

THE INCREASE OF ELECTROCHEMICAL SENSOR ELECTRODE SURFACE BY WIRE BONDING TECHNOLOGY

Michal Štekovič

Master Degree Programme (2), FEEC BUT

E-mail: xsteko00@stud.feec.vutbr.cz

Supervised by: Martin Adámek

E-mail: adamek@feec.vutbr.cz

Abstract: The miniature electrochemical sensors can be produced by thick-film technology. The design of standard thick-film electrode construction is limited (2-D planar construction, substrate dimensions, resolution, paste parameters, etc.). Therefore the only way to increase of electrode surface is 3-D structuring. This work deals with one of unconventional methods to increase of working electrode surface by wire bonding.

Keywords: electrochemical sensor, wire bonding, thick film technology

1. ÚVOD

Senzorová technika je využívána v řadě různých odvětví k získávání nových informací o jevech vyskytujících se v daném procesu, k jejich monitorování a následnou regulaci nežádáných stavů.

Elektrochemické metody detekce látek v roztocích prodělaly od svého vzniku řadu změn. Pro svou toxicitu se přestává používat klasická rtuťová kapková elektroda, vynalezená Jaroslavem Heyrovským, a je nahrazována pevnou stacionární elektrodou [1]. Je snahou pomocí nově vzniklých senzorů dosáhnout stejně kvalitativních výsledků a zároveň celý elektrodový systém miniaturizovat. To by přineslo snazší používání a snížení ceny výsledného procesu měření. Jako perspektivní technologie pro výrobu elektrochemických senzorů se jeví technologie tlustých vrstev. Tato technologie umožňuje vytvářet struktury s rozlišením až stovky μm na keramickém nebo skleněném substrátu a vyznačuje se dobrou mechanickou i chemickou odolností [1],[2]. Jsou vytvářeny senzory s upravenou velikostí, tvarem i materiálem elektrod, aby vyhověly nárokům všech odvětví. Je snahou vytvořit senzor s co největší citlivostí a s co nejnižší hodnotou limitu detekce zkoumané látky. To je možné docílit zvětšením aktivní plochy senzoru.

2. ROZBOR

Ponoří-li se elektrody do roztoku a připojí se k napětí, začne vzniklým elektrickým obvodem protékat proud. Tento elektrický proud je způsoben pohybem elementárních elektricky nabitých částic. V kovech je tento proud dán tokem elektronů, v elektrolytu tuto funkci plní ionty. Vzniklý proud je ovlivňován napětím, vloženým na elektrody, a množstvím volných nabitých částic v okolí elektrody. Zvýší-li se aktivní plocha elektrod, elektrochemická reakce bude moci probíhat na větší ploše a zvýší se tak pravděpodobnost interakce iontů roztoku s plochou kovové elektrody. Tím se zvýší také proudová odezva elektrodového systému [3].

V poslední době se upouští od dvoelektrodového systému měření, jelikož vzniklý proud mezi pracovní a referenční elektrodou způsoboval napěťovou nestabilitu referenční elektrody a to vedlo ke zkreslení výsledků. Dvoelektrodový systém se nahrazuje tří nebo čtyřelektrodovým doplněným o jednu popř. dvě pomocné elektrody, které odvádějí proud z referenční elektrody [1].

2.1. SENZORY

Pro měření byl vybrán klasický tlustovrstvý senzor typu S-2 viz. obrázek 1a. Tento senzor je určen pro dvou i tříelektrodové měření. Pracovní elektroda je vyrobena ze zlata, referenční ze stříbra a pomocná elektroda je platinová. Protože je proudová odezva planárního elektrodového systému dána Cottrellovou rovnicí přímo úměrná její aktivní ploše, byly na povrch pracovní elektrody pomocí metody wire bonding nasvářeny zlaté drátky, které zvýšily celkovou plochu pracovní elektrody viz. obrázek 1b. Jako reference, ke které byly vztahovány všechny výsledky, byly použity SESV elektrody od firmy Elektrochemické Detektory s.r.o., Turnov. Jako pracovní elektroda byla použita SESV 20, pomocná SESV 27 a jako referenční skleněná Ag/AgCl elektroda RAE 111 od firmy Monokrystaly Turnov viz obrázek 1c.



Obrázek 1: Typy použitých senzorů : a) tlustovrstvý senzor typu S-2, b) nasvařované Au drátky na pracovní elektrodě, c) reference

2.2. EXPERIMENT

Pro porovnání senzorů byla použita metoda cyklická voltametrie a square wave voltametrie. Cyklická voltametrie byla prováděna vždy jako první a napomáhala k ustálení stavu na povrchu elektrodového systému. Potenciál byl měněn od -1V do 0 V, rychlost přeběhu 50 mV/s, počet měřicích cyklů 3. Square wave voltametrie je obdobou diferenční pulzní voltametrie pro digitální měřicí systémy. Potenciál u square wave voltametrie byl měněn lineárně od 0V do -1V, na něm byli aplikovány pulzy o velikosti 50 mV. Měření probíhalo v 0,05M borátovém pufru $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ s přísádky koncentrací peroxidu vodíku.

3. VÝSLEDKY

Ze získaných výsledků square wave voltametrie byly určeny proudové odezvy výstupního signálu pro jednotlivé koncentrace peroxidu vodíku a vyneseny do grafu kalibračních křivek. Jako základ, od kterého byly posuzovány jednotlivé proudové odezvy, byla stanovena hodnota proudu změřená v čistém pufru. Rozkladné napětí peroxidu vodíku, při kterém byly proudové odezvy měřeny, bylo zvoleno -850 mV.

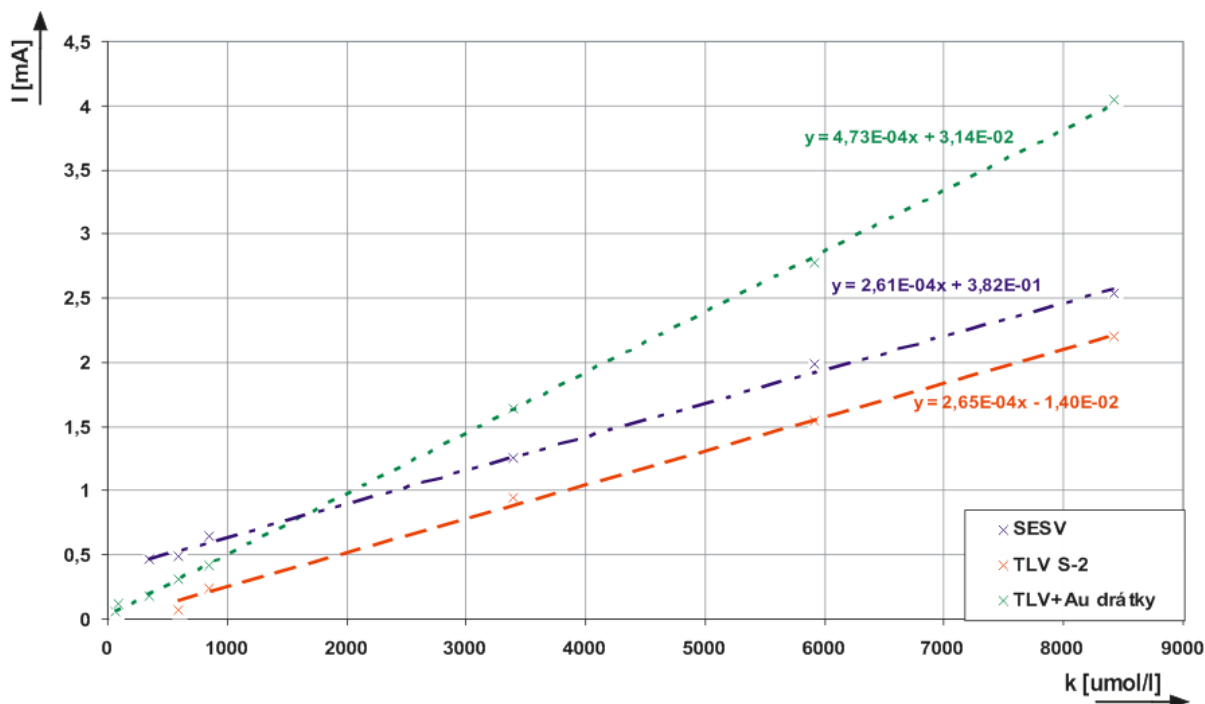
Z grafů byla odečtena úroveň šumu. Limity detekce pro jednotlivé senzory byly vypočítány podle rovnice (1) [4]. Citlivost senzorů je dána směrnici lineární náhrady kalibrační křivky. Souhrnné porovnání jednotlivých senzorů ukazuje tabulka 1.

$$LOD = \frac{3 \cdot h_s}{k} \quad (1)$$

Kde: h_s ... výška šumu v měřeném signálu
 k ... směrnice kalibrační křivky

Elektroodový systém	Citlivost [mA / $\mu\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$]	Limit detekce [$\mu\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$]
Reference (SESV)	$2,89 \cdot 10^{-4}$	625
Senzor S-2	$2,75 \cdot 10^{-4}$	818
Senzor S-2 + Au drátky	$4,72 \cdot 10^{-4}$	445

Tabulka 1: Parametry senzorů



Obrázek 2: Kalibrační křivky jednotlivých senzorů

4. ZÁVĚR

Cílem této práce bylo zvýšit proudovou odezvu tlustvrstvého senzoru při zachování velikosti jeho plošného geometrického rozměru. To bylo provedeno pomocí nasvařování zlatých drátků a kuliček na povrch pracovní elektrody. Ze srovnání jednotlivých výsledků je patrné, že senzor s nasvařovanými Au drátky na povrchu pracovní elektrody vykazuje vyšší citlivost. Senzor má nižší limit detekce než klasický tlustvrstvý senzor typu S-2 a také dosahoval lepších výsledků než stanovená reference elektrod.

Pomocí poměrně levné technologie bylo dosaženo zvýšení výstupního proudu senzoru při zachování celkových rozměrů senzoru. Dalším krokem by mohla být úprava topologie senzoru, aby bylo možné aplikovat zlaté drátky ve větším počtu.

REFERENCE

- [1] Martytek, D.: Tlustvrstvé sensory pro elektrochemickou detekci látek v roztocích. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2010.
- [2] Haskard, M.: PITT, K. Thick-film Technology and Applications. England: Electrochemical Publications LTD, 1997. ISBN 0 901150355.
- [3] Samec, Z.: Elektrochemie. Praha: Univerzita Karlova, 1999. ISBN 80-7184-948-0.
- [4] Skladal, P.: Biosensory. Brno: Masarykova Univerzita, 2002.