

FABRIKASI DAN KARAKTERISASI ELEKTRODA DETEKTOR pH DAN TEMPERATUR TERINTEGRASI DALAM SATU LAPISAN SUBSTRAT

Dimas Sukma Batara¹ ; Goib. Wiranto,² ; Yuyu Rachmat Tayubi^{3*}

^{1,3}Departemen Pendidikan Fisika, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia (UPI), Jl. Dr. Setiabudhi 229, Bandung 40154, Indonesia

²Pusat Penelitian Elektronika dan Telekomunikasi Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Jl. Sangkuriang Komplek LIPI Bandung 40135, Indonesia

dimassbatara@yahoo.com gwiranto@gmail.com yuyurt@upi.edu

ABSTRAK

Salah satu cabang kajian fisika material adalah pemrosesan bahan dengan teknologi film tebal. Pemilihan, pemrosesan dan performa material menjadi perhatian utama penelitian fisika material dan mikrofabrikasi film tebal. Teknologi film tebal merupakan metode fabrikasi produk-produk teknologi khususnya elektronika dalam meminiaturisasi produk elektronika. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan performa sensitivitas sensor pH potensiometrik berbasis mikrofabrikasi film tebal dengan teknik *screen printing*, sehingga mampu mendekati nilai sensitivitas ideal berdasarkan persamaan Nerst, material yang digunakan antara lain Ag/AgCl sebagai elektroda referensi, RuO₂ sebagai elektroda kerja, AgPd untuk lapisan konduktor, Ruthenium kompleks untuk bahan resistor, dan gelatin sebagai bahan tambahan pelapisan KCl pada elektroda referensi. Penelitian ini menghasilkan sensitivitas sensor pH potensiometrik berbasis film tebal sebesar 52,97 mV/pH dengan metode pembentukan elektroda Ag/AgCl melalui klorinasi FeCl₃ dan penambahan gelatin pada lapisan elektrolit KCl 3,5 M. Elektroda kerja yang digunakan adalah RuO₂. Nilai pH suatu larutan terkait dengan aktivitas ion-ion dalam larutan, sehingga tingkat temperatur akan sangat mempengaruhi aktivitas ion-ion H⁺ dalam larutan sehingga mempengaruhi kadar pH larutan. Dengan sebab itu, maka dipilihlah sensor temperatur sebagai pasangan multisensor kualitas air berbasis film tebal terintegrasi dengan sensor pH dalam satu lapisan substrat.

Kata kunci: Mikrofabrikasi sensor, sensitivitas sensor pH, elektroda referensi Ag/AgCl, multisensor.

TEMPERATURE AND pH ELECTRODE FABRICATION INTEGRATED ON SINGLE LAYER SUBSTRATE

ABSTRACT

One branch of physics study material is processing material with thick film technology. Election, processing and performance of materials are major concerns in material physics and thick film microfabrication research. Thick film technology is a method of fabrication technology products especially electronics in electronic products miniaturized. This research aims to develop a performance-based potentiometric pH sensor sensitivity thick film microfabrication with screen printing method, in order to approach the ideal sensitivity value based on Nerst equation, this research uses material such as Ag/AgCl as a reference electrode, RuO₂ as a working electrode, AgPd as a conductor layer, Ruthenium complex as a resistor layer, and gelatin as an additional in order to produce electrolyte layer above Ag/AgCl layer. This research resulted in potentiometric pH sensor sensitivity based thick film of 52.97 mV/pH electrode formation method Ag/AgCl through chlorination of FeCl₃ and the addition of gelatin in 3.5 M KCl electrolyte layer. The working electrode used is RuO₂. The pH value of a solution associated with the activity of ions in solution, so that the rate of temperature would greatly affect H⁺ ions activity in solution thereby affect the pH of the solution. Therefore, temperature sensor had been chosen as a multisensored couple quality water-based thick film integrated with pH sensor in a single layer substrate.

Keywords: Sensor microfabrication, pH sensor sensitivity, Ag/AgCl reference electrode, multisensor.

PENDAHULUAN

Teknologi fabrikasi menggunakan film tebal memiliki tingkat penggunaan yang tinggi dan mengalami perkembangan optimalisasi produk melalui rekayasa material yang melibatkan penentuan metode fabrikasi, dan pemilihan material menjadi aspek penting dalam menghasilkan produk teknologi yang memiliki performa optimum sesuai tujuan pembuatan dan pemanfaatannya. Salah satu pemanfaatan teknologi film tebal adalah untuk mikrofabrikasi rangkaian elektronika seperti elektroda sensor. Dewasa ini, pemanfaatan teknologi film tebal memiliki kekhususan dalam mikrofabrikasi elektroda sensor atau detektor kualitas yang berkaitan dengan isu

lingkungan, salah satunya adalah kualitas air.

Tingkat keasaman dan kebasaan air merupakan salah satu aspek kualitas air yang cukup banyak diperlukan informasinya. (Singer, dkk.2012).

Tingkat keasaman atau kebasaan suatu larutan ditentukan oleh kelimpahan konsentrasi ion H⁺ dan OH⁻ dalam suatu larutan. Suatu larutan dengan kelebihan konsentrasi ion H⁺ berarti memiliki ion-ion hidronium H₃O⁺. Tingkat konsentrasi ion hidronium dalam suatu larutan sangatlah kecil, sehingga diperlukan perhitungan khusus untuk menentukan kadar konsentrasinya dalam suatu larutan.

Konsentrasi ion hidronium dalam air berfluktuasi antara $10^0 - 10^{-14}$ mol, untuk keperluan pengukuran tingkat keasaman suatu larutan dan menghindari penggunaan angka yang terlalu kecil untuk diamati maka nilai x dari bentuk matematis 10^x sebagai representasi nilai konsentrasi ion yang berfluktuasi adalah nilai logaritma yang menjadi perhatian utama pengukuran nilai atau tingkat keasaman suatu larutan. (Gonick & Criddle, 2006).

Dengan mengetahui nilai negatif logaritma dari konsentrasi ion-ion hidronium dalam suatu larutan, maka kita dapat mengetahui nilai pH suatu larutan tersebut. Semakin tinggi konsentrasi ion H^+ maka semakin rendah nilai pH atau negatif logaritma dari harga konsentrasi H^+ .

Alat sensor pH meter komersial sudah banyak digunakan, yakni menggunakan *glass electrode*. Alat tersebut mengukur konsentrasi ion H^+ dan OH^- suatu larutan dengan mekanisme potensiometrik, namun alat tersebut rentan mengalami kerusakan, di samping memiliki harga jual yang relatif mahal. (Glanc-Gostkiewicz, dkk. 2012).

Mikrofabrikasi sensor pH memerlukan tingkat akurasi sensitivitas yang mendekati nilai ideal persamaan Nerst, atau setidaknya mendekati nilai bacaan sensitivitas pH meter komersial sehingga keberadaan sensor pH dengan elektroda referensi dan elektroda kerja yang telah diminiaturisasi mampu menggantikan pH meter komersial yang rentan mengalami kerusakan, dan kendala pada perawatan larutan elektrolit pada elektroda referensi. Selama ini sudah ada beberapa pengembangan miniaturisasi sensor pH menggunakan teknologi film tebal dengan bahan elektroda referensi Ag/AgCl namun masih terdapat kekurangan dalam sensitivitas dengan tingkat akurasi 50,85%, nilai akurasi tersebut masih kurang untuk menjadikan fabrikasi miniaturisasi sensor pH sebagai alat alternatif dengan keunggulan-keunggulan tersendiri dari pH

meter komersial. Mikrofabrikasi elektroda referensi memerlukan metode khusus untuk membuat lapisan elektrolit KCl di atas lapisan elektroda referensi Ag/AgCl, sehingga pelapisan elektrolit dapat menggantikan sistem pH meter komersial yang memerlukan tabung berisi elektrolit KCl jenuh untuk merendam logam Ag/AgCl.

Pengujian sensor pH tidak dapat dilakukan tanpa memperhatikan pengaruh temperatur larutan. Analisis pengaruh temperatur pada pengukuran pH perlu diperhatikan, hal tersebut bertujuan untuk menghasilkan akurasi pengukuran yang lebih baik. (Barron, dkk. 2006).

Pengukuran pH atau derajat ion hidrogen dalam suatu larutan sangat dipengaruhi nilai temperatur larutan tersebut pada saat dilakukan pengukuran, dengan kata lain bahwa alat yang digunakan harus merespon perubahan temperatur dengan baik pula sehingga dapat diperoleh kelinieran hubungan pH dan temperatur yang mendekati keadaan riil, hal tersebut dapat diupayakan dengan cara mengintegrasikan elektroda yang berfungsi sebagai detektor pH dan temperatur dalam satu lapisan substrat

METODE PENELITIAN

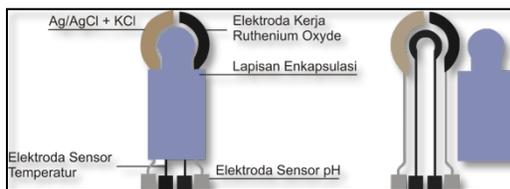
Metode penelitian yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi tiga proses utama, antara lain adalah pendesaianan geometri elektroda, pemrosesan atau fabrikasi menggunakan teknologi film tebal, dan pengujian elektroda sensor pH dan temperatur. Proses pertama yaitu mendesain ukuran, bentuk dan tata letak lapisan elektroda di atas substrat alumina berukuran 5x5 cm. Ukuran terkecil dari lebar jalur konduktor *Silver-palladium* AgPd adalah 0,3 mm, jarak antara jalur konduktor dengan tepi substrat adalah 0,8 mm. Ukuran lebar pad untuk solder adalah 2 mm. Lapisan yang digunakan untuk jalur resistor atau elektroda

sensor temperatur adalah Ruthenium. Ukuran terkecil dari jalur resistor ini adalah 0,3 mm dengan panjang dari tepi ke tepi 20,65 mm.

Material yang digunakan antara lain adalah *Silver-palladium* sebagai lapisan konduktor, Ruthenium kompleks sebagai lapisan resistor. Elektroda kerja menggunakan bahan Ruthenium oksida, sebagai bahan logam oksida sebagai logam yang berinteraksi dengan ion-ion H^+ dalam larutan yang akan dideteksi konsentrasi ion H^+ -nya. Lapisan elektroda referensi Ag dibentuk di sisi kiri elektroda konduktor, Ag dicelupkan ke dalam larutan $FeCl_3$ 0,05 M selama 50 detik untuk menghasilkan Ag/AgCl sebagai elektroda referensi melalui proses klorinasi.

Lapisan AgCl dibentuk dengan proses klorinasi menggunakan besi klorida, proses ini menghasilkan lapisan AgCl lebih cepat dan lapisan yang terbentuk lebih seragam (homogen). Dalam proses klorinasi ini, elektroda perak (Ag) dicelupkan dalam larutan klorida dan bilas dengan menggunakan air deionisasi. (B.J Polk, dkk. 2005).

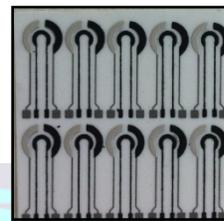
Di atas lapisan elektroda referensi Ag/AgCl dilapiskan larutan KCl 3,5 M dengan penambahan 7% dan 9% gelatin sebagai zat perekat yang membuat KCl menjadi *gel* sehingga dapat merekat pada lapisan Ag/AgCl.



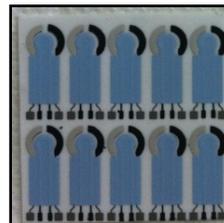
Gambar 1. Desain elektroda sensor pH dan temperatur

Pembuatan elektroda pada lapisan substrat alumina meliputi proses pembuatan

film pada *screen 325 mesh*, pencetakan material pasta pada substrat menggunakan printer de Haart, dan pembakaran pada suhu $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ menggunakan mesin *firing* RTC. Semua proses tersebut merupakan proses fabrikasi film tebal dengan teknik *screen printing*. Pembuatan pola pada *screen* meliputi proses pembersihan *screen*, pelapisan emulsi pada *screen*, dan pelapisan material pasta pada *screen* sesuai dengan pola film yang telah dibentuk pada *screen 325 mesh*. Gambar 2 menunjukkan substrat setelah proses pembakaran $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ sebelum enkapsulasi, dan substrat setelah enkapsulasi ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 2. Substrat sebelum enkapsulasi



Gambar 3. Substrat setelah enkapsulasi

Pembakaran tidak dilakukan pada semua lapisan pasta, pembakaran pada temperatur $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ hanya dilakukan pada material pasta AgPd, Ruthenium kompleks dan Ruthenium oksida sebagai lapisan elektroda kerja, karena tidak semua material pasta memerlukan dan tahan pada suhu pembakaran $850\text{ }^{\circ}\text{C}$. Setelah pembakaran pada temperatur $850\text{ }^{\circ}\text{C}$, substrat yang sudah dilapisi pasta konduktor AgPd, pasta resistor dan lapisan elektroda Ruthenium oksida

sebagai lapisan elektroda kerja kemudian material pasta Ag, dan enkapsulasi dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 5 menit. Pelapisan elektrolit dan gelatin dilakukan setelah proses pembakaran dan pemanasan pasta pada substrat telah selesai.

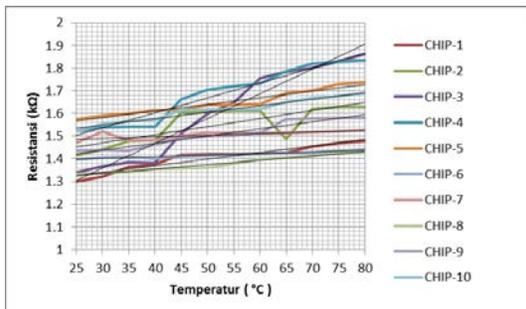
Pengujian yang dilakukan pada elektroda hasil mikrofabrikasi meliputi pengujian nilai resistansi-temperatur pada elektroda sensor temperatur, pengujian elektroda pH pada beberapa sampel larutan dengan pH 2,5, 5,5, 9,5 dan 11,5. Data pengujian kadar pH berbasis potensiometrik dibandingkan dengan pH meter komersial Lutron YK-2005WA.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Pengujian elektroda sensor temperatur

Pengujian dilakukan pada 10 buah *chip* atau substrat berbeda untuk diketahui perubahan nilai resistansinya pada kenaikan temperatur masing-masing 5 °C dari 25-80 °C. Setelah diperoleh data resistansi setiap *chip* kemudian dilakukan pengolahan data berdasarkan persamaan :

$$R_T = R_0 (1 + \alpha \Delta T)$$



Gambar 4. Grafik resistansi-temperatur elektroda sensor temperatur Ru kompleks

Gambar 4. menunjukkan pengaruh perubahan temperatur pada substrat dan lapisan Ruthenium complex sebagai elektroda sensor temperatur. Linieritas yang ditunjukkan grafik tersebut menunjukkan bahwa lapisan elektroda

yang dibentuk di atas substrat alumina dapat digunakan sebagai piranti sensor temperatur dan menjadikan besaran resistansi bahan sebagai thermometric property atau sebagai parameter perubahan nilai temperatur. Pengujian ini bertujuan untuk menentukan koefisien temperatur yang elektroda sensor temperatur pada penelitian ini, untuk memperoleh nilai koefisien tersebut, berdasarkan persamaan $R_T = R_0 (1 + \alpha \Delta T)$ diperlukan pengolahan data dari grafik $R_T = R_0 + R_0 (\alpha \Delta T)$, persamaan linier tersebut sebanding dengan perolehan plot $y = mx + \text{konstanta}$. Y merupakan nilai R_T , m atau gradien merepresentasikan nilai R_0 dan konstanta pada grafik merupakan nilai $R_0 \alpha$. Grafik dihasilkan dari data penelitian menggunakan piranti lunak *Microsoft Excel 2010*. Dari pengolahan data yang dilakukan, kemudian diperoleh persamaan :

$$R_T = (1,341 \pm 0,1314) [1 + (0,002915 \pm 0,001808) \cdot \Delta T]$$

atau,

$$\Delta T = \frac{R_T - R_0}{R_0 \alpha} = \frac{R_T - (1,341 \pm 0,1314)}{(1,341 \pm 0,1314) \times (0,002915 \pm 0,001808)}$$

2. Pengujian elektroda sensor pH

Pengujian dilakukan menggunakan substrat yang telah diuji respon terhadap perubahan temperatur. Strip atau *chip* substrat yang akan digunakan sebagai alat uji dilapisi terlebih dahulu oleh larutan elektrolit KCl 3,5 M yang telah dicampur gelatin 7% dan 9%. Substrat direndam dalam larutan KCl 3,5 M + gelatin selama 5 menit dan dikeringkan pada suhu 100 °C selama 5 menit. Pengujian dilakukan pada larutan dengan pH 2,5, 5,5, 9,5 dan 11,5. Untuk membandingkan dengan hasil bacaan sensor komersial, digunakan alat sensor pH LUTRON YK-2005WA.

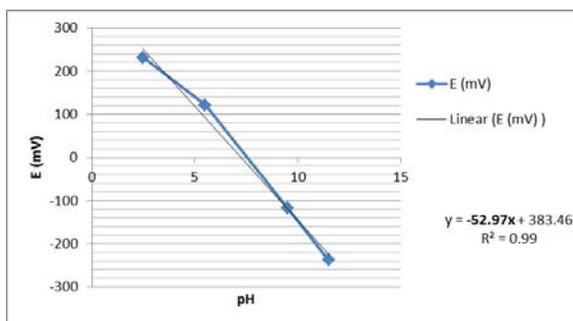
a. Substrat 7% gelatin

Pengujian sensor pH dengan penambahan 7% gelatin dilakukan pada larutan dengan pH 2,5, 5,5, 9,5 dan 11,5. Data yang diperoleh pada pengujian ini ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengujian substrat 7% gelatin

No.	Nilai pH	E (mV)
1	2,5	231,1
2	5,5	121,1
3	9,5	-117
4	11,5	-237,5

Grafik linieritas Nerst dari pengujian sensor pH pada substrat 7% gelatin ditunjukkan pada Gambar 3. Pengujian ini menghasilkan sensitivitas pengukuran pada temperatur 25 °C sebesar 52,97 mV/pH, nilai tersebut diperoleh dari gradien Nerst yang diperoleh dari data pengujian yang tersaji pada Tabel 1.



Gambar 3. Grafik Nerst pengujian substrat 7% gelatin

b. Substrat 9% gelatin

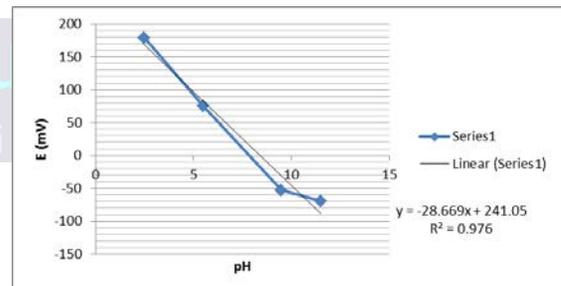
Pengujian yang dilakukan pada substrat 9% gelatin dilakukan pada larutan yang sama yang digunakan pada pengujian sebelumnya.

Tabel 2. Menunjukkan data perolehan pengujian ini.

Tabel 2. Hasil pengujian substrat 9% gelatin

No.	Nilai pH	E (mV)
1	2,5	179,2
2	5,5	75,8
3	9,5	-52,8
4	11,5	-69,4

Grafik linieritas Nerst dari data berdasarkan Tabel 2 Ditunjukkan pada Gambar 4. Nilai sensitivitas yang diperoleh pada pengujian ini sebesar 28,669 mV/pH.

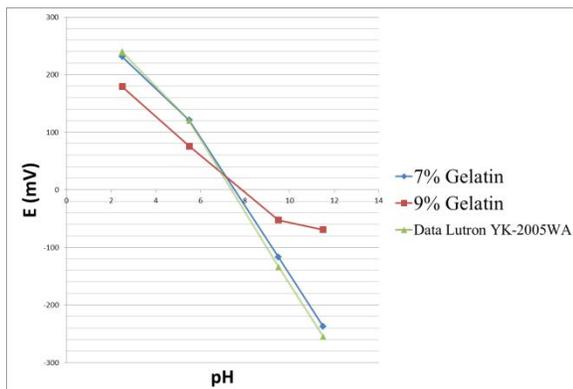


Gambar 4. Grafik Nerst pengujian substrat 9% gelatin

Dari pengujian yang dilakukan dapat diperoleh informasi akurasi sensitivitas yang dimiliki elektroda sensor pH hasil fabrikasi dibandingkan dengan nilai ideal Nerst dan nilai pH meter komersial Lutron YK-2005WA. Data akurasi sensitivitas ditunjukkan pada Tabel 3 dan Gambar 5.

Tabel 3. Data akurasi sensitivitas

Presisi Pengukuran Sensitivitas Pada Suhu 25°C			
	Substrat 7% Gelatin	Substrat 9% Gelatin	Lutron YK-2005WA
Ideal	89,54%	48,46%	94,68%
Lutron	94,57%	51,18%	100%



Gambar 5. Plot grafik pengujian substrat 7% gelatin, substrat 9% gelatin dan pH meter komersial Lutron YK-2005WA

3. Pengujian sensor pH pada variasi temperatur

Pengujian ini dilakukan menggunakan larutan dengan pH 2,5, 5,5, 9,5 dan 11,5 pada temperatur 25, 45, dan 65 °C. Pengujian dilakukan menggunakan dua buah *chip* atau substrat dengan penambahan 7% dan 9% gelatin.

a. Substrat 7% gelatin

Pengujian yang dilakukan pada substrat ini menghasilkan data sensitivitas pengukuran dengan tingkat akurasi pada temperatur 25, 45 dan 65 °C berturut-turut adalah 89,54%, 84,22% dan 80,02%.

b. Substrat 9% gelatin

Pengujian pada substrat dengan penambahan 9% gelatin pada lapisan elektrolit di atas elektroda referensinya, menghasilkan tingkat akurasi pengukuran sensitivitas dibandingkan nilai ideal Nerst pada

temperatur 25, 45, dan 65 °C berturut-turut adalah 48,46%, 45,78% dan 43,63%.

KESIMPULAN

1. Persamaan hubungan resistansi-temperatur yang diperoleh dari pengujian dan pengolahan perolehan data elektroda sensor temperatur Ruthenium oxide adalah $R_T = (1,341 \pm 0,1314) [1 + (0,002915 \pm 0,001808).\Delta T]$.
2. Persamaan Nerst yang diperoleh pengujian substrat dengan penambahan gelatin 7% dan 9% pada temperatur 25 °C adalah $E = 383,46 - 52,97 \text{ pH}$ dan $E = 241,05 - 28,669 \text{ pH}$ dalam satuan millivolt. Tingkat akurasi pengukuran oleh substrat dengan penambahan 7% gelatin adalah 89,54% dibandingkan dengan nilai ideal, dan 94,57% dibandingkan dengan pengukuran sensor pH komersial. Tingkat akurasi pengukuran oleh substrat dengan penambahan 9% gelatin adalah 48,46% dibandingkan dengan nilai ideal, dan 51,18% dibandingkan dengan pengukuran sensor pH komersial.
3. Pengujian sensor mikrofabrikasi pada larutan bertemperatur 25, 45 dan 65 °C memiliki tingkat akurasi antara lain :
 - a. Substrat dengan 7% gelatin memiliki akurasi pengukuran pada temperatur 25, 45 dan 65 °C berturut-turut adalah 89,54%, 84,22% dan 80,02%.
 - b. Substrat dengan 9% gelatin memiliki akurasi pengukuran pada temperatur 25, 45 dan 65 °C berturut-turut adalah 48,46%, 45,78% dan 43,63%.

DAFTAR PUSTAKA

- Baron, J. J., Ashton, C., & Geary, L. (2006). The Effects of Temperature on pH Measurement. *Internatioanl Society of Electrochemistry*.

Charles, H. A., & Sampson, R. M. (1993).
*Electronic Materials & Processes
Handbook*. Singapore: McGraw-Hill
Book Co.

Daud, N., Ven Chan, C., Tuhaime, N. A.,
Beng Ti, T., Rais, N. A., & Marzuki,
Z. S. (2013). Characterization of
Electrolyte Layer for Dissolved
Oxygen Sensor. *International
Conference on Chemical,
Agricultural and Medical Sciences
(CAMS-2013)*. Kuala Lumpur.

Glanc-Gostkiewicz, M., Sophocleous, M.,
Atkinson, J. K., & Garcia-Breijo, E.
(2012). *Performance of Miniaturised
Thick-Film Solid State pH Sensors*.
Elsevier Ltd.

Gonick, L., & Criddle, C. (2006). *Kartun
Kimia*. Jakarta: KPG.

Simonis, A., Krings, T., Luth, H., Wang, J.,
& Schonung, M. J. (2001). A Hybrid
Thin-Film pH Sensor with Integrated
Thick-Film Reference. *Sensors*, 183-
192.

Singer, M. J., George, H. A., Childers, C.
D., & Merrill-Davies, M. L. (October
2012). What Is pH and Why Do We
Care? *Publication 8488*.
Agriculture and Natural Resources
University of California.

Sirait, S. T. (2009). *Pengukuran Resistansi
Logam dan Hubungannya Terhadap
Temperatur*. Tesis: Physics Teaching
Institut Teknologi Bandung.

