

Preparasi dan Karakterisasi Film Komposit PVA-TiO₂ sebagai Sensor RH

Dena Wulandari¹, Cuk Imawan¹, Yanti Sabarinah S²

¹Smart Systems Technology (SST), Dept. Fisika - FMIPA - Universitas Indonesia, Depok

²Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Isotop dan Radiasi (P3TIR) - BATAN

Abstrak

Film komposit PVA-TiO₂ telah berhasil dipreparasi dan dideposisi di atas substrat PCB dengan elektroda berstruktur interdigital dari film Cu/Ag dengan metode *dip-coating*. Film dikarakterisasi dengan RCL meter di dalam chamber yang kondisi kelembabannya diatur menggunakan larutan jenuh garam. Penambahan TiO₂ dapat memperbesar sensitivitas film terhadap kelembaban secara signifikan. Konsentrasi TiO₂ 50% memberikan sifat sensing RH yang optimal. Mekanisme deteksi molekul air dari masing-masing komponen penyusun film yang menyumbangkan perubahan impedansinya akan didiskusikan. Pengaruh dari frekuensi triger, efek penuaan dan reproduibilitas preparasi dan fabrikasi sensor juga telah diteliti.

Kata kunci: Polivinil alkohol (PVA), sensor RH, *dip-coating*, TiO₂

1. PENDAHULUAN

Pengukuran dan pengontrolan kelembaban sangat diperlukan untuk memenuhi kebutuhan kenyamanan hidup dan proses industri. Sensor kelembaban dengan berbagai jenis material telah dikembangkan untuk memenuhi kebutuhan tersebut, diantaranya polimer dan keramik [1,2].

Polimer banyak digunakan sebagai material sensor karena proses pembuatannya yang sederhana dan dapat dilakukan pada temperatur kamar serta harganya yang relatif murah [3,4]. Polimer yang bersifat hidrofilik menjadi salah satu pilihan, karena dapat menyerap dan melepaskan uap air [5]. Namun material ini telah kelemahan yaitu impedansinya terlalu tinggi sehingga tidak sesuai digunakan sebagai sensor. Masalah ini telah diselesaikan dengan cara melakukan doping PVA dengan elektrolit, misalnya NaCl [6]. Dalam penelitian tersebut juga dilakukan penambahan ammonium peroksidisulfat (APS) agar terjadi *cross linking* pada PVA. Perlakuan ini dilakukan untuk menstabilkan struktur PVA dan memperbaiki sifat mekanik film sensor.

Keramik berbasis TiO₂ dan SiO₂ juga telah dimanfaatkan sebagai material sensor kelembaban relatif (RH) karena dapat mengalami perubahan sifat listrik ketika terjadi proses adsorpsi molekul air pada permukaannya [7,8]. Material jenis keramik ini mempunyai stabilitas yang lebih baik daripada polimer [1]. Namun pembuatan sensor keramik memerlukan biaya yang relatif mahal, sebab diperlukan proses sintering. Penggunaan material campuran polimer dan

keramik menjadi suatu alternatif agar dapat menghasilkan suatu sensor dengan sifat-sifat unggul dan dapat dipreparasi pada temperatur rendah. Dalam penelitian ini dilakukan penambahan TiO₂ kedalam larutan PVA sehingga terbentuk pasta yang akhirnya dibuat film komposit PVA-TiO₂ sebagai material sensing kelembaban. Dengan film komposit ini diharapkan dapat meningkatkan sifat sensing RH dari sensor.

2. EKSPERIMEN

2.1 Preparasi Komposit

Pada penelitian ini dilakukan preparasi sensor dengan menggunakan dua film sebagai material sensitifnya yaitu PVA yang didoping dengan NaCl dan film komposit PVA-TiO₂ dengan doping NaCl. NaCl ini digunakan untuk menambah konduktivitas PVA yang terlalu rendah, dengan demikian pengukuran listriknya dapat dilakukan dengan lebih sederhana [6]. Alur proses preparasi material sampai deposisinya pada substrat sensor diperlihatkan pada gambar 1. Bahan-bahan yang digunakan berasal dari produk MERCK. Komposisi material yang digunakan untuk film diberikan pada tabel 1 untuk PVA dan untuk komposit PVA-TiO₂ konsentrasi TiO₂ dibuat bervariasi dengan kandungan air, PVA, NaCl dan APS seperti pada tabel 1. Pada tahap preparasi film PVA, PVA dicampur dengan air demineral sehingga terlarut, sedangkan untuk material komposit PVA dicampurkan terlebih dahulu dengan

bubuk TiO_2 dan kemudian baru dimasukkan ke air demineral sehingga terbentuklah pasta PVA- TiO_2 . Larutan atau pasta ini selanjutnya dicampur dengan larutan NaCl, kemudian diaduk selama ± 1 menit dan disimpan selama ± 24 jam pada suhu kamar. Setelah itu dilakukan pemanasan terhadap larutan pada suhu 80°C selama 12 jam agar diperoleh larutan atau pasta yang homogen.

Agar stabilitas film meningkat maka dilakukan pengikatan silang pada PVA dengan cara kimiawi yaitu menggunakan ammonium peroksidisulfat (APS). Penambahan APS dilakukan saat larutan atau pasta telah bersuhu ruang, kemudian dilakukan pengadukan sampai tercampur merata. Deposisi larutan atau pasta pada substrat sensor dilakukan segera setelah pencampuran dengan APS dengan metode dip coating. Sebelum dilakukan karakterisasi listrik film dikeringkan terlebih dulu pada suhu kamar selama ± 24 jam.

Modul sensor berlektroda Cu/Ag dengan substrat PCB yang dirancang berukuran $1,5 \text{ cm} \times 1,5 \text{ cm}$. Elektroda yang dipergunakan berstruktur interdigital sehingga dapat menurunkan resistansi dari film. Secara skematik modul sensor dengan film sensitifnya diberikan pada gambar 2.

2.2 Karakterisasi Sensor

Sensor dikarakterisasi listrik dengan menggunakan RCL meter tipe *Fluke* PM6306. Karakterisasi dilakukan dengan mengukur impedansi film saat lingkungannya mempunyai kelembaban tertentu pada temperatur 25°C . Tegangan triger yang digunakan adalah 1 volt dengan frekuensi yang divariasikan dari 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz dan 1 MHz. Pengkondisian kelembaban dilakukan dengan mendisain chamber kalibrator yang terisolasi yang didalamnya diberikan larutan jenuh garam. Garam-garam yang digunakan untuk kalibrasi adalah *magnesium chloride* (RH: 32,78), *magnesium nitrate* (RH: 52,89), *sodium chloride* (RH: 75,291), *potasium chloride* (RH: 84,34) dan *potasium nitrate* (RH: 93,58), pada temperatur 25°C .

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Sifat sensing RH dari film berbasis PVA

Pengaruh komposisi film dipelajari dengan memvariasikan komposisi elemen film seperti ditampilkan pada tabel 1. Hasil pengukuran impedansi film terhadap kelembaban relatif ditunjukkan pada gambar 3. Efek penambahan NaCl atau TiO_2 terhadap kenaikan sensitivitas film terlihat jelas. Film yang terbuat dari PVA saja menunjukkan sensitivitas yang rendah, dengan tambahan NaCl sensitivitasnya menjadi naik. Pada hasil pengukuran ini dapat disimpulkan pula

bahwa APS tidak mempengaruhi karakteristik sensing RH dari film. Penambahan komponen TiO_2 mengakibatkan kenaikan sensitivitas yang lebih besar.

Pada penelitian yang telah dipublikasikan sebelumnya [6], kenaikan konduktivitas PVA dan PVA yang didoping dengan NaCl telah dimodelkan. Konduktivitas dari film PVA disebabkan oleh ion H^+ yang mobil berasal dari H_2O yang teradsorpsi dan terionisasi $\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{OH}^-$. Semakin tinggi RH kadar air semakin meningkat sehingga jumlah ion H^+ semakin banyak. Dengan demikian impedansi film menjadi berkurang. Pada film PVA-NaCl, NaCl terionisasi sempurna di dalam air $\text{NaCl} \rightarrow \text{Na}^+ + \text{Cl}^-$, sehingga saat kondisi kelembaban meningkat NaCl yang terdapat pada matrik PVA menjadi terionisasi. Hal ini disebabkan karena PVA bersifat hidrofilik yaitu suka air. Dari sini dapat disimpulkan bahwa adanya kenaikan kelembaban akan mengakibatkan semakin banyak ion Na^+ yang pada akhirnya menyebabkan impedansi film menjadi semakin rendah. Model ini telah dapat menjelaskan mengapa sensitivitas film PVA-NaCl lebih besar dari pada film PVA, sebab konduktivitas dari film PVA-NaCl yang naik karena adanya kenaikan kelembaban berasal dari sumbangan ion H^+ dan ion Na^+ , sedangkan konduktivitas film PVA hanya berasal dari ion H^+ .

Sifat sensing RH dari TiO_2 dapat diterangkan sejenis dengan sifat sensing metal oksida lainnya seperti Al_2O_3 dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [1]. Proses adsorpsi molekul air dimulai dengan chemisorpsi H_2O sehingga terbentuk ikatan OH dengan Ti. Hidroksil-hidroksil ini akan membentuk ikatan hidrogen dengan molekul air yang teradsorpsi selanjutnya sehingga terbentuklah lapisan pertama fisisorpsi. Proses adsorpsi molekul air selanjutnya membentuk lapisan fisisorpsi ke dua yang mobil dan bertanggungjawab pada perubahan konduktivitas dari metal oksida. Dari pemodelan ini maka dapat dimengerti bahwa komposit PVA- TiO_2 yang didoping dengan NaCl akan mengalami perubahan konduktivitas yang sangat besar jika terjadi proses adsorpsi air, sebab PVA menghasilkan ion H^+ yang mobil, NaCl menyumbangkan ion Na^+ dan TiO_2 mempunyai lapisan fisisorpsi ke dua yang mobil. Keterangan ini didukung dengan hasil pengukuran yang menunjukkan bahwa impedansi komposit PVA- TiO_2 mengalami penurunan impedansi yang jauh lebih besar dari pada film lainnya (gambar 3).

3.2 Karakterisasi sensor RH dari film komposit PVA- TiO_2

Pengaruh konsentrasi TiO_2 pada sifat sensing RH dari film komposit ditunjukkan pada gambar 4. Penurunan impedansi dari film komposit terlihat dipengaruhi oleh konsentrasi TiO_2 . Semakin tinggi konsentrasi TiO_2 impedansi film menjadi semakin

rendah dengan kenaikan kelembaban. Hal ini dapat diterangkan dengan semakin bertambahnya fisisorpsi molekul air pada TiO_2 . Berdasarkan hasil karakterisasi ini diperoleh sifat sensing film dengan konsentrasi TiO_2 50% adalah yang terbaik, sebab mampu memberikan sensitivitas yang besar pada RH yang tinggi.

Pengaruh frekuensi pada sensor ditunjukkan dengan mengubah nilai frekuensi dari 1 kHz sampai 1Mhz. Hasil eksperimen menunjukkan pada kondisi RH yang rendah pengaruh frekuensi pada impedansi film sangat besar, sedangkan pada RH yang tinggi pengaruhnya menjadi berkurang (gambar 5). Berdasarkan pemodelan dengan RCL meter diperoleh model rangkaian listrik ekuivalen dari film berupa komponen resistor dan kapasitor yang tersusun secara paralel. Diperkirakan karena adanya komponen kapasitif inilah impedansi film dipengaruhi oleh frekuensi. Untuk menerangkan fenomena ini lebih jauh perlu dilakukan pengukuran spektroskopi impedansi, sehingga dapat diterangkan bagaimana mekanisme konduksi dari film komposit PVA- TiO_2 .

Stabilitas sensor RH ini telah diuji selama waktu 90 hari untuk meneliti efek penuaan. Hasil pengujian ditunjukkan pada gambar 6. Di sini terlihat bahwa pada kondisi RH yang rendah tidak dijumpai perubahan impedansi yang berarti, sedangkan pada RH yang tinggi mulai 75% impedansi film turun terhadap waktu. Data ini juga dapat diartikan bahwa sensitivitas sensor turun karena proses penuaan. Kemungkinan ketidakstabilan film pada RH tinggi dapat disebabkan oleh struktur PVA yang berubah ketika terekspos pada kelembaban yang tinggi. PVA yang bersifat hidrofilik dapat mengalami swelling, sehingga saat terekspos pada RH tinggi dan kemudian RH kembali ke nilai rendah ada kemungkinan mengalami perubahan struktur. Penelitian lebih lanjut mengenai kestabilan sensor masih dilakukan.

Dari segi reproduibilitas preparasi dan fabrikasi film diperoleh hasil yang cukup baik. Hasil percobaan dengan preparasi sensor pada komposisi yang sama namun waktu preparasi yang berbeda ditunjukkan pada gambar 7. Dua sensor ini menunjukkan pola yang identik pada RH kecil dan menengah sedangkan pada RH tinggi dijumpai sedikit pergeseran impedansi. Hasil percobaan ini menguatkan argument di atas bahwa stabilitas sensor menjadi kritis pada konsisi RH yang tinggi.

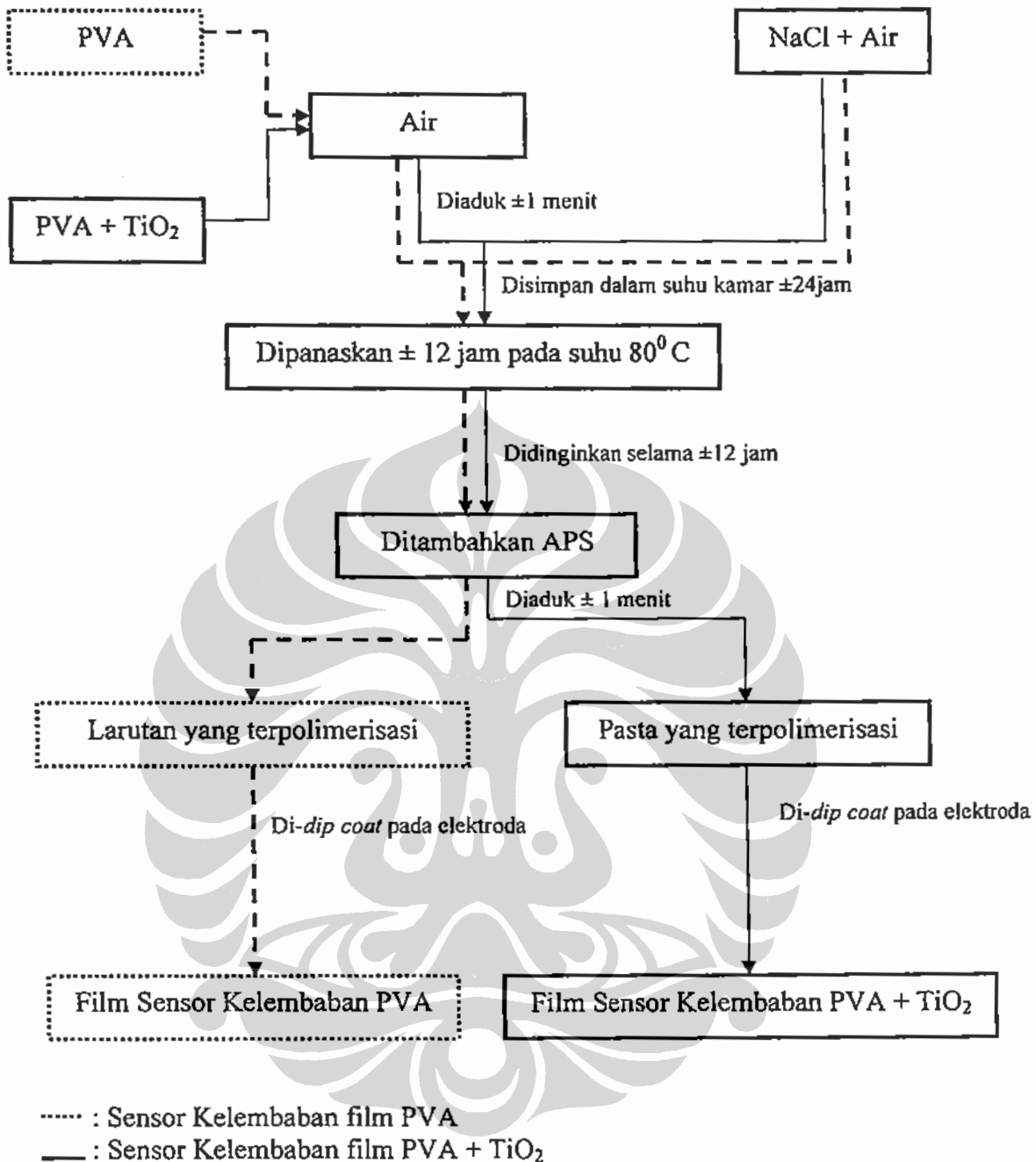
4. KESIMPULAN

Film komposit PVA- TiO_2 yang didoping dengan NaCl menunjukkan sifat sensing RH yang lebih unggul dari pada sifat sensing dari masing-masing komponennya. Dengan film komposit sensitivitas sensor menjadi naik dengan tajam. Perubahan

impedansi yang besar ini disebabkan oleh adsorpsi molekul air oleh film. Kenaikan konduktivitas film yang disebabkan oleh adsorpsi molekul air dapat diterangkan oleh terbentuknya ion H^+ pada PVA, ion Na^+ dari komponen NaCl dan mobilitas fisisorpsi lapisan kedua pada TiO_2 . Sifat sensing RH yang optimum diberikan oleh TiO_2 pada konsentrasi 50%. Permasalahan yang masih dijumpai pada sensor adalah mengenai kestabilannya saat terekspos pada kondisi RH yang tinggi.

DAFTAR ACUAN

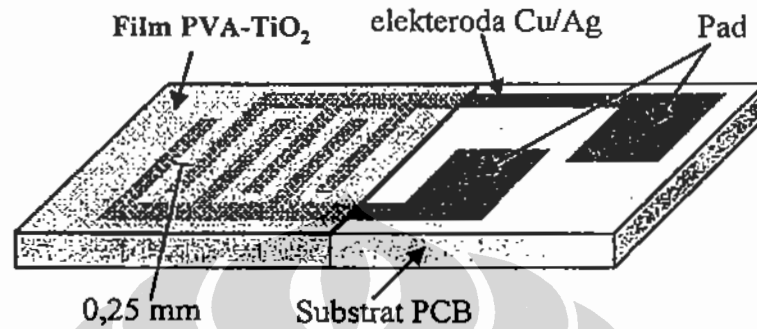
- [1] Goepel W. (Editor), "Sensors a comprehensive survey, Vol. 3 Chemical and Biochemical sensors part II", VCH, Weinheim, Germany, 1992.
- [2] Prudenziati M., "Handbook of sensors and actuators: Vol.1 Thick film sensors", Elsevier, Amsterdam, The Netherlands 1994.
- [3] Harsanyi, Gabor, *Polymer Film in Sensor Applications: a Review of Present Uses and Future Possibilities*, Sensor Review, Vol. 20, No.2, 2000.
- [4] Wang H., Feng C.D., "Comparison of conductometric humidity-sensing polymers", *Sensors and Actuators B*, 40 (1997) 211-216
- [5] Yang Mu-Rong, Chen Ko-Shao, "Humidity sensors using polyvinil alcohol mixed with electrolytes", *Sensors & Actuators B*, 49, 1998, 240-247.
- [6] Cuk Imawan, Afdhal M., "Film Polivinil Alkohol yang Didoping dengan NaCl sebagai Sensor Kelembaban Relatif", *Prosiding Ketingan Physics Forum 3th*, 24 September 2005.
- [7] G. Di Francia, A. Castaldo, E. Massera, I. Nasti, L. Quercia and I. Rea, "A very sensitive porous silicon based humidity sensor", *Sensors and Actuators B: Chemical*, Volumes 111-112, 11 November 2005, Pages 135-139.
- [8] Traversa, E., "Ceramics sensors for humidity detection: the state-of-the-art and future development", *Sensors and Actuators* 23 (1995) 135-156.



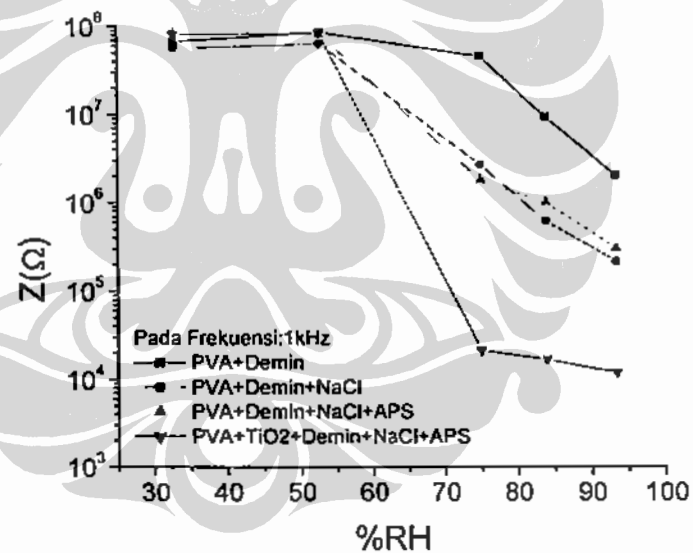
Gbr 1. Diagram alir preparasi sensor RH.

Tabel 1. Komposisi film sebagai material sensitif sensor RH

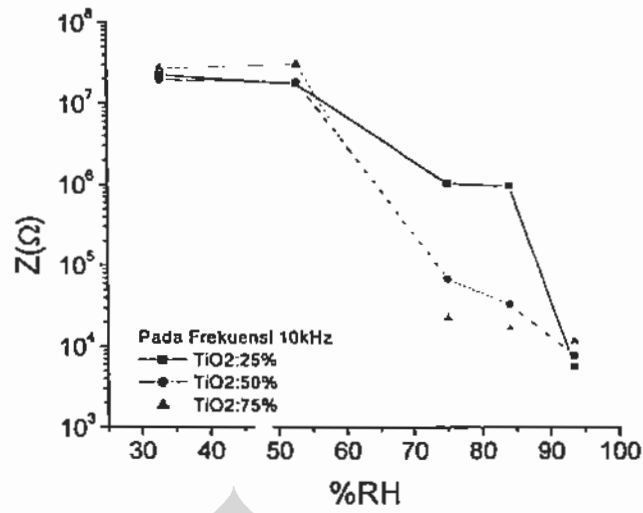
Sampel	PVA (g)	Air demineral (ml)	NaCl (g)	APS (g)
1.	1	10	-	-
2.	1	10	0.08	-
3.	1	10	0.08	0.04



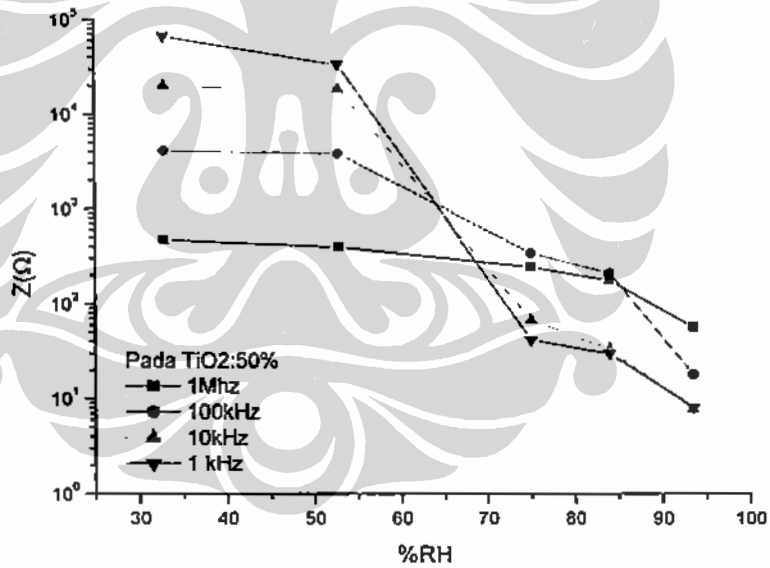
Gbr 2. Modul sensor RH dengan elektroda berstruktur interdigital



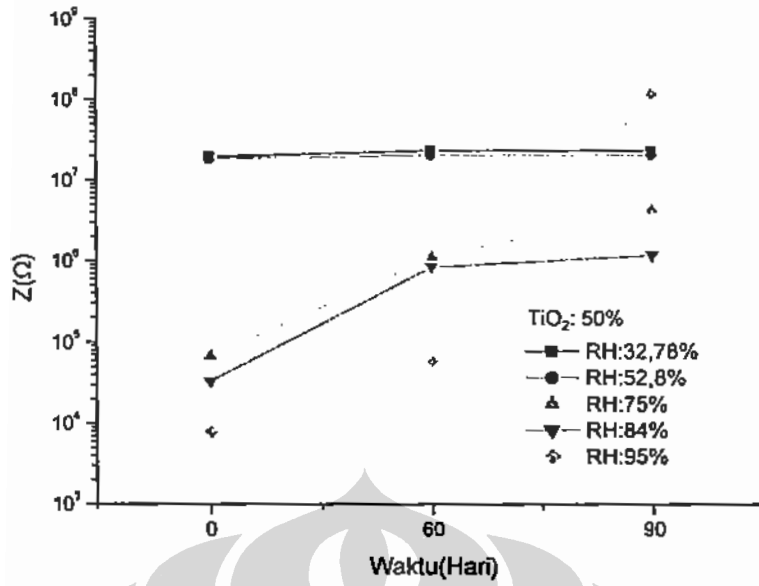
Gbr 3. Perbandingan karakteristik sensor RH dengan komposisi film yang berbeda-beda



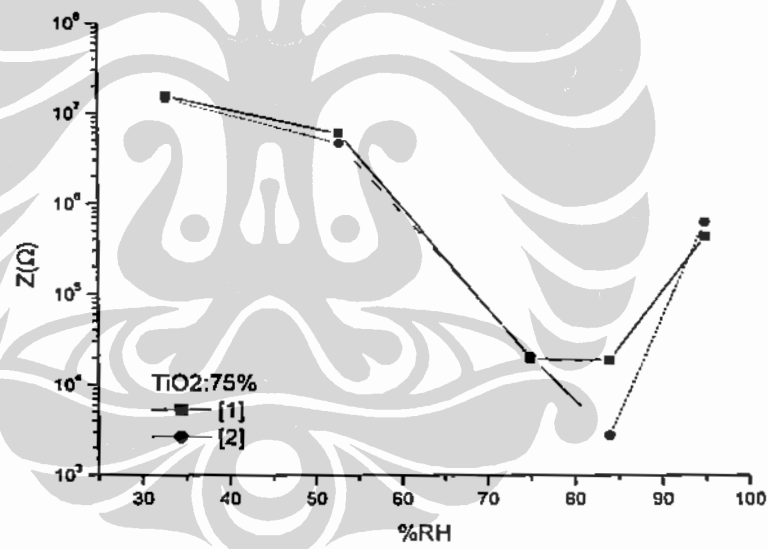
Gbr 4. Efek konsentrasi TiO_2 di dalam film komposit PVA- TiO_2 terhadap karekteristik sensor RH.



Gbr 5. Pengaruh frekuensi triger terhadap karakter sensor RH



Gbr 6. Stabilitas sensor terhadap waktu



Gbr 7. Reprodusibilitas fabrikasi terhadap karakteristik sensor