

FABRIKASI BIOTRANDUSER DENGAN METODE AMPEROMETRIK STUDI AWAL SENSOR UNSUR HARA TANAH

Aminuddin Debataraja

Lab. Smart Sensors and Intelligent Sistem
Electrical Engineering, State Polytechnic Of Jakarta,
Jl. Prof. DR. G.A. Siwabessy Kampus Baru Universitas
Indonesia Depok, 16425, Jawa Barat, Indonesia.
e-mail: adebataraja@elektro.pnj.ac.id

Hiskia, Robeth V. M

Research Center for Electronic & Telecommunication
Kampus LIPI Jl. Sangkuriang Gd. 20 Lt. 4
Bandung 40135. Jawa Barat, Indonesia
e-mail: hiskia@ppet.lipi.go.id

Abstract— Dalam artikel dibahas perancangan desain tata letak dan fabrikasi elektroda atau transduser, yaitu elektroda kerja (*working*), dan elektroda bantu (*auxiliary*) berbahan emas melalui proses *Thick Film*, serta elektroda referensi berbahan Ag|AgCl melalui proses *electroplating*. Dalam pengujian empat buah sample dari elektroda referensi dengan beda potensial yang diperoleh terhadap elektroda referensi acuan pada kisaran 97 – 100 mV. Secara umum kinerja elektroda referensi Ag|AgCl dapat dikatakan cukup baik. Hasil pengujian tegangan eksternal optimum menunjukkan pemberian tegangan potensial yang berlebih ($> 0,8V$) dapat mengakibatkan terjadinya over-oksidasi pada permukaan elektroda *working*. Hal ini mengakibatkan terjadi degradasi kualitas dari elektroda yaitu terlihat bahwa permukaan emas pada elektroda *working* terjadi pembentukan senyawa sebagai akibat oksidasi-reduksi. Dengan demikian penentuan tegangan eksternal optimum sangat penting untuk menjaga kinerja strip biosensor, dari data karakterisasi pada grafik yang ditunjukkan, bahwa bio-sensor bekerja pada kisaran 0,39 – 0,79 V. Namun over-oksidasi terjadi pada rentang maksimum di atas 0,8 V sehingga dipilih tegangan optimum pada rentang tegangan 0,3 – 0,8 V.

Keywords—*Amperometrik, Biosensor, Elektroda*

I. Pendahuluan

Penelitian pendahuluan yang berkaitan mengenai perancangan dan pembuatan divais sensor ion nitrat dengan menggunakan membran konduktif polimer pirol sebagai elemen sensitifnya telah dilakukan [1-6]. Dalam Penelitian pendahuluan ini telah membuat prototipe biotransduser amperometrik dan konfigurasi tiga elektroda (*working*, *reference* dan *counter*) serta menggunakan metode pelapisan teknologi film tebal (*thick film*). Melalui teknik fabrikasi film tebal diharapkan dapat dilakukan proses miniaturisasi elektroda sensor yang terintegrasi ke dalam satu strip dan teknik fabrikasi film tebal belum dilakukan dalam penelitian-penelitian terdahulu seperti dijelaskan di atas. Material yang

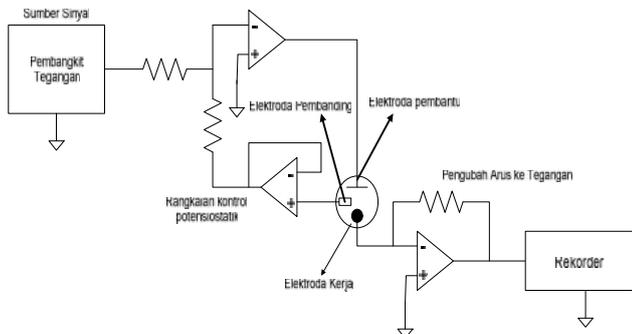
digunakan untuk elektroda kerja (*working*) dan pembantu (*Counter/Auxiliary*) adalah menggunakan pasta emas (Au) sedangkan elektroda pembanding (*reference*) menggunakan pasta perak|perak klorida atau Ag|AgCl. Sedangkan membran sensitif ion nitrat yang akan digunakan berbahan polimer konduktif pirol yang *didoping* ion nitrat dan proses pembentukan membran tersebut melalui proses elektro polimerisasi [Birrell, S.J. and J.W. Hummel, 2000; Fedurco M, Kedzierzawski. P, and Augustynski J, 1999; Inzelt, G, 2008]. Prototip divais sensor nitrat yang berhasil dibuat telah dilakukan pengujian dan karakterisasi awal akan tetapi terdapat beberapa kekurangan yang membutuhkan penyempurnaan diantaranya adalah bentuk tata letak elektroda, kinerja membran sensitif ion [7-10]. Sehingga pada usulan kegiatan penelitian ini akan difokuskan kepada proses penyempurnaan desain dan tahapan fabrikasi divais sensor ion nitrat serta dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai tingkat ketebalan membrane yang optimum sehingga sensitivitas membran juga meningkat [11-13]. Selain itu sistem sensor ion nitrat ini juga akan dilengkapi dengan rangkaian pengkondisi sinyal dan data akuisisi. Rangkaian data akuisisi ini meliputi bagian pengontrol yang menggunakan *micro controller*, konverter analog ke digital, media penyimpanan data, bagian antar muka berbasis USB untuk komunikasi dengan komputer, bagian *display* (LCD ataupun *seven segment*) serta bagian komunikasi radio yang memungkinkan sistem ini terintegrasi dengan sistem jaringan sensor nirkabel

Prinsip pengukuran amperometrik adalah pengukuran besar arus yang mengalir pada elektroda kerja dan elektroda pembantu (*auxiliary*), dimana beda potensial eksternal diberikan pada elektroda referensi [Grundler, P., 2007, Skoog, D.1992]. Besar arus yang mengalir sebanding dengan besar konsentrasi ion unsur yang diukur. Konfigurasi elektroda pada prinsip amperometrik adalah menggunakan tiga elektroda, dimana ketiga jenis elektroda yang digunakan adalah elektroda kerja (*working*), referensi (*reference*) dan *counter*. Elektroda kerja berfungsi sebagai tempat dimana reaksi terhadap analit yang diukur terjadi. Elektroda referensi berfungsi sebagai sumber potensial standar dan stabil dibandingkan dengan

elektroda kerja, jenis material yang umum digunakan adalah Ag|AgCl atau Hg|Hg₂Cl₂. Sedangkan jenis *material inert* seperti platinum, emas atau graphite banyak digunakan sebagai material dasar dari *counter electrode*. Larutan elektrolit pendukung diperlukan untuk mengontrol potensial yang diberikan sehingga menghilangkan efek migrasi elektron, memperkecil resistansi larutan dan menjaga konstanta kuat ionik [Skoog, D., 1992]. Besar arus yang mengalir dapat ditentukan dengan persamaan Nernst di bahwa ini,

$$i = nFAD_A \left(\frac{\partial c_A}{\partial x} \right) \tag{1}$$

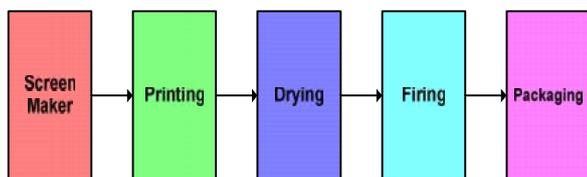
Dari persamaan (1), *i* adalah arus yang mengalir dalam satuan ampere, *n* adalah jumlah mol electron per mol analit, *F* adalah konstanta Faraday, *A* adalah luas permukaan elektroda dalam cm², *D_A* adalah koefisien difusi A dalam cm² detik⁻¹, dan *c_A* adalah konsentrasi A dalam mol cm⁻¹. Sedangkan $\frac{\partial c_A}{\partial x}$ merupakan kemiringan (*gradient*) bagian permulaan dari profil konsentrasi [14-16]. Rangkaian ekivalen proses pengukuran dengan metode amperometrik dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Skema peralatan untuk pengukuran amperometrik

Teknologi Film Tebal merupakan salah satu bagian dari teknologi proses mikroelektronika untuk fabrikasi komponen komponen elektronika secara *screen-printing*. Sejak pertengahan tahun 1960, teknologi proses thick film telah digunakan untuk meminiaturisasi suatu rangkaian elektronika ke dalam sebuah keping substrate, karena kemampuannya menghasilkan jalur konduktor yang sangat kecil (*fine line*).

Proses film tebal (*thick film process*) seperti pada gambar 2, terdiri dari beberapa tahap yang meliputi pembuatan *screen*, pencetakan, pengeringan (*drying*), pembakaran (*firing*), trimming dan sejumlah proses tambahan lain seperti proses pemasangan kaki (*lead frame*) dan pengemasan (enkapsulasi)[17-21].

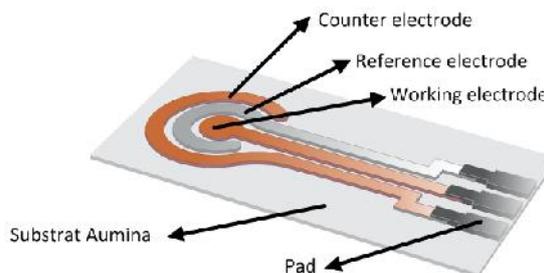


Gambar 2. Tahapan Fabrikasi Teknologi Film Tebal.

II. Metode Penelitian

2.1 Perancangan Tata Letak Elektroda.

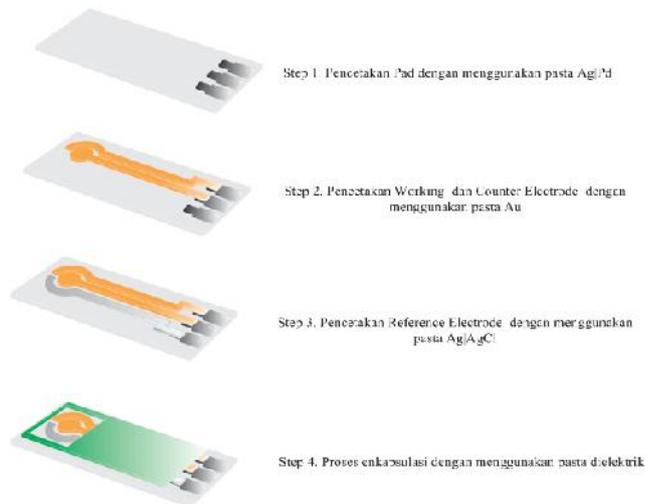
Perancangan desain tata letak elektroda sensor didasari oleh spesifikasi rancangan sensor yang dibuat seperti gambar 3, konfigurasi tiga elektroda yaitu elektroda kerja (*working*), elektroda referensi (*reference*) dan elektroda bantu (*auxiliary*). Dimensi dari elektroda disesuaikan dengan kemampuan maksimal dari peralatan fotolitografi dan *screen printer* yang dimiliki dalam proses teknologi film tebal itu sendiri. Berikut ini adalah hasil perancangan tata letak dari elektroda sensor.



Gambar 3. Tata letak dan dimensi elektroda biosensor.

2.2 Fabrikasi elektroda biosensor.

Pada gambar 4 ditunjukkan proses fabrikasi elektroda biosensor mengikuti step proses teknologi film tebal, sedangkan tahapan pencetakan elektroda disesuaikan dengan bahan yang digunakan bagi tiap-tiap elektroda. Berikut ini tahapan proses pencetakan dari elektroda biosensor.



Gambar 4. Tahapan fabrikasi elektroda biosensor.

2.3 Pengujian Kestabilan Elektroda Referensi.

Pengujian kestabilan elektroda referensi dilakukan dengan melakukan pengukuran beda tegangan yang terjadi antara prototip elektroda referensi yang dibuat dengan elektroda referensi acuan (standar) di dalam larutan elektrolit jenuh. Jenis elektroda referensi acuan yang digunakan adalah *reference electrode double junction* dari Accumet.

III. Hasil Dan pembahasan

3.1 Hasil Fabrikasi Elektroda Biosensor

Pada gambar 5, merupakan prototype hasil proses fabrikasi elektroda biosensor dengan menggunakan teknologi film tebal,



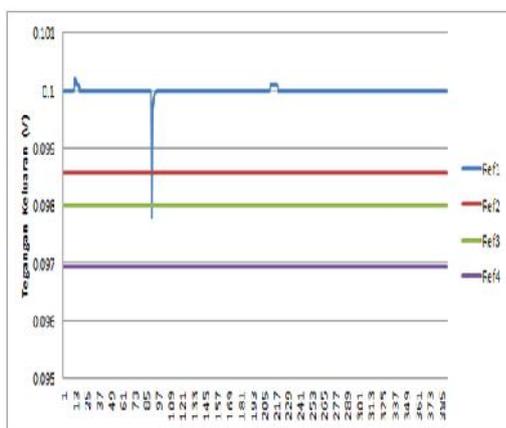
Gambar 5. Hasil fabrikasi elektroda

3.2 Hasil Pengujian dan Karakterisasi

3.2.1 Pengujian Kinerja Elektroda Referensi

Pengujian kinerja elektroda referensi Ag|AgCl ini bertujuan untuk memantau kestabilan tegangan yang dihasilkan oleh elektroda seperti ditunjukkan pada gambar 6. Faktor kestabilan sangatlah memegang peranan penting dalam pengujian dengan menggunakan teknik amperometrik konfigurasi tiga elektroda. Pengujian dilakukan dengan membandingkan tegangan yang dihasilkan melalui proses potensiometri dengan elektroda referensi Ag|AgCl komersial yang diperoleh dari Accumet terhadap larutan elektrolit KCL dengan konsentrasi 0,1 M.

Dalam proses ini telah dilakukan pengujian empat buah sample dari elektroda referensi dengan beda potensial yang diperoleh terhadap elektroda referensi acuan pada rentang 97 – 100 mV. Sedangkan rentang waktu pengujian dilakukan selama 5 – 10 menit. Berikut grafik respon uji kestabilan dari elektroda referensi biosensor uric acid.

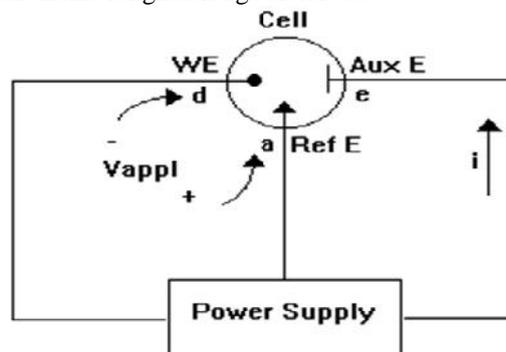


Gambar 6. Hasil pengujian kinerja elektroda referensi.

Secara umum kinerja elektroda referensi Ag|AgCl dapat dikatakan cukup baik {stabil} dan dapat digunakan pada divais biosensor *uric acid*.

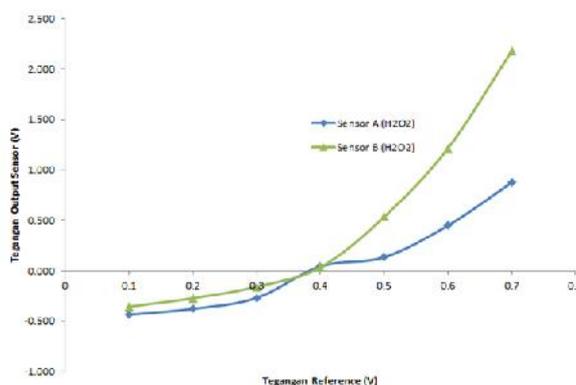
3.2.2 Pengujian Tegangan Eksternal Optimum

Prinsip kerja pengukuran biosensor *uric acid* ini berdasarkan pada pengukuran arus sebagai akibat reaksi enzimatik antara elektroda *working* dan *reference* dengan menggunakan skema rangkaian tiga elektroda.



Gambar 7. Skema rangkaian tiga elektroda.

Seperti yang diperlihatkan pada gambar 7 di atas, tegangan potensial eksternal diberikan pada elektroda referensi sedangkan arus mengalir sebagai akibat reaksi enzimatik diukur dari elektroda *working* dengan *auxiliary*, oleh karena itu perlu di lakukan pengujian besar tegangan eksternal optimum yang dapat *drive* sensor bekerja se-optimum mungkin. Pemberian tegangan eksternal yang berlebih juga dapat menyebabkan elektroda mengalami degradasi kinerja karena terjadi over-oksidasi. Untuk menentukan besar tegangan eksternal yang akan digunakan, maka dilakukan penapisan beberapa besar tegangan (0.00 volt, 0.10 volt, 0.20 volt, 0.30 volt, 0.40 volt, 0.50 volt, 0.60 volt, 0.70 volt, 0.80 volt) pada *working* elektroda (tanpa enzim) untuk substrat H₂O₂ 0.1 mM. Kuat arus yang terbaca kemudian dibandingkan untuk setiap besar tegangan yang digunakan. Percobaan dilakukan selama 90 detik pada tiap tegangan. Semakin tinggi tegangan maka kuat arus yang dihasilkan semakin meningkat pada substrat H₂O₂ 0.1 mM.



Gambar 8. Grafik perbandingan tegangan eksternal terhadap kuat arus untuk elektroda kerja.

Dari gambar 8 grafik di atas dapat di ambil kesimpulan bahwa pemberian tegangan potensial yang berlebih ($> 0,8V$) dapat mengakibatkan terjadinya over-oksidasi pada permukaan elektroda *working*. Hal ini mengakibatkan terjadi degradasi kualitas dari elektroda yaitu terlihat bahwa permukaan emas pada elektroda *working* terjadi pembentukan senyawa sebagai akibat oksidasi-reduksi.

Dengan demikian penentuan tegangan eksternal optimum sangat lah penting untuk menjaga kinerja strip biosensor, dari data karakterisasi pada grafik yang ditunjukkan pada gambar 10, bahwa bio sensor bekerja pada kisaran $0,4 - 0,7V$. Namun over-oksidasi terjadi pada rentang maksimum di atas $0,8 V$ sehingga dipilih tegangan optimum pada rentang tegangan $0,4 - 0,7 V$.

IV. Kesimpulan

Pembuatan elektroda biosensor dan hasil uji kinerja kestabilan dari elektroda referensi memperlihatkan bahwa elektroda referensi yang telah dibuat memiliki tingkat kestabilan yang cukup baik. Sedangkan untuk pengujian tegangan eksternal optimum yang diberikan pada elektroda biosensor memperlihatkan bahwa biosensor bekerja pada kisaran $0,9 - 0,79 V$. Namun over-oksidasi terjadi pada rentang maksimum di atas $0,8 V$ sehingga dipilih tegangan optimum pada rentang tegangan $0,3 - 0,8 V$.

Dari hasil kegiatan ini diharapkan elektroda biosensor ini akan dilakukan proses selanjutnya, rancang bangaun instrument yaitu pengkondisi sinyal, kuisisi data, aktuator sebagai prototip instrument biosensor untuk dapat diaplikasikan pada sensor unsur hara tanah pertanian.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada DP2M-DIKTI Program Hibah Bersaing Tahun Anggaran 2013 yang telah mendukung melalui anggaran penelitian sehingga kegiatan penelitian ini dapat dilakukan, dan Lab. PPET-LIPI yang telah menyediakan Lab. Dalam pembuatan proses fabrikasi.

Daftar Pustaka

- [1] Artigas J, Jimenez C, Development of a screen-printed thick film nitrat sensor based on a graphite-epoxy composite for agriculture applications. *Sensor and Actuators*. 2002
- [2] Andreas H., Oliver B., Christoph H., Henry B., "Microfabrication Techniques for Chemical/Biosensors", *Proceeding of The IEEE*, Vol. 91, No. 6, June 2003. pp. 839-863.
- [3] Atkinson, J.K., Cranny, A.W.J., Glasspool, W.N., Mihell, J.A., "An Investigation of the performance characteristics and operational lifetimes of multi element thick film sensor arrays used in the determination of water quality parameters", *Sensors and Actuators B*, Vol. 54, pp. 215-231. 1999.
- [4] Arnon, D.I. and P.R. Stout. The essentiality of certain elements in minute quantity for plants with special reference to copper. *Plant Physiol*. 14:371-375. 1939.
- [5] Bendikov, T.A, Harmon, T.C., A sensitive nitrat ion selective electrode from a pencil lead, *Journal of Chemical Education*. 2004.
- [6] Birrell, S.J. and J.W. Hummel, Membrane selection and ISFET configuration evaluation for soil nitrat sensing. *Trans. ASAE* 43(2): 197-206. 2000
- [7] Blackmoore S, Precision farming: an overview. *Agriculture engineer*. 49(3): 86-88. 1994.
- [8] Barker, A., and Pilbeam, D. *Handbook of Plant Nutritions*, Taylor & Francis Group. 2007.
- [9] C. C. Liu, P. J. Hesketh, and G. W. Hunter, "Chemical Microsensors", *The Elektrokimia Society Interface* • Summer 2004, pp. 22-27.
- [10] E. Bakker, "Electrochemical sensor", *Anal. Chem*, 76, pp. 3285- 3298. 2004
- [11] Bandikov, T. Harmon, T. " Development and environmental application of a nitrate selective microsensor based on doped polypyrrole films". *Sensors & Actuators*. Elsevier. 2005
- [12] Fenelon, A.M, B, Carmel. "The electropolymerization of pyrrole at a CuNi electrode: corrosion protection properties". *Corrosion Science*, Vol. 45, Issues 12. pp. 2837-2850. Elsevier. 2003
- [13] Fedurco M, Kedzierzawski. P, and Augustynski J, Effect of multivalent cations upon reduction of nitrat ions at the Ag electrode. *Jurnal of the Electrochemical Society*, 146, no.7, 2569. 1999.
- [14] Haskard, M., and Pitt, K. *Thick Film Technology and Applications*, Elektrokimia Publications. 1997.
- [15] Haskard, Malcolm R. "*Thick Film Hybrid Manufacture and Design*", Prentice Hall. 1998.
- [16] Inzelt, G, *Conducting Polymers: A new era in electrochemistry*. Springer-Verlag, ISBN: 978-3-540-75929-4 Inzelt, G, (2008), *Conducting Polymers: A new era in electrochemistry*. Springer-Verlag, ISBN: 978-3-540-75929-4. 2008.
- [17] Killian, J.G, B.M. Coffey, F.Gao. "Polypyrrole Composite Electrodes in All-Polymer Battery System". *J.Electrochem. Soc.*, Vol. 143, Issue 3, pp. 936-942. 1996.
- [18] Li, G, Wang, Y, Xu, H, A hydrogen peroxide sensor prepared by electropolymerization of pyrrole based on screen printed carbon paste electrodes, *Sensors*, 7, ISSN: 1424-8220, 239-250 p. 2007.
- [19] Silber, A., Bisenberger, M., Brauchle, C., and Nampp, N. "*Thick Film Multichannel Biosensor for Simultaneous Amperometric and Potentiometric Measurement*" *Sensors and Actuators B*, 30, 127-132. 1996
- [20] Sadki, S, P. Schottland, N. Brodie, G. Sabouraud. "The Mechanism of pyrrole electropolymerization" *The Royal Society of Chemistry Journal*, 29, 283-293. 2000.
- [21] Tymecki L, Glab S. Miniaturized, Planar Ion-selective Electrodes Fabricated by Means of Thick-film Technology. *Sensors*, ISSN 1424-8220. <http://www.mdpi.org/sensors>. 2006.