

THICK-FILM SENSORS WITH NANOPATTERNED ELECTRODES FOR HEAVY METALS DETECTION

Eva Flodrová

Bachelor Degree Programme (1), FEEC, VUT
E-mail: xflodr00@stud.feec.vutbr.cz

Supervised by: Jan Prášek

E-mail: prasek@feec.vutbr.cz

ABSTRACT

This paper deals with problem of mercury drop electrodes replacement in classical polarography by more ecological solid electrodes. The screen-printed thick-film amperometric sensor was prepared for modification by nanostructures. Carbon nanotubes were grown directly on a working electrode. The modified electrode is very perspective in heavy metal detection using electrochemical methods because of detection properties improvement. We were able to determine units of $\mu\text{mol/L}$ of cadmium.

1. ÚVOD

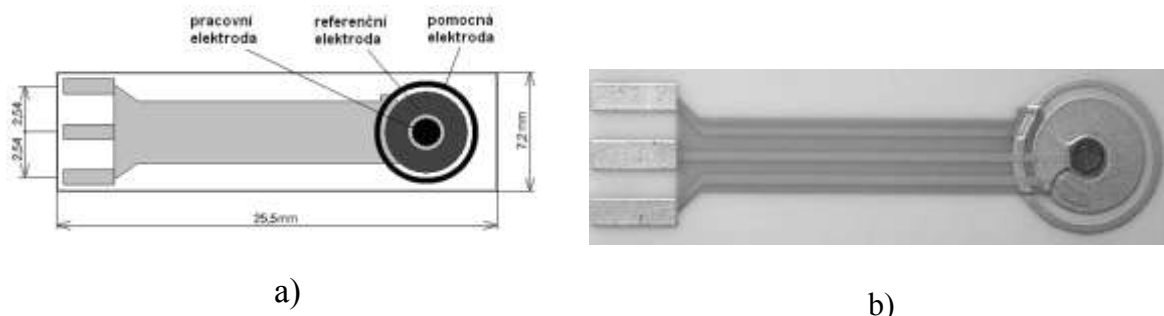
Se zvyšujícím se znečištěním životního prostředí roste nutnost ochrany před toxickými látkami, hlavně těžkými kovy. Jednou ze spolehlivých, rychlých a nenákladných metod pro detekci těžkých kovů je elektrochemická analýza. V počátcích polarografie se využívalo elektrod v podobě kapající rtuťové kapky. Dnes je snahou vzhledem k toxicitě rtuťové elektrody od ní ustoupit i přes její vynikající vlastnosti. Z tohoto důvodu jsou hledány nové druhy, většinou tuhých, elektrod. Jednou z možností výroby tuhých elektrod je využití tlustovrstvé (TLV) technologie.

Jde o technologicky nenáročný výrobní proces, který se běžně využívá pro výrobu hybridních integrovaných obvodů, prototypů a nekonvenčních aplikací. Mezi nekonvenční aplikace tlustovrstvé technologie patří i tuhé elektrody obsažené ve struktuře TLV senzorů. Mezi hlavní výhody TLV senzorů patří malé rozměry, nízká cena a různorodost použitých materiálů [1].

Citlivost a selektivita TLV senzorů nedosahují takových hodnot, jako je tomu u rtuťové kapkové elektrody. Výsledkem je neustálá snaha o zlepšení těchto parametrů. Toho lze nejlépe docílit zvětšením plochy pracovní elektrody. U tlustovrstvé technologie to však vede k nežádoucímu zvětšení výsledných rozměrů senzoru. Řešením může být vytvoření tzv. 3D struktury na pracovní elektrodě senzoru. V tomto článku je dále popsána 3D struktura, vytvářená uhlíkovými nanotrubicemi, které jsou tvořeny růstem přímo na ploše pracovní elektrody.

2. VÝROBA SENZORU

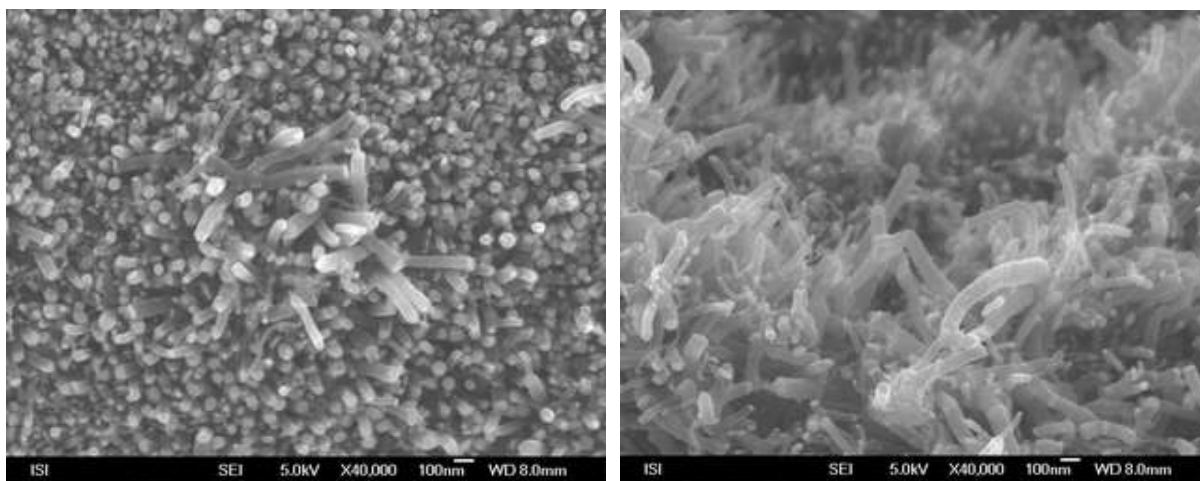
tlustovrstvý senzor (Obrázek 1) byl pomocí sítotisku vytvořen na korundovém substrátu. Na pracovní i referenční elektrodu byla použita stříbrná vodivá pasta ESL 9912 – D (ESL ElektroScience, UK).



Obrázek 1: a) Návrh tlustovrstvého senzoru.

b) Vyrobený tlustovrstvý senzor.

Povrch elektrod byl modifikován nanotrubicemi. Na elektrody byla nanесena tenká vrstva katalyzátoru, z níž pak vznikaly nanočástice. V tomto případě byla vakuovým napařováním nanесena 10 nm tlustá vrstva niklu. Vícestěnné uhlíkové nanotrubice (Obrázek 2) byly deponovány v mikrovlném výboji za atmosférického tlaku buzeného ve směsi plynů CH_4 , H_2 a Ar. Aparatura (MU Brno) pro buzení tohoto výboje byla tvořena mikrovlnným generátorem pracujícím na frekvenci 2,45 GHz.



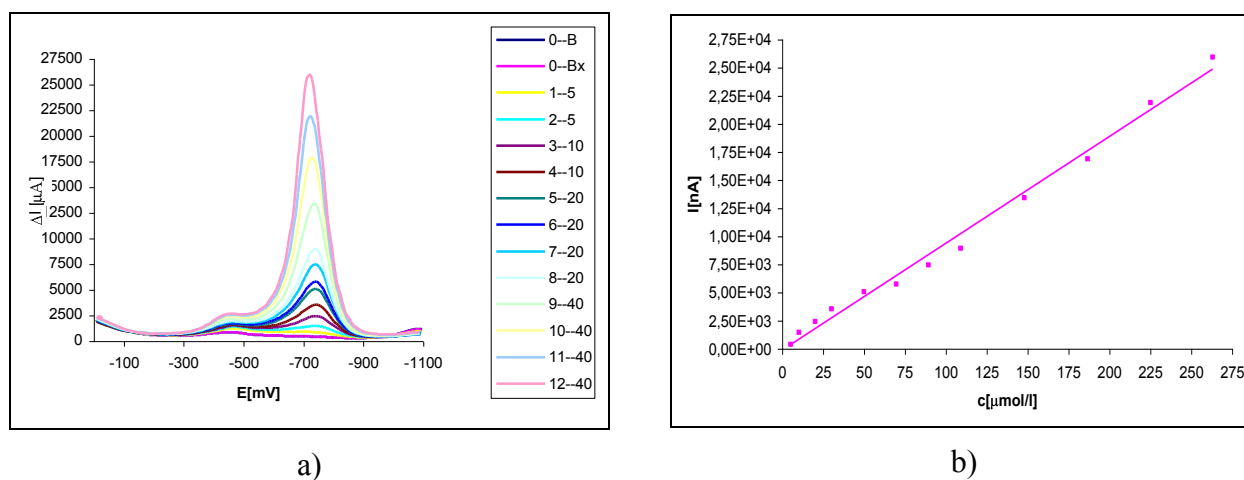
Obrázek 2: Uhlíkové nanotrubice.

Je možné vytvořit mnoho typů senzorů lišících se výslednými parametry. Velikost částic katalyzátoru ovlivňuje průměr nanotrubic. Typ použitého katalyzátoru a tloušťka jeho vrstvy, pohybující se v rozmezí 1 – 20 nm, má vliv na výsledné vlastnosti senzoru. Významnou roli mají i parametry samotné depozice [2]. Cílem je vytvořit definovanou kompozici nanotrubic.

3. MĚŘENÍ

Základem celého měření bylo sledování proudových odezev při cyklických změnách potenciálu. Tím byly získány píky poukazující na přítomnost analytu. Ze změny proudové odezvy v závislosti na koncentraci analytu v roztoku byla vytvořena kalibrační křivka, která byla použita pro celkové vyhodnocení citlivosti senzoru (Obrázek 3 b).

Pro měření byla použita metoda cyklické diferenční pulsní voltametrie v potenciálovém rozsahu od 0 V do -1,1 V při skenovací rychlosti 10 mVs^{-1} . Základním roztokem, do něhož byl přidáván analyt, byl roztok KCl s koncentrací 1 M. Analytem byl 10 mM roztok CdCl_2 , který byl postupně přidáván v rozsahu 0 až $270 \mu\text{mol l}^{-1}$. Tím se zjišťovala schopnost detekce těžkých kovů pro různé koncentrace (Obrázek 3a). Celé měření probíhalo při pokojové teplotě (25°C)



Obrázek 3: a) Odezva senzoru.
b) Kalibrační křivka.

4. ZÁVĚR

V této práci byl popsán způsob modifikace pracovních elektrod senzorů pomocí uhlíkových nanotrubic. Funkčnost této metody byla potvrzena experimentálním měřením. Uvedené výsledky ukazují, že je senzor schopný detekovat koncentraci kadmia $10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ z měřeného analytu.

LITERATURA

- [1] PRÁŠEK, J., HUBÁLEK, J., ADÁMEK, M., JAŠEK, O., ZAJÍČKOVÁ, L. Nano-patterned Working Electrode with Carbon Nanotubes Improving Electrochemical Sensors In Proceedings of 5th IEEE International Conference on Sensors, IEEE-Sensors 2006. IEEE Sensors 2006. Daegu, Korea: IEEE, Korea, 2006, s. 1253 - 1256, ISBN 1-4244-0376-6
- [2] MATĚJKOVÁ, J. – JAŠEK, O.: Depozice uhlíkových nanotrubic metodou PECVD a jejich analýza, www.isibrno.cz/lem/akt/seminar04-05-06.pdf