jarak antara anod dan katod adalah 2 mm. Anod terdiri daripada empat elektrod yang telah diubahsuai manakala katod menggunakan SS304L yang tidak diubahsuai. Biosensor dibiarkan pada suhu bilik selama satu hingga tiga hari bagi membenarkan pengerasan resin epoksi sepenuhnya. Pemasangan sensor menggunakan paip PVC (saiz nominal 12 inci) dan injap dilengkapi dengan meter alir serta statik pencampur. Empat lubang biosensor disediakan bagi setiap set biosensor yang diubahsuai.

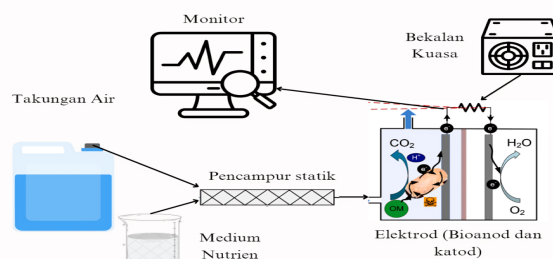
Pam akuarium digunakan bagi mengalirkan air sisa sintetik daripada takungan 25 L. Pam peristaltik yang dikawal oleh masa dipasang untuk memasukkan medium suapan kepada penyusunan alat sensor yang telah dipasang setiap 12 jam. Paip air dipasang selepas pemasangan biosensor bagi pengambilan sampel. Empat elektrod rujukan Ag/AgCl dipasang berhampiran dengan setiap biosensor. Pencatat data berbilang saluran (Multichannel Data Logger, Pico Technology) digunakan bagi mengukur voltan biosensor dan arus. Bekalan kuasa DC digunakan bagi menyalurkan voltan yang tetap (0.5 V). Rajah 1 menunjukkan penggambaran sistem MES dipasang bagi kajian ini.

Rajah 2 menunjukkan sistem MES yang telah siap di pasang dan dibina di Makmal Bioproses, FKAB UKM. Mengikut prosedur yang diterangkan pada bahagian metodologi. Anod terdiri daripada SS304L yang diubahsuai, manakala katod adalah SS304L biasa. Elektrod-elektrod ini dipasang pada paip menggunakan skru nilon M2.5. Empat sel

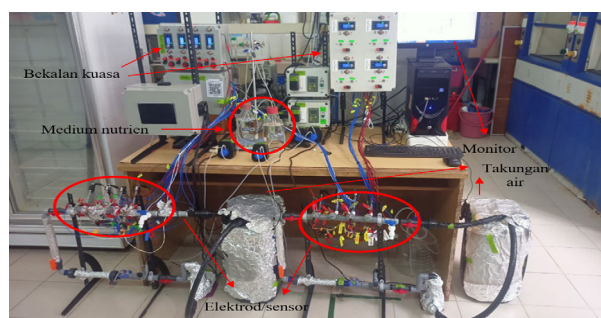
sensor yang berbeza telah dipasang untuk menempatkan elektrod SS304L yang diubahsuai. Sel-sel ini disambungkan

secara bersiri kepada takungan 20L melalui pam kitaran (MDP-8000, Jebao, China), membentuk sistem kitar semula tertutup. Pam peristaltik, yang dikawal oleh pemasa soket hidup-mati digunakan bagi memperkenalkan medium segar ke dalam takungan selama 1 minit setiap 24 jam. Stok medium segar yang terdiri daripada natrium asetat (0.250M) dan ammonium klorida (0.125M) telah disediakan dalam 1L.

Bekalan kuasa (2231A, Keithley, USA) menyediakan voltan 0.5V kepada setiap sel antara anod dan katod melalui pemisah litar. Sebuah perintang shunt ( $100\Omega$ ) diletakkan antara anod dan katod untuk membolehkan pengiraan penurunan voltan merentasi elektrod, yang ditukar kepada ketumpatan arus menggunakan  $ID = V_{drop}/(R_{shunt} \times A)$ . Sebuah pengellog data lapan saluran (ADC-24, Pico Technology, UK) yang disambungkan ke monitor melalui port USB dapat mengumpul data voltan. Pemasangan ini boleh dirujuk pada Rajah 1 bagi contoh rajah skematik. Persediaan ini telah diduplikasikan.



RAJAH 1. Gambar skematik sistem MES



RAJAH 2. Sistem MES di makmal

## PEMBERIAN MEDIUM NUTRIEN DAN BAHAN PENCEMAR SINTETIK

Dalam penyediaan medium nutrien, kultur campuran bakteria penurun besi diperoleh dari tasik fakulti kejuruteraan universiti dan diperkayakan dengan medium nutrien kaya besi. Medium nutrien ini, terdiri daripada 0.250 M natrium asetat dan 0.125 M amonium klorida, disalurkan selama 3 minit ke dalam penyusunan eksperimen menggunakan pam peristaltik yang dikawal oleh pemasa

pada setiap 12 jam untuk menyokong mikroorganisma elektrogenik pada bioanod. Pertumbuhan mikrob dan kestabilan sensor boleh diperhati melalui isyarat elektrik yang dihasil.

Setelah sensor mencapai kestabilan, kajian boleh diteruskan dengan menggunakan bahan pencemar sintetik iaitu 4-nitrofenol, dan kalium nitrat. Larutan stok pencemar 1 L telah disediakan dan dimasukkan ke dalam biosensor. Ujian berperingkat dilakukan dengan memasukkan 100mL pencemar setiap jam selama 6 jam. Untuk melaksanakan ujian secara mendadak, larutan stok 1 L kemudian dimasukkan sepenuhnya ke dalam biosensor. Untuk menjalankan ujian pencairan air,

10 L air paip segar ditambah apabila larutan dalam takungan dikosongkan kepada 10 L. Sepanjang ujian berperingkat, mendadak, dan pencairan air, tindak balas isyarat diperhatikan dan dibincangkan. Jadual 1 menunjukkan bahan pencemar yang digunakan manakala Jadual 2 menunjukkan ujian yang dilakukan pada kajian ini.

## ANALISIS SAMPEL CECAIR

Sebanyak 50 mL sampel yang telah dikumpulkan setiap jam selepas pemberian bahan pencemar semasa ujian

JADUAL 2. Urutan ujian di lakukan bagi kajian

Ujian	Keterangan
Ujian secara berperingkat bahan pencemar	Untuk meriksa tindak balas dan sensitiviti biosensor
Ujian secara mendadak bahan pencemar	Untuk memeriksa ketahanan biosensor
Ujian secara pencairan air	Untuk mensimulasikan keadaan cuaca ketika hujan

## KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

### CIRI DAN MORFOLOGI UBAHSUAI ELEKTROD

Rajah 3 menunjukkan morfologi permukaan elektrod yang diubahsuai. Permukaan selepas pengubahsuaian menunjukkan peningkatan intensiti komponen Fe (besi) disebabkan oleh proses pengurangan elektrokimia dan pengoksidaan nyala api. Dapat diperhatikan, terdapat banyak unsur sekunder Cr (kromium) dan O (oksigen) pada permukaan SS304L bagi elektrod yang diubahsuai dengan pengurangan elektrokimia dan pengoksidaan nyala api. Bagi pengoksidaan nyala api, unsur O dinaikkan dari 2.4% kepada 19.9% berbanding dengan elektrod yang mengalami pengurangan elektrokimia. Hal ini demikian kerana, oksida besi adalah biokompatibel dan lapisan oksida besi pasif dapat melindungi daripada kakisan serta mempercepatkan perkembangan mikrob (Emerson 2018).

Selain itu, elektrod yang dilapisi karbon dan grafin telah diubahsuai untuk meningkatkan jumlah karbon pada permukaan elektrod. Hal ini kerana karbon dapat meningkatkan ikatan elektrokimia dan hubungan mikrob-

pencemar. Nilai pH dan kekonduksian diukur menggunakan meter pH multiparameter (HI2020-02 Edge, Hanna Instruments, Malaysia) yang dilengkapi dengan pH dan alat duga/elektrod kaca (*probe*) kekonduksian serta disambungkan pada meter elektronik untuk memaparkan dan memngukur bacaan. Sampel ditapis menggunakan 0.45  $\mu\text{m}$  penapis picagari sebelum melakukan analisis COD. Nilai COD ditentukan menggunakan kit COD (Hach, Amerika Syarikat) dan nilai ini digunakan untuk mengaitkan dengan data isyarat biosensor.

JADUAL 1. Bahan pencemar sintetik yang digunakan

Bahan Pencemar	Keterangan
4-nitrofenol	Sebatian toksik organik yang sering dijumpai sebagai bahan pencemar didalam air. Ianya boleh menghalang aktiviti mikrob.
Kalium nitrat	Garam larut. Tidak toksik pada kepekatan rendah tetapi ianya boleh menyebabkan eutrofikasi atau toksik pada kepekatan tinggi.

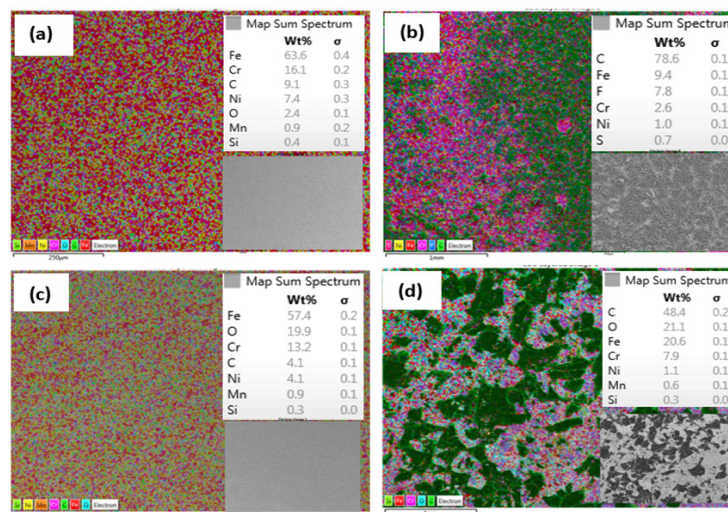
elektrod. Elektrod berasaskan karbon adalah biokompatibel, bertindak sebagai persekitaran pertumbuhan dan penggalakan lekat mikrob (Rusli et al. 2019). Lapisan karbon serta grafin bertujuan untuk meningkatkan karbon dari 4.1-9.1% kepada 48.4-78.6% sambil mengurangkan pendedahan besi dari 57.4-63.6% kepada 9.4-20.6%. Bagi menghubungkan mikrob elektroaktif dengan elektrod dan meningkatkan pengangkutan elektron, kandungan unsur pada permukaan sampel adalah ciri penting.

Spektroskopi RAMAN merupakan teknik getaran yang bertindak balas terhadap geometri dan ikatan dalam molekul. Spektrum RAMAN memaparkan struktur sampel dengan mencirikan tiga jalur utama iaitu jalur G, D, dan 2D. Jalur G merupakan mod getaran pada satah yang melibatkan atom karbon hibrid  $\text{sp}^2$  dan membentuk lapisan struktur grafen. Jalur D pula sering dikenali sebagai jalur gangguan atau kecacatan. Ianya mewakili satah dengan atom karbon hibrid  $\text{sp}^2$  dalam struktur karbon yang tidak tersusun dan mengandungi kecacatan. Jalur 2D merupakan susunan kedua bagi jalur D dan disebut sebagai mod overtone bagi jalur D. Ianya merupakan jalur yang kuat, terhasil daripada proses getaran kekisi dua fonon. Jalur 2D

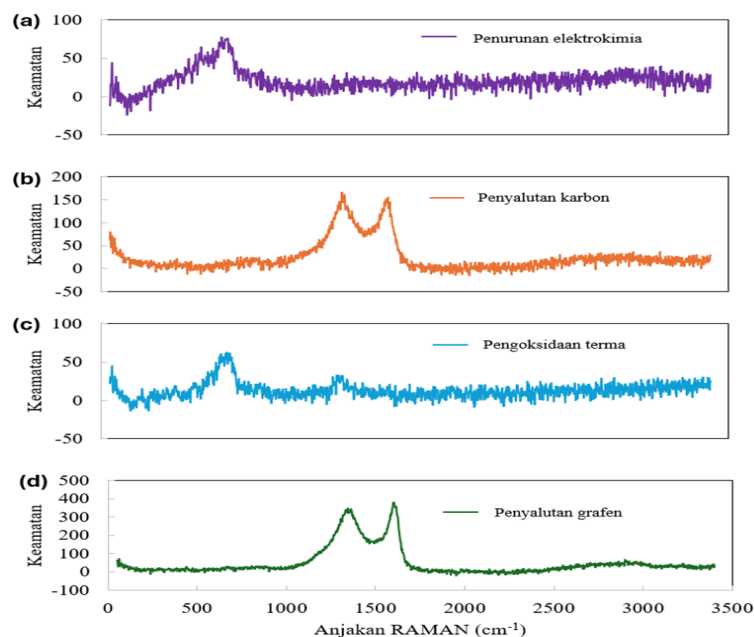
juga tidak menunjukkan kehadiran kecacatan dalam rangkaian karbon pada struktur grafen (Kudin et al. 2008).

Rajah 4 menunjukkan keputusan RAMAN bagi elektrod yang diubahsuai. Rajah 3(b) dan (d) menunjukkan dua puncak berasingan pada 1355 dan 1593  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak-puncak tersebut berkaitan dengan Jalur D (1345  $\text{cm}^{-1}$ ) dan Jalur G (1500-1600  $\text{cm}^{-1}$ ) karbon amorf (Dychalska et al. 2015). Puncak ini menunjukkan terdapat kehadiran bahan yang berasaskan karbon pada permukaan elektrod serta menandakan kejayaan salutan permukaan elektrod dengan

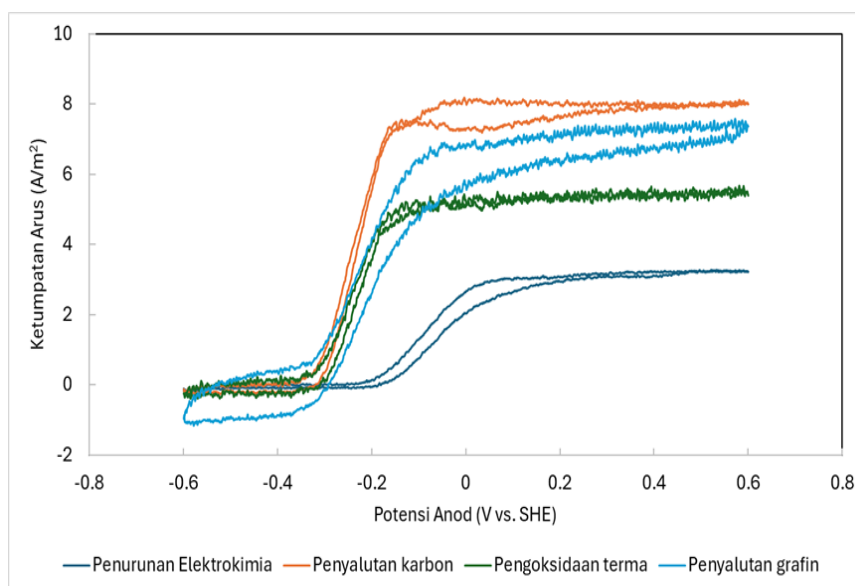
grafen. Bahan ini dapat meningkatkan biokompatibiliti elektrod serta sifat elektrokimia yang akan meningkatkan prestasinya dalam sensor elektrokimia mikrob. Sementara itu, Rajah 3(a) dan (c) hanya menunjukkan satu puncak yang ketara (706  $\text{cm}^{-1}$ ). Puncak tersebut merupakan magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang menunjukkan bagaimana lapisan oksida besi terbentuk setelah pengoksidaan nyala api dan pengurangan elektrokimia, secara berurutan (Testa-Anta et al. 2019). Lapisan ini penting bagi perlindungan kakisan dan membantu pertumbuhan mikrob.



RAJAH 3. Morfologi permukaan elektrod melalui FESEM-EDX, (a) pengurangan katodik elektrokimia, (b) salutan serbuk karbon, (c) pengoksidaan nyalaan, dan (d) permukaan bersalut grafen



RAJAH 4. Profil RAMAN, a) penurunan elektrokimia b) penyalutan karbon c) pengoksidaan terma d) penyalutan karbon



RAJAH 5. Voltammogram berkitar, CV

#### SIFAT ELEKTROKIMIA

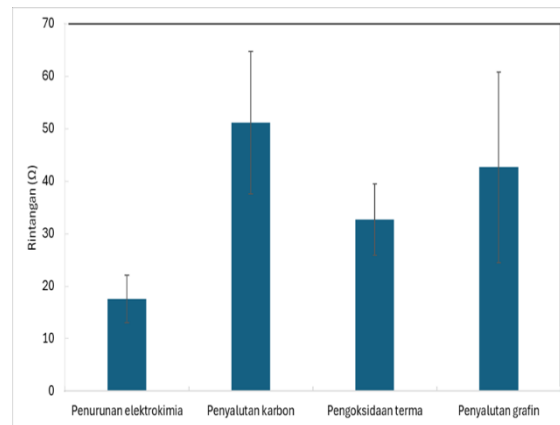
Rajah 5 menunjukkan voltammogram berkitar yang mendedahkan bahawa semua biosensor menunjukkan aktiviti pemangkinan pengoksidaan, dengan potensi permulaan antara  $-0.2$  dan  $-0.4$  V, bergantung pada perbezaan bahan salutan. Bahan berasaskan karbon dan bahan yang diubahsuai melalui pengoksidaan api menunjukkan peningkatan dalam integrasi elektrod mikro dengan perubahan potensi ke nilai yang lebih negatif pada  $-0.4$  V. Ini menunjukkan bahawa bahan ini memerlukan kurang tenaga untuk memulakan pengoksidaan, menjadikannya lebih cekap dalam memudahkan pemindahan elektron. Manakala bahan yang dikurangkan secara elektrokimia kelihatan menunjukkan peningkatan dalam integrasi elektrod mikro pada potensi yang lebih positif pada  $-0.2$  V. Ini menunjukkan interaksi yang kurang cekap, memerlukan lebih banyak tenaga untuk memulakan pengoksidaan. Dalam elektrokimia mikro, keserasian bio bahan bergantung kepada sama ada ia boleh berfungsi sebagai medium untuk interaksi antara permukaan elektrod dan mikroba melalui interaksi membran luar (Yow Zhong Yeo et al. 2023).

Bahan yang dikurangkan secara elektrokimia kelihatan meningkat pada  $3.0$  A/m<sup>2</sup>, diikuti oleh bahan yang dioksidakan dengan api, grafin, dan bersalut karbon masing-masing pada  $5.3$ ,  $7.2$ , dan  $8.0$  A/m<sup>2</sup> apabila potensi imbasan bergerak ke nilai yang lebih positif ( $>0.2$  V). Nilai ini menunjukkan kecekapan pemindahan elektron, dengan arus yang lebih tinggi menandakan prestasi yang lebih baik. Hasil ini menunjukkan bahawa bahan berasaskan karbon

masih mengatasi yang lain dan mempunyai lebih keserasian.

Rajah 6 menunjukkan jumlah rintangan dalaman biosensor. Biosensor bersalut karbon dan grafin menunjukkan jumlah rintangan dalaman tertinggi masing-masing pada  $51.2$  dan  $41.6$   $\Omega$ . Walaupun bahan ini merupakan kekonduksian elektrik yang sangat baik, ianya menunjukkan rintangan dalaman yang paling tinggi. Ini boleh dikaitkan dengan biofilem tebal dan matriks bahan polimer ekstraselular (EPS) padat yang mungkin berkembang pada permukaan ini, yang berpotensi menghalang pemindahan elektron (Yow Zhong Yeo et al. 2023).

Seterusnya adalah biosensor yang dioksidakan dengan api pada  $32.7$   $\Omega$  dan biosensor yang dikurangkan secara elektrokimia paling rendah dengan  $17.5$   $\Omega$ . Lapisan oksida besi yang terbentuk semasa pengoksidaan nyalaan boleh meningkatkan lekatan mikroba dan pemindahan elektron tetapi tidak menyokong biofilem setebal bahan karbon, mengakibatkan rintangan dalaman yang lebih rendah (Yow Zhong Yeo et al. 2023). Biosensor pengurangan elektrokimia menunjukkan rintangan dalaman yang paling rendah. Ini menunjukkan bahawa biofilem yang terbentuk pada permukaan ini kurang padat yang membolehkan pemindahan elektron yang lebih cekap. Biokompatibiliti yang lebih rendah berbanding dengan bahan berasaskan karbon membawa kepada biofilem yang lebih nipis dan mengurangkan rintangan dalaman keseluruhan.



Rajah 6. Jumlah rintangan dalaman biosensor

### PRESTASI BIOSENSOR

Berdasarkan Rajah 7 (a), kesan sebatian toksik organik 4NP terhadap ketumpatan arus dapat dilihat. Pada awalnya, semasa ujian penambahan secara berperingkat, 100 ml 4-NP (1g/L) ditambahkan setiap jam selama enam jam. Pada rajah tersebut, dapat dilihat ketumpatan arus meningkat sepanjang ujian ini dilakukan. Ini bercanggah dengan kajian lepas di mana sepatutnya ketumpatan arus menurun (Spurr et al. 2020). Seseengah komuniti mikrob boleh menyesuaikan diri dengan kehadiran sebatian toksik dan bahkan menggunakannya sebagai substrat, yang membawa kepada peningkatan dalam ketumpatan arus. Kehadiran 4-nitrofenol mungkin merangsang pertumbuhan populasi mikrob tertentu yang mampu menguraikannya, dengan itu menjana elektron yang menyumbang kepada ketumpatan arus (Godain et al. 2020).

Sekitar jam ke-24, ujian penambahan mendadak dijalankan dengan menambah 1 liter 4-NP ke dalam sistem. Penurunan ketara dalam ketumpatan arus dapat dilihat. Ini disebabkan oleh kepekatan 4-NP yang tinggi dan bersifat toksik kepada komuniti mikrob lalu menghalang aktiviti mikrob (Godain et al. 2020). Ini, menunjukkan persamaan pada kajian lepas di mana ketumpatan arus menurun pada ketumpatan yang tinggi (150 mg/L, 300 mg/L, 500 mg/L) (Godain et al. 2020). Selepas itu, sekitar jam ke-26, ujian pencairan dijalankan. Penurunan lebih lanjut dalam ketumpatan arus dapat dilihat ketika ujian ini. Fasa ini mengurangkan kepekatan bahan pencemar dan nutrien penting yang diperlukan untuk aktiviti mikrob. Akhirnya, sekitar jam ke-27, takungan baru diperkenalkan, yang menyebabkan peningkatan dalam ketumpatan arus. Ini menunjukkan bahawa pengenalan nutrien segar dan air yang baru membantu komuniti mikrob untuk pulih dan meneruskan aktiviti pemindahan elektron.

Dari sudut prestasi biosensor, penyalutan karbon menunjukkan respon paling tinggi diikuti dengan

pengoksidaan terma, penyalutan grafin, dan penurunan elektrokimia. Ini menunjukkan ke empat elektrod yang diubahsuai dapat mengesan bahan pencemar dengan baik. Penyalutan karbon menunjukkan ketumpatan arus awal yang paling tinggi. Berdasarkan kriteria ini, anod bersalut karbon kelihatan paling berkesan dari segi ketumpatan arus awal dan tindak balas terhadap penambahan 4-NP secara beransur-ansur. Walau bagaimanapun, penurunannya yang mendadak dalam ketumpatan arus semasa ujian penambahan mendadak menunjukkan toleransi yang lebih rendah terhadap kepekatan tinggi 4-NP. Anod bersalut grafin menunjukkan prestasi yang seimbang dengan peningkatan yang stabil dan penurunan yang sederhana, mencadangkan toleransi dan kestabilan yang lebih baik. Anod yang dioksida dengan api dan anod pengurangan elektrokimia menunjukkan prestasi yang sederhana tetapi tidak mengatasi anod bersalut karbon atau grafin. Lapisan oksida yang tebal pada permukaan elektrod boleh menghalang pengaliran elektron dan mengurangkan konduktiviti elektrod lalu mengakibatkan ketumpatan arus yang rendah (Guo et al. 2014)

Berdasarkan Rajah 7 (b), ujian berperingkat yang dilakukan dengan menambah 100 mL kalium nitrat 1 g/L setiap jam selama 6 jam. Ianya menunjukkan penurunan awal dalam ketumpatan arus diikuti dengan pemulihan secara beransur-ansur, menunjukkan penyesuaian mikrob kepada pencemar. Ini bercanggah dengan kajian lepas di mana ketumpatan arus menaik dengan penambahan 25 mg/L kalium nitrat (Gokhale et al. 2015).

Akan tetapi, nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) boleh berfungsi sebagai penerima elektron alternatif bagi mikrob dalam persekitaran anaerobik. Apabila nitrat hadir, sesetengah mikrob mungkin lebih suka menggunakannya berbanding anod untuk pemindahan elektron kerana pengurangan nitrat adalah lebih bermanfaat dari segi tenaga berbanding memindahkan elektron ke anod. Ini boleh menyebabkan penurunan dalam ketumpatan arus kerana lebih sedikit

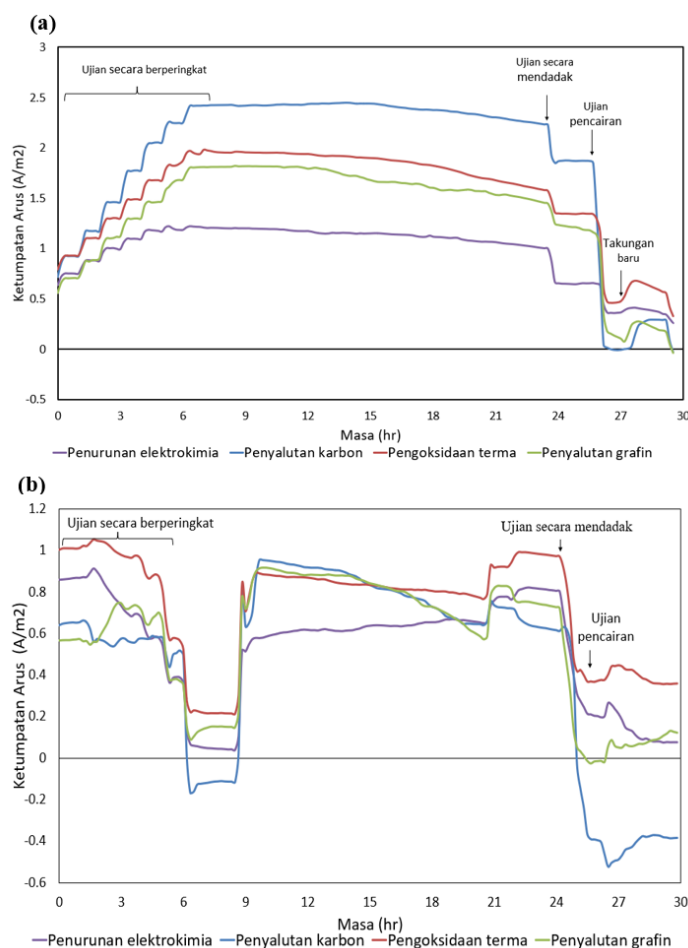


elektron dipindahkan ke elektrod (Huang et al. 2015). Penurunan ketumpatan arus pada awal mungkin disebabkan penambahan kalium nitrat memberi tekanan kepada komuniti mikrob. Dari masa ke masa, ketumpatan arus secara beransur-ansur pulih apabila mikrob menyesuaikan diri dengan keadaan baru dan menyambung semula aktiviti metabolik mereka.

Semasa ujian mendadak pada jam 24 sejumlah besar (1 L) kalium nitrat menyebabkan penurunan ketumpatan arus yang ketara pada semua elektrod, menonjolkan tekanan yang dikenakan ke atas komuniti mikrob. Penurunan ini berbeza-beza, dengan elektrod bersalut karbon menunjukkan penurunan yang paling ketara. Pada kepekatan yang tinggi, kalium nitrat boleh menjadi toksik kepada sesetengah komuniti mikrob. Ketoksikan ini boleh menghalang aktiviti metabolik biofilm secara keseluruhan, menyebabkan penurunan dalam ketumpatan arus (Huang et al. 2015). Dalam ujian pencairan pada jam 26, larutan digantikan dengan air paip segar, menyebabkan penurunan

awal. Hal ini kerana kepekatan kalium nitrat serta nutrien berkurangan. Pada jam 27, takungan baru diperkenalkan, yang menyebabkan peningkatan dalam ketumpatan arus. Ini menunjukkan bahawa pengenalan nutrien segar dan air yang baru membantu komuniti mikrob untuk pulih dan meneruskan aktiviti pemindahan elektron.

Elektrod yang dioksida dengan api menunjukkan ketumpatan arus tertinggi, menunjukkan aktiviti mikrob yang dipertingkatkan dan pemindahan elektron yang cekap, mungkin disebabkan permukaan biokompatibel yang mempromosikan lekatan dan aktiviti mikrob yang lebih baik. Sebaliknya, elektrod bersalut karbon menunjukkan kepekaan yang lebih tinggi terhadap penambahan dan pencairan pencemar, menunjukkan sensitivi yang lebih tinggi terhadap turun naik bahan pencemar dalam persekitaran. Penemuan ini menekankan peranan kritikal bahan elektrod dalam prestasi MES. Pengubahsuaian yang berbeza mempengaruhi aktiviti mikrob dan kestabilan sistem secara berbeza.



RAJAH 7. Ketumpatan arus MES: (a) 4-nitrofenol, (b) Kalium nitrat

## PENILAIAN KETUMPATAN ARUS DENGAN COD

Rajah 8 (a) menunjukkan penyalutan karbon menunjukkan nilai  $R^2$  iaitu 0.7023 yang paling tinggi diikuti dengan penyalutan grafin (0.6192), pengoksidaan terma (0.5197) dan penurunan elektrokimia (0.0455). Kajian telah menunjukkan bahawa bahan berasaskan karbon, termasuk kain karbon, kertas karbon, dan nanotube karbon, menyediakan kawasan permukaan yang tinggi, kekonduksian yang cemerlang, dan keserasian bio yang baik, yang meningkatkan lekatan mikroba dan pemindahan elektron. Ini membawa kepada prestasi yang lebih baik dalam aplikasi MES (Wei et al. 2011).

Sebagai contoh, Wei et al. (2011) mendapati bahawa anod yang diubah suai dengan nanotube karbon secara signifikan meningkatkan penjanaan arus dan ketepatan sensor dalam MES. Pada kajian lepas, pengesanan 4-NP menggunakan kain karbon menunjukkan nilai  $R^2$  yang tinggi iaitu 0.88 (Godain et al. 2020). Manakala, pengesanan formaldehid menggunakan kain grafin menunjukkan nilai  $R^2$  yang tinggi iaitu 0.83 (Jiang et al. 2017). Ini membuktikan, elektrod yang diubahsuai menggunakan karbon mempunyai prestasi lagi tinggi berbanding grafin seperti di dalam kajian ini.

Rajah 8 (b) menunjukkan penyalutan grafin menunjukkan nilai  $R^2$  iaitu 0.8785 yang paling tinggi diikuti dengan pengoksidaan terma (0.7232), penyalutan karbon (0.5681) dan penurunan elektrokimia (0.5535). Nilai  $R^2$  yang tinggi di kalangan pengubahsuaian, menunjukkan korelasi yang paling kuat. Bagi penyalutan grafin, sekitar 88% daripada kebolehubahan dalam ketumpatan arus dapat dijelaskan oleh perubahan dalam COD. Ini mencadangkan bahawa elektrod bersalut grafin memberikan tindak balas yang paling tepat dan sensitif. Prestasi tinggi ini mungkin disebabkan oleh kekonduksian elektrik yang sangat baik dan luas permukaan grafin yang besar, yang memudahkan pemindahan elektron yang berkesan dan aktiviti mikroba. Manakala pengubahsuaian pengoksidaan terma, penyalutan karbon, dan penurunan elektrokimia menunjukkan 72%, 57%, dan 65% kebolehubahan masing-masing.

## PENILAIAN KEPEKATAN BAHAN PENCEMAR

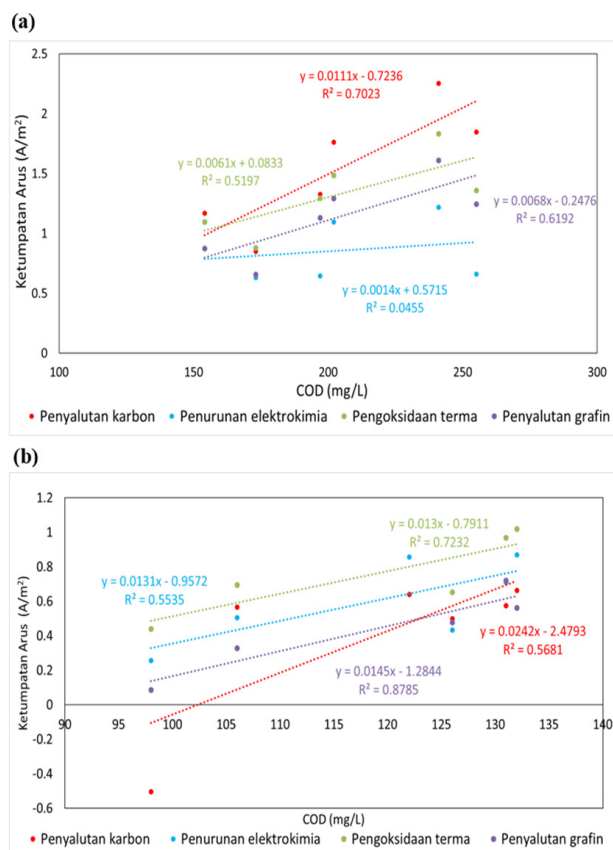
Rajah 9 (a) menunjukkan kepekatan 4-NP pada ujian berperingkat (jam 0 hingga jam 7) meningkat seiring dengan penambahan 4-NP. Peningkatan ini boleh dikaitkan dengan fakta bahawa mikroba pada mulanya mula

menguraikan 4-NP dan berpotensi menghasilkan komponen perantara (*intermediate product*) seperti 4-aminophenol, hidrokuinon, dan benzoquinon yang juga aktif secara metabolik, membawa kepada pemindahan elektron yang dipertingkatkan ke anod (ZHENG et al. 2009). Jika penguraian tidak lengkap, komponen perantara ini bertimbun, menyebabkan peningkatan nilai COD dan kepekatan. Ketumpatan arus tetap tinggi kerana mikroba masih aktif dan menghasilkan metabolisme bahan substrat yang tersedia.

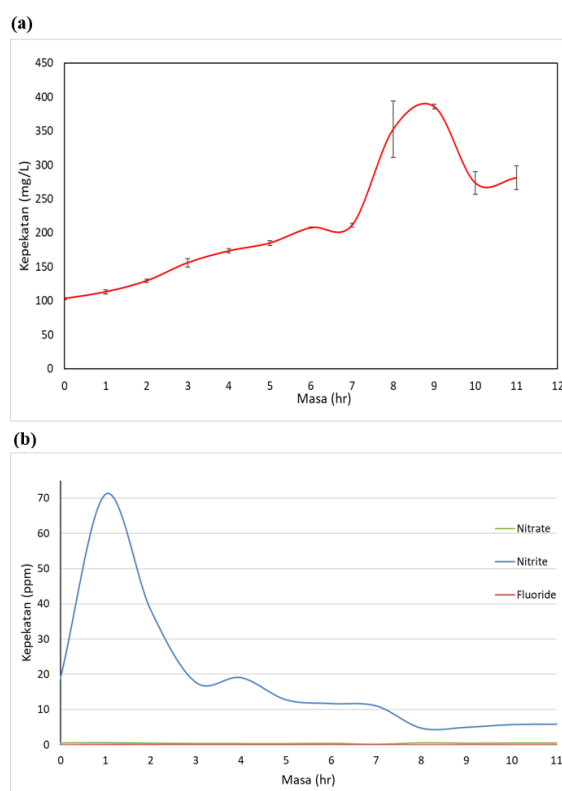
Manakala, pada ujian penambahan secara mendadak (jam 8 hingga jam 9) menunjukkan peningkatan kepekatan 4-NP seiring dengan penambahan 1L 4-NP secara terus ke dalam sistem. Ini dapat dikaitkan dengan penurunan ketumpatan arus dimana mikroba tidak dapat menguraikan 4-NP lalu menghalang aktiviti mikroba disebabkan 4-NP bersifat toksik pada kepekatan yang tinggi (311.07 mg/L dan 389.73 mg/L). Oleh itu, nilai kepekatan dan COD lebih tinggi pada ujian ini berbanding ujian penambahan secara berperingkat. Di mana nilai kepekatan pada ujian ini adalah dalam julat 300-400 mg/L, COD dalam julat 255 mg/L. Manakala pada ujian berperingkat, nilai kepekatan antara 100-200 mg/L, COD dalam julat 150-200 mg/L. Pada ujian pencairan air, nilai kepekatan (290 mg/L) serta COD (197 mg/L) menurun dan lebih rendah dari ujian mendadak. Hal ini disebabkan jumlah sebatian organik boleh teroksidasi dan kepekatan 4NP serta perantaranya berkurangan.

Rajah 9 (b) menunjukkan bagi ujian secara beransur dimana 100 mL larutan kalium nitrat 1 g/L ditambahkan setiap jam pada jam 0 hingga jam 7. Pada mulanya, kepekatan nitrit meningkat dengan cepat, menaik sehingga 70 ppm pada jam pertama. Ini menunjukkan penukaran nitrat kepada nitrit yang ketara oleh komuniti mikroba. Mikroba pada mulanya menggunakan nitrat sebagai penerima elektron, mengurangkannya kepada nitrit. Kepekatan nitrit mula menurun secara beransur-ansur dari puncak.

Ini menunjukkan bahawa mikroba sedang menyesuaikan diri dengan peningkatan tahap nitrat dan mengurangkan nitrit lagi kepada gas nitrogen (denitrifikasi). Kepekatan nitrat kekal rendah sepanjang tempoh ini, menunjukkan penggunaan atau penukaran yang terhad. Ketumpatan arus menunjukkan penurunan awal diikuti oleh pemulihan secara beransur-ansur menunjukkan penyesuaian mikroba terhadap penambahan nitrat. Penurunan awal dalam ketumpatan arus disebabkan oleh tekanan yang dikenakan oleh penambahan kalium nitrat kepada komuniti mikroba.



RAJAH 8. Korelasi di antara ketumpatan arus dengan COD: (a) 4-nitrofenol, (b) kalium nitrat



RAJAH 9. Kepekatan komponen bahan pencemar sepanjang ujian: (a) 4-nitrofenol, (b) kalium nitrat

Semasa ujian mendadak, sejumlah besar (1 L) kalium nitrat ditambahkan pada jam 8. Ini menyebabkan tekanan yang ketara pada komuniti mikrob, seperti yang terlihat pada perubahan mendadak dalam kepekatan. Terdapat peningkatan kepekatan nitrat pada jangka pendek, diikuti oleh penurunan, menunjukkan lonjakan awal dalam aktiviti pengurangan nitrat. Aktiviti metabolik telah dihalang buat sementara waktu akibat kejutan daripada kemasukan nitrat yang besar. Ketumpatan arus menunjukkan penurunan yang ketara di semua elektrod, menekankan tekanan yang dikenakan ke atas komuniti mikrob.

Dalam ujian pencairan, kepekatan nitrit stabil pada tahap yang lebih rendah, menunjukkan bahawa komuniti mikrob telah menyesuaikan diri dengan keadaan yang kurang tertekan dan meneruskan aktiviti normal. Tahap nitrat menunjukkan perubahan yang minimum, mengekalkan kepekatan rendah sepanjang tempoh tersebut. Ketumpatan arus mengalami penurunan awal akibat pengurangan kepekatan kalium nitrat dan nutrien tetapi akhirnya stabil apabila komuniti mikrob menyesuaikan diri dengan keadaan baharu.

## KESIMPULAN

Berdasarkan kajian ini, elektrod yang diubahsuai bagi sensor elektrokimia mikrob berjaya dalam memantau kualiti air ketika kehadiran pencemar. Analisis FESEM-EDX serta profil RAMAN, menunjukkan peningkatan unsur O dari 2.4% kepada 19.9% bagi pengoksidaan terma. Bagi penyalutan karbon dan grafin, peningkatan unsur karbon dari 4.1-9.1% kepada 48.4-78.6% sambil mengurangkan pendedahan besi dari 57.4-63.6% kepada 9.4-20.6%. Seterusnya, prestasi elektrod yang diubahsuai terhadap kehadiran pencemar dapat ditentukan melalui korelasi antara ketumpatan arus dengan COD. Bagi sebatian toksik organik iaitu 4-nitrofenol, penyalutan karbon menunjukkan nilai  $R^2$  iaitu 0.7023 yang paling tinggi. Manakala bagi sebatian inorganik kalium nitrat, penyalutan grafin menunjukkan nilai  $R^2$  iaitu 0.8785 yang paling tinggi. Ini menunjukkan bahawa penyalutan grafin menunjukkan prestasi terbaik dalam kajian ini. Nilai  $R^2$  yang lebih tinggi menunjukkan hubungan yang lebih kuat dan sangat serupa dengan kaedah analisis kimia konvensional. Kepelbagaian bahan pencemar dan pengoptimuman struktur akan ditumpukan pada masa hadapan bagi meningkatkan prestasi pengubahsuaian permukaan elektrod MES. Aplikasi praktikal yang disarankan untuk hasil kajian ini dalam pemantauan kualiti air ialah penggunaan MES untuk memantau kualiti air ketika kehadiran pencemar, yang dapat dilakukan dengan analisis FESEM-EDX serta profil RAMAN dan korelasi antara ketumpatan arus dengan COD.

## PENGISYTIHARAN KEPENTINGAN BERSAING

Tiada.

## RUJUKAN

- Abbas, A.A., Farrag, H.H., El-Sawy, E. & Allam, N.K. 2021. Microbial fuel cells with enhanced bacterial catalytic activity and stability using 3D nanoporous stainless steel anode. *Journal of Cleaner Production* 285
- Chu, N., Liang, Q., Hao, W., Jiang, Y., Liang, P. & Zeng, R.J. 2021. Microbial electrochemical sensor for water biotoxicity monitoring. *Chemical Engineering Journal*. Elsevier B.V.
- Dychalska, A., Popielarski, P., Franków, W., Fabisiak, K., Paprocki, K. & Szybowski, M. 2015. Study of CVD diamond layers with amorphous carbon admixture by Raman scattering spectroscopy. *Materials Science-Poland* 33(4): 799–805.
- Emerson, D. 2018. The role of iron-oxidizing bacteria in biocorrosion: A review. *Biofouling* 34(9): 989–1000.
- Godain, A., Spurr, M.W.A., Boghani, H.C., Premier, G.C., Yu, E.H. & Head, I.M. 2020. Detection of 4-Nitrophenol: A model toxic compound, using multi-stage microbial fuel cells. *Frontiers in Environmental Science* 8.
- Gokhale, A.A., Lu, J., Weerasiri, R.R., Yu, J. & Lee, I. 2015. Amperometric detection and quantification of nitrate ions using a highly sensitive nanostructured membrane electrocodeposited biosensor array. *Electroanalysis* 27(5): 1127–1137.
- Guo, K., Donose, B.C., Soeriyadi, A.H., PrévotEAU, A., Patil, S.A., Freguia, S., Gooding, J.J. & Rabaey, K. 2014. Flame oxidation of stainless steel felt enhances anodic biofilm formation and current output in bioelectrochemical systems. *Environmental Science and Technology* 48(12): 7151–7156.
- Huang, J., Yang, P., Li, C., Guo, Y., Lai, B., Wang, Y., Feng, L. & Zhang, Y. 2015. Effect of nitrite and nitrate concentrations on the performance of AFB-MFC enriched with high-strength synthetic wastewater. *Biotechnology Research International* 2015: 1–6.
- Hui, Y., Huang, Z., Alahi, M.E.E., Nag, A., Feng, S. & Mukhopadhyay, S.C. 2022. Recent Advancements in Electrochemical Biosensors for Monitoring the Water Quality. *Biosensors*. MDPI.
- Ivase, T.J.P., Nyakuma, B.B., Oladokun, O., Abu, P.T. & Hassan, M.N. 2020. Review of the principal mechanisms, prospects, and challenges of bioelectrochemical systems. *Environmental Progress and Sustainable Energy*. John Wiley and Sons Inc.

- Kılıç, Z. 2020. The importance of water and conscious use of water. *International Journal of Hydrology* 4(5): 239–241.
- Kruse, P. 2018. Review on water quality sensors. *Journal of Physics D: Applied Physics*. Institute of Physics Publishing.
- Kudin, K.N., Ozbas, B., Schniepp, H.C., Prud'homme, R.K., Aksay, I.A. & Car, R. 2008. Raman spectra of graphite oxide and functionalized graphene sheets. *Nano Letters* 8(1): 36–41.
- Raich Jordi. 2013. Review of sensors to monitor water quality. Review of sensors to monitor water quality <http://europa.eu/>.
- Rusli, S.F.N., Abu Bakar, M.H., Loh, K.S. & Mastar, M.S. 2019. Review of high-performance biocathode using stainless steel and carbon-based materials in Microbial Fuel Cell for electricity and water treatment. *International Journal of Hydrogen Energy* 44(58): 30772–30787.
- Simoska, O., Gaffney, E.M., Minteer, S.D., Franzetti, A., Cristiani, P., Grattieri, M. & Santoro, C. 2021. Recent trends and advances in microbial electrochemical sensing technologies: An overview. *Current Opinion in Electrochemistry*. Elsevier B.V.
- Spurr, M.W.A., Yu, E.H., Scott, K. & Head, I.M. 2020. A microbial fuel cell sensor for unambiguous measurement of organic loading and definitive identification of toxic influents. *Environmental Science: Water Research and Technology* 6(3): 612–621.
- Testa-Anta, M., Ramos-Docampo, M.A., Comesaña-Hermo, M., Rivas-Murias, B. & Salgueiriño, V. 2019. Raman spectroscopy to unravel the magnetic properties of iron oxide nanocrystals for bio-related applications. *Nanoscale Advances*. Royal Society of Chemistry.
- Wei, J., Liang, P. & Huang, X. 2011. Recent progress in electrodes for microbial fuel cells. *Bioresource Technology*.
- Yaroshenko, I., Kirsanov, D., Marjanovic, M., Lieberzeit, P.A., Korostynska, O., Mason, A., Frau, I. & Legin, A. 2020. Real-time water quality monitoring with chemical sensors. *Sensors (Switzerland)*. MDPI AG.
- Yow Zhong Yeo, R., Hou Chin, B., Farhan Hil Me, M., Feng Chia, J., The Pham, H., Razi Othman, A., Wahab Mohammad, A., Lun Ang, W. & Su Lim, S. 2023. Rapid surface modification of stainless steel 304L electrodes for microbial electrochemical sensor application. *ACS Biomaterials Science & Engineering* 9(11): 6034–6044.
- Zheng, S., Yang, F., Chen, S., Liu, L., Xiong, Q., Yu, T., Zhao, F., Schröder, U. & Hou, H. 2015. Binder-free carbon black/stainless steel mesh composite electrode for high-performance anode in microbial fuel cells. *Journal of Power Sources* 284: 252–257.
- Zheng, Y., Liu, D., Liu, S., Xu, S., Yuan, Y. & Xiong, L. 2009. Kinetics and mechanisms of p-nitrophenol biodegradation by *Pseudomonas aeruginosa* HS-D38. *Journal of Environmental Sciences* 21(9): 1194–1199.