

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI POLISTIREN
TERHADAP MORFOLOGI PERMUKAAN DAN
KETEBALAN LAPISAN ZnPc**

SKRIPSI

oleh:

ANTONIUS PRISMA J. P.

105090300111007-93



JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2014

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**STUDI PENGARUH KONSENTRASI POLISTIREN
TERHADAP MORFOLOGI PERMUKAAN DAN
KETEBALAN LAPISAN ZnPc**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Fisika

oleh:

ANTONIUS PRISMA J. P.

105090300111007-93



JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2014

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI POLISTIREN
TERHADAP MORFOLOGI PERMUKAAN DAN
KETEBALAN LAPISAN ZnPc**

oleh:
ANTONIUS PRISMA J. P.
105090300111007-93

**Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji pada tanggal
Januari 2014 dan dinyatakan memenuhi syarat untuk
memperoleh gelas Sarjana Sains dalam bidang Fisika**

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Eng. Masruroh, S.Si., M.Si. Ir. D. J. Djoko HS, MPhil. Ph.D.
NIP. 19751231.200212.2.002 NIP. 19660131.199002.1.001

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Fisika
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

Drs. Adi Susilo, M.Si.,PhD.
NIP: 19631227.1991031.002

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Antonius Prisma J. P.

NIM : 105090300111007-93

Jurusan : Fisika

Penulis Skripsi berjudul : Studi Pengaruh Konsentrasi Polistiren Terhadap Morfologi Permukaan dan Ketebalan Lapisan ZnPc.

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari Skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam Skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata Skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,

Yang menyatakan,

(Antonius Prisma J. P.)

NIM: 105090300111007

STUDI PENGARUH KONSENTRASI POLISTIREN TERHADAP MORFOLOGI PERMUKAAN DAN KETEBALAN LAPISAN ZnPc

ABSTRAK

QCM adalah sensor yang sensitive terhadap perubahan massa pada permukaannya. Pada penelitian sebelumnya, telah dilakukan modifikasi permukaan QCM menggunakan polistiren dengan pelarut chloroform (Sakti, et al., 2012). Hasil penelitian tersebut menggunakan metode *air brush* dan *spin coating*. Hasil dari penelitian menunjukkan dengan teknik *air brush* menghasilkan lapisan yang lebih tebal, permukaan yang lebih kasar, dan massa yang terdeposisi juga lebih besar. Tujuan dari penelitian ini untuk mengamati pengaruh konsentrasi larutan polistiren terhadap morfologi lapisan ZnPc serta pengaruh konsentrasi larutan polistiren terhadap ketebalan lapisan ZnPc. Hasil penelitian menunjukkan penambahan nilai konsentrasi dari larutan mempengaruhi ketebalan dari lapisan yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan nilai dari viskositas larutan meningkat sebanding dengan kenaikan nilai dari konsentrasi larutan. Di samping itu, morfologi permukaan yang menggunakan konsentrasi 5% memiliki morfologi lebih kasar daripada konsentrasi yang lebih rendah. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi rendah, nilai viskositas larutan juga berkurang. Morfologi ini mempengaruhi ketebalan dari lapisan ZnPc yang terdeposisi pada permukaan QCM. Semakin tinggi konsentrasi larutan mengakibatkan semakin kasar permukaan polistiren yang terbentuk sehingga semakin tebal lapisan ZnPc yang terdeposisi.

Kata kunci : Viskositas, polistiren, ZnPc, QCM

STUDY OF INFLUENCE CONCENTRATION OF POLYSTYRENE TO THE SURFACE MORPHOLGY AND THICKNESS OF ZnPc

ABSTRACT

QCM is a mass sensor that sensitive if there is an increasement mass in the surface of QCM. It has been previously investigated by (Sakti, et al., 2012) surface modification using polystyrene solved in chloroform using air brush and spin coated methods. The results showed by using air brush method produced a rougher, thicker and heavier polystyrene layer than a spin coated method. The purpose of this research is to observe the influence of concentration solution of polystyrene towards morphology of ZnPc film and the thickness of ZnPc film. The results show the polystyrene solution with higher concentration produced thicker and rougher film than lower one. Moreover, high viscosity will influence the stability of solution. When the stability of solution is higher, the solution is harder to mobility than lower one. This condition will influence of ZnPc film deposit on the polystyrene layer. By using a high concentration of polystyrene solution it would profide a number of holes on the polystyrene layer, so a lot of ZnPc will be trapped on it and it produce the thicker ZnPc film.

Key word: viscosity, polystyren, ZnPc, QCM

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah YME atas limpahan rahmat dan berkat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Studi Pengaruh Konsentrasi Larutan Polistiren terhadap Ketebalan Lapisan ZnPc” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Fisika. Oleh karena itu penulis mengucapkan rasa hormat dan terima kasih kepada:

1. Dr. Eng. Masruroh, S.Si., M.Si., sebagai Dosen Pembimbing I dan Bapak Ir. D. J. Djoko HS, MPhil. Ph.D., sebagai Dosen Pembimbing II yang telah memberikan pengarahan dan masukan dengan sabar kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Drs. Adi Susilo, M.Si.,PhD., selaku Ketua Jurusan Fisika Universitas Brawijaya.
3. Bapak dan Ibu Dosen Fisika atas didikan selama kuliah hingga penulis bisa menyelesaikan kuliah.
4. Tim ASMAT, Lalu Ahmad Didik Meiliyadi M., Eka Rahmawati, Fadli Robiandi, dan Susi Rahayu atas dukungan dan semangatnya.
5. Bapak, Ibu dan keluarga besar di Malang yang senantiasa mendoakan dan membantu penulis mencapai yang terbaik.
6. Teman-teman Program Studi Fisika 2010, yang tidak lelah memberikan semangat.
7. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu yang telah banyak membantu dan memberikan dorongan selama penulisan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan mengingat keterbatasan kemampuan penulis. Untuk itu dengan segala kerendahan hati penulis mengharap kritik dan saran. Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan penulis.

Malang, 31 Juli 2008

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI.....	i
LEMBAR PERNYATAAN	ii
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 QCM (Quartz Crystal Microbalance).....	5
2.2 Spin Coating	7
2.3 Polistiren.....	13
2.4 Toluena	15
BAB III METODE PENELITIAN.....	19
3.1 Tempat Waktu dan Penelitian.....	19

3.2	Alat dan Bahan Penelitian	19
3.3	Metode Penelitian.....	19
3.4	Diagram Alir Penelitian.....	22
BAB IV ANALISA DAN PEMBAHASAN		23
4.1.	Pengaruh Konsentrasi Larutan terhadap Ketebalan Lapisan Polistiren.....	23
4.2.	Hubungan Konsentrasi, Viskositas, dan Ketebalan Lapisan Polistiren.....	26
4.3.	Hasil Uji SEM dari Permukaan Lapisan Polistiren	28
4.4.	Pengaruh Konsentrasi Polistiren terhadap Ketebalan Lapisan ZnPc.....	28
4.5.	Hasil Uji SEM dari Permukaan Polistiren Setelah Dilapisi ZnPc	30
BAB V KESIMPULAN.....		33
5.1.	Kesimpulan.....	33
5.2.	Saran	33
DAFTAR PUSTAKA		35
LAMPIRAN.....		39

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1: Prinsip Piezoelektrik (Chang, 2008).....	6
Gambar 2: Piringan Piezoelektrik Membentuk Transducer Resonansi untuk QCM.....	6
Gambar 3: Spin Coater	8
Gambar 4: Model Aliran Larutan Selama Proses <i>Spin Coating</i> untuk Larutan Homogen dengan Daya Aliran Q dan Kecepatan Aliran v_r (Washo, 1977)	8
Gambar 5: Tahap-Tahap Proses <i>Spin Coating</i> (Bornside, et al., 1989)	9
Gambar 6: Struktur dari Molekul Polistiren (Siong, 2008)	14
Gambar 7: Lapisan Polistiren dengan Pelarut Toluena Perbesaran 6000x	28
Gambar 8: Foto SEM dari Penampang Melintang dari QCM dan Lapisan Polistiren dengan Pelarut Toluena Perbesaran 5000x	28
Gambar 9: Hasil Uji SEM pada Lapisan ZnPc di atas Polistiren dengan Perbesaran 6000x (a) Konsentrtasi Larutan 3% (b) Konsentrasi Larutan 5%	30
Gambar 10: Hasil Uji SEM pada Lapisan ZnPc secara <i>Cross Section</i> dengan Perbesaran 5000x (a) Konsentrasi Larutan 3% (b) Konsentrasi Larutan 5%	31

DAFTAR TABEL

Tabel 1: Tabel Properti dari Polistiren	14
Tabel 2: Properti Fisika dan Kimia dari Toluena	15
Tabel 3: Gambar Struktur Kimia Toluena dan Benzena (Leusch & Bartkow, 2010).....	16
Tabel 4: Tabel Nilai HSP (<i>Hanson Solubility Parameters</i>) dari Polymer	16
Tabel 5: Tabel Nilai HSP Pelarut	16
Tabel 6: Pengukuran Frekuensi QCM Sebelum dan Setelah Dilapisi Polistiren.....	24
Tabel 7: Perhitungan Ketebalan Menggunakan Persamaan Sauerbrey	25
Tabel 8: Pengukuran Frekuensi QCM Sebelum dan Sesudah Dilapisi ZnPc.....	29
Tabel 9: Perhitungan Ketebalan Lapisan ZnPc Menggunakan Persamaan Sauerbrey.....	29



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Foto – Foto Peralatan dan Bahan yang Digunakan	39
Lampiran 2: Gambar Keadaan Laboratorium	42
Lampiran 3: Morfologi Lapisan Polistiren Diamati dengan Mikroskop Optik	43
Lampiran 4: Perhitungan Nilai Konstanta k	44

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

QCM (Quartz Crystal Microbalance) adalah sensor piezoelektrik yang telah banyak diaplikasikan terutama pada bidang kesehatan. QCM yang dilapisi dengan bahan tertentu banyak digunakan sebagai bioimunosenor. Bioimunosenor adalah alat yang terdiri dari antigen atau antibodi spesies yang digabungkan ke sinyal transduser, di mana bioimunosenor akan mendeteksi ikatan komplementari spesies. Ada dua jenis bioimunosenor yang dibedakan berdasarkan pendeteksiannya, yaitu secara langsung dan tidak langsung. Imunosenor yang secara tidak langsung yaitu menggunakan label spesies tersendiri dan mendeteksi setelah ikatan terjadi, misalkan *fluorescence* atau *luminescence*. Sedangkan untuk immunosenor yang secara langsung yaitu mendeteksi ikatan dari perubahan perbedaan potensial, arus, hambatan, massa, panas, atau sifat optiknya (Morgan, et al., 1996).

Menurut (Rivai, 2009) QCM adalah sensor pada sistem kromatografi gas. Penambahan massa senyawa di permukaannya dapat mengakibatkan penurunan frekuensi resonansinya, sehingga QCM bisa digunakan sebagai sensor dikarenakan sifatnya yang dapat menurunkan frekuensi resonansinya jika terdapat penambahan massa pada permukaannya. Kemudian hal ini dimanfaatkan juga untuk jenis sensor lain, namun perlu diadakan modifikasi pada permukaan untuk menangkap respon yang diinginkan.

Penelitian sebelumnya mengenai QCM telah dilakukan oleh Fatimah Z. Padmadinata (Padmadinata, 1995) di mana QCM diaplikasikan sebagai sensor gas aroma. Lapisan yang digunakan di atas QCM adalah phosphatidyl-choline dan arachidic acid dengan metode penyemprotan dengan jarum dan metode

pelapisan LB (Langmuir-Blodgett) yang digunakan untuk mengikat gas aroma n-amyl alcohol dan β -ionone. Selain itu, digunakan juga beberapa kristal dengan frekuensi resonansi dasar 10 MHz, 20 MHz, dan 50 MHz. Hasil dari penelitian ini yaitu kristal dengan frekuensi tinggi memberikan sensitifitas lebih baik daripada kristal dengan frekuensi rendah.

Penelitian lainnya juga dilakukan oleh Setyawan P. Sakti (Sakti, et al., 2012) dimana dilakukan modifikasi permukaan dari QCM untuk meningkatkan jumlah pengikatan biomolekul. Lapisan tipis yang digunakan di atas QCM adalah polistiren dengan pelarut chloroform yang digunakan untuk mengikat BSA. Metode pelapisan polistiren yang digunakan adalah metode *spin coating* dan *air brush*. Hasil dari penelitian ini adalah permukaan polistiren dengan metode air brush menghasilkan permukaan lebih kasar dan mengikat lebih banyak biomolekul dengan dilihat dari perbedaan frekuensinya dibandingkan dengan metode *spin coating* namun massa yang terlapiskan juga lebih besar.

Pada penelitian ini, QCM sebagai bioimunosensor digunakan untuk mengikat biomolekul, sehingga perlu diberikan suatu lapisan tertentu untuk mengikat protein pada QCM. Bahan yang akan digunakan untuk mengikat biomolekul pada penelitian ini yaitu ZnPc. Sebelum pelapisan ZnPc di atas QCM dilakukan pelapisan polistiren untuk memodifikasi tingkat kekasaran (*roughness*) dari permukaan QCM dengan tujuan untuk meningkatkan luasan pengikatan biomolekul seperti yang telah dilakukan oleh Setyawan P. Sakti (Sakti, et al., 2012) dan membuat agar biomolekul yang ditetaskan terjadi ikatan fisika secara adsorpsi pada proses immobilisasi (Sakti, et al., 2001) namun menggunakan pelarut toluena.

Pelarutan polistiren menggunakan pelarut toluena menggantikan chloroform dilakukan dengan alasan toluena memiliki nilai $\delta_{kelarutan}$ lebih kecil daripada chloroform yaitu $\delta_{Toluena} = 18,2$ dan $\delta_{Chloroform} = 18,9$, memiliki titik didih lebih tinggi dari chloroform ($Tb_{Toluena} = 111^{\circ} C$ dan $Tb_{Chloroform} = 61^{\circ} C$) juga memiliki massa jenis lebih ringan dari chloroform ($\rho_{Chloroform} = 1,498 g/ml$ dan $\rho_{Toluena} = 0,867 g/ml$).

Sehingga dari nilai $\delta_{\text{kelarutan}}$ disimpulkan polistiren lebih mudah terlarut dengan pelarut toluena daripada dengan chloroform, karena semakin kecil nilai $\delta_{\text{kelarutan}}$ maka semakin mudah material tersebut untuk larut pada pelarut.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi larutan polistiren terhadap morfologi lapisan ZnPc?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi larutan polistiren terhadap ketebalan lapisan ZnPc?

1.3 Batasan Masalah

Batasan-batasan masalah yang akan dibahas dari perumusan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Pelarut yang digunakan hanya dengan jenis pelarut toluena.
2. Variasi konsentrasi larutan polistiren yang digunakan dalam rentangan 1% hingga 5%.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mempelajari pengaruh konsentrasi larutan polistiren terhadap morfologi lapisan ZnPc.
2. Mempelajari pengaruh konsentrasi larutan polistiren terhadap ketebalan lapisan ZnPc.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang didapatkan pada penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi larutan polistiren terhadap morfologi lapisan ZnPc

2. Mengetahui pengaruh konsentrasi larutan polistiren terhadap ketebalan lapisan ZnPc.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

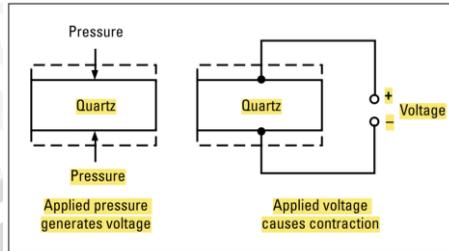
2.1 QCM (Quartz Crystal Microbalance)

Pada tahun 1880, Pierre Curie dan Jacques bersaudara melakukan percobaan pertama yang berkaitan dengan efek piezoelektrik. Mereka melakukan tekanan ke arah kristalografi tertentu yang disebut garam Rochelle (natrium kalium tartrat tetrahidrat) dan melihat bahwa dengan melakukannya kristal garam Rochelle mampu menghasilkan listrik.

Pada tahun 1917, kristal quartz piezoelektrik digunakan sebagai transduser dan receiver ultrasound dalam air. Aplikasi yang sebenarnya adalah sonar untuk mendeteksi kapal selam. Pada tahun 1919, dikembangkan penguat suara, mikrofon dan suara pick-up berdasarkan piezoelektrik dari garam Rochelle (Viitala, 2004).

Pada tahun 1959, Sauerbrey menunjukkan satu properti yang sangat penting tentang kristal quartz yang menunjukkan bahwa pergeseran frekuensi resonansi kristal yang sudah diamati sebelumnya oleh banyak peneliti, sebanding dengan penambahan massa pada kristal kuarsa (Jie, 2006). Hal ini adalah langkah pertama menuju alat kuantitatif baru untuk mengukur perubahan massa yang sangat kecil.

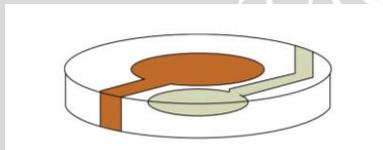
Piezoelektrik adalah properti utama dari kristal yang membuatnya bisa digunakan sebagai resonator. Piezo diambil dari bahasa Yunani "piezin" yang artinya "menekan". Piezoelektrik didefinisikan oleh Cady (Cady, 1964) adalah "polarisasi listrik yang dihasilkan oleh tegangan mekanik pada kristal dengan nilai tertentu, polarisasi sebanding dengan ketegangan dan mengubah sinyal". Polarisasi listrik ini dapat diproduksi dengan tegangan seperti lentur, geser, torsi, ketegangan, dan kompresi pada sepotong kuarsa.



Gambar 1: Prinsip Piezoelektrik (Chang, 2008)

Material Piezoelektrik seperti *quartz* bisa digunakan sebagai media pendeteksi perubahan massa berdasarkan properti dari bahan tersebut di mana akan menghasilkan listrik jika mendapatkan tekanan. Kristal quartz terbentuk dari silikon dan oksigen (SiO_2). *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) adalah sensor massa yang sangat sensitif, mampu mengukur hingga tingkat nanogram dengan mendeteksi perubahan frekuensi dari *quartz crystal resonator*, sehingga membuat QCM menjadi alat yang menjanjikan untuk aplikasi biosensor (Chang, 2008).

Ada dua elektroda di kedua sisi permukaannya. Setelah eksitasi (mekanik atau listrik), ketebalan geser gelombang akustik dapat mengalami interferensi konstruktif sehingga resonansi terjadi pada frekuensi tertentu. Ada dua mode operasi yang mungkin dilakukan. Resonansi dapat diamati baik dalam kondisi steady state (seperti di bawah diterapkan potensial frekuensi radiostabil) atau di bawah kondisi transient (seperti peluruhan menyusul eksitasi awal). Untuk kedua kasus, telah ditetapkan bahwa rangkaian ekuivalen sangat akurat menggambarkan perilaku listrik di lingkungan resonansi diberikan oleh Butterworth Van Dyke (BVD) (Kanazawa, et al., 2009).



Gambar 2: Piringan Piezoelektrik Membentuk Transducer Resonansi untuk QCM

Rickert (Rickert, 1996) menentukan banyaknya perubahan frekuensi dengan akumulasi massa bergantung pada frekuensi harmonis (f_0), luasan di mana massa tersebar (A), dan property material dari *quartz*, (c_{66} dan ρ_q). Hal ini cukup akurat untuk dilakukan pengukuran perubahan massa sebesar nano-gram.

$$\Delta f = -\frac{2f_0^2}{A\sqrt{c_{66}\rho_q}} \Delta m \quad (2.1)$$

2.2 Spin Coating

Spin coating adalah teknik untuk membentuk lapisan tipis yang paling umum digunakan. Teknik ini ditemukan pertama kali oleh Emsile, et. al. pada tahun 1958 (Niranjana, et al., 2009) dengan menganggap penyebaran lapisan tipis yang tidak merata dari fluida Newtonian pada substrat datar yang diputar dengan kecepatan angular konstan. Pada banyak kasus, pelapisan yang dilakukan menggunakan bahan polymer dalam bentuk larutan.

Beberapa variabel dapat mengontrol ketebalan film. Pelarut yang digunakan untuk membuat larutan tersebut mempengaruhi ketebalan akhir film. Penelitian lain juga menunjukkan bahwa ketebalan meningkat jika kecepatan putaran diturunkan. Jumlah larutan yang digunakan pada lapisan tidak mempengaruhi ketebalan asalkan ada cukup tempat (Beck, et al., 2001).

Spin coating dapat dipecah menjadi beberapa tahap kunci: *fluid dispense*, *spin-up*, *stable fluidout flow*, dan *evaporation* yang didominasi pengeringan (Middleman, 1998). Tahap 3 (aliran yang dikontrol) dan tahap 4 (penguapan yang dikontrol) adalah dua tahap yang memiliki pengaruh paling besar terhadap ketebalan lapisan akhir. Jelas tahap 3 dan tahap 4 menggambarkan dua proses yang akan terjadi secara simultan (aliran viskos dan penguapan). Namun pada tingkat rekayasa, efek aliran viskos mendominasi di awal sementara proses penguapan mendominasi kemudian. Aliran fluida pada substrat datar yang berputar adalah salah satu proses fisik yang paling penting yang terlibat dalam *spin coating*.

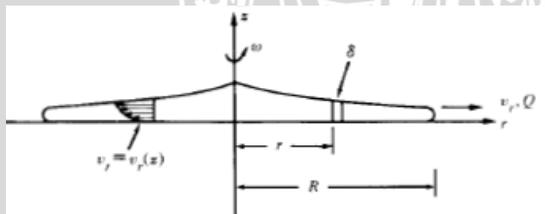
Beberapa parameter pengolahan yang terlibat dalam proses pemutaran adalah: pengurangan volume, kecepatan akhir putaran (ω), ketebalan akhir film, viskositas larutan, konsentrasi larutan (c), waktu putar, dll. Menggunakan parameter yang berbeda ketebalan film dan radius penyebaran dihitung. Proses pembentukan film ini terutama didukung oleh dua parameter independen, viskositas dan kecepatan spin. Kisaran ketebalan film yang mudah dicapai dengan spin coating adalah 1-200 micrometer (Niranja, et al., 2009).

Dalam banyak kasus, material pelapis yang digunakan adalah polimer dalam bentuk larutan dimana pelarut yang digunakan mudah menguap (Lawrence, et al., 1991). Alat yang digunakan pada metode *Spin Coating* ini disebut *Spin Coater* seperti pada gambar (3):



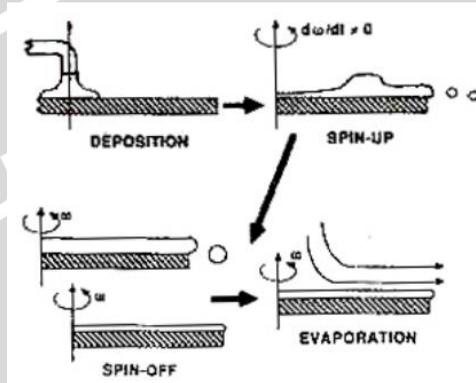
Gambar 3: Spin Coater

Proses *Spin Coating* bisa digambarkan seperti pada gambar di bawah ini yang menunjukkan pola aliran simetris dari cairan homogen pada bidang lingkaran datar yang berotasi.



Gambar 4: Model Aliran Larutan Selama Proses *Spin Coating* untuk Larutan Homogen dengan Daya Aliran Q dan Kecepatan Aliran v_r (Washo, 1977)

Bornside, Macosko, dan Scriven (Bornside, et al., 1989) membagi Proses spin-coating dalam empat tahap, yaitu, *Deposition*, *Spin-up*, *Spin-off*, dan *Evaporation* seperti yang diilustrasikan pada gambar (5):



Gambar 5: Tahap-Tahap Proses *Spin Coating* (Bornside, et al., 1989)

- **Deposition:**

Pada proses ini sejumlah larutan ditetaskan pada permukaan substrat baik ketika substrat itu dalam keadaan diam maupun dalam keadaan berputar dengan kecepatan rendah. Larutan ditetaskan tepat di pusat rotasi substrat. Untuk mencegah diskontinuitas lapisan, maka volume larutan yang ditetaskan dua kali volume larutan yang akan menutupi seluruh permukaan substrat (Bornside, et al., 1987).

Terdapat dua tipe *Spin Coating* dilihat dari cara mendeposisikan larutan pada permukaan substrat yaitu *static dispense* dan *dynamic dispense*. Pada *dynamic dispense* larutan ditetaskan pada pusat rotasi substrat ketika substrat telah berputar dengan kecepatan yang rendah biasanya 500 rpm, sedangkan pada *Static dispense* substrat dalam kondisi diam ketika larutan ditetaskan. *Dynamic dispense* memiliki kekurangan karena umumnya lebih banyak larutan yang terbuang selama proses, namun metode ini berguna ketika larutan atau substrat memiliki daya adesi yang rendah, hal ini tidak

bisa dilakukan jika menggunakan metode *static dispense* (Peeters, et al., 2008).

- **Spin-up:**

Pada tahap ini substrat mulai dipercepat untuk mencapai kecepatan rotasi konstan yang diinginkan sehingga larutan mengalir secara radial karena gaya sentrifugal dan menutupi seluruh permukaan substrat. Tahap ini biasanya ditandai dengan banyaknya larutan yang terbuang meninggalkan permukaan substrat akibat gaya tersebut. Pada kondisi tersebut proses penipisan lapisan yang diakibatkan gaya sentrifugal dan viskos akan mengurangi jumlah larutan sebanyak 50% atau lebih.

- **Spin-off:**

Pada tahap ini substrat diputar pada kecepatan konstan dan sejumlah larutan pada substrat semakin berkurang sehingga lapisan menjadi semakin tipis secara berlahan. Pada tahap ini, keseragaman ketebalan lapisan tipis dihasilkan dari keseimbangan antara dua gaya yang berlawanan yaitu gaya sentrifugal dan gaya viskos (Aguilar, et al., 2011). Selama terjadinya proses ini, gaya viskos semakin besar akibat menguapnya pelarut. Sehingga gaya viskos menjadi faktor penting terhadap terbentuknya lapisan pada tahap ini. Akibat evaporasi pelarut yang terjadi selama proses ini, lapisan menjadi cukup tipis dan padat sehingga aliran fluida secara esensial terhenti, dan pada titik ini evaporasi pelarut mendominasi dalam menentukan ketebalan lapisan yang dihasilkan.

- **Evaporation:**

Dengan kondisi larutan yang secara esensial tidak mengalir, maka evaporasi menjadi proses yang paling menentukan ketebalan lapisan yang dihasilkan walaupun sebenarnya selama berlangsungnya proses *Spin Coating* evaporasi selalu terjadi. Evaporasi merupakan proses kompleks dimana sejumlah pelarut berlebih dilepaskan

meninggalkan lapisan untuk mendapatkan lapisan yang *solid*. Titik transisi antara proses *Spin-off* dan *Evaporation* menjadi titik dimana besarnya penipisan akibat evaporasi sama dengan besarnya penipisan akibat gaya sentrifugal.

Tahap *Spin-off* dan *Evaporation* menjadi tahap yang paling berpengaruh pada terbentuknya lapisan tipis akhir. Pada umumnya kedua tahap ini terjadi secara sequensial dalam selang waktu tertentu untuk menghasilkan lapisan tipis (Bornside, et al., 1987).

Pada awalnya, serangkaian model matematika yang mempertimbangkan spin coating pada substrat datar telah dipublikasikan. Misalnya, Emslie, dkk. mengusulkan sebuah model sederhana dari proses spin-coating memprediksi ketebalan film sebagai fungsi dari sejumlah parameter sebagai berikut:

$$h = \frac{h_0}{\left(1 + \frac{4\omega^2 h_0^2 t}{3\mu}\right)^{1/2}} \quad (2.2)$$

di mana h_0 adalah ketebalan awal film, ω adalah kecepatan rotasi, dan μ adalah viskositas. Namun, dalam kenyataannya, berbagai kondisi-kondisi percobaan jarang memenuhi asumsi yang dibutuhkan oleh persamaan ini, sehingga membatasi aplikasi untuk situasi nyata (Huang, et al., 2003).

Proses penipisan lapisan terjadi melalui dua tahap yang berbeda. Pada tahap pertama, film yang ditipiskan hanya karena aliran radial keluar. Penguapan pelarut diabaikan, dan konsentrasi larutan diasumsikan tetap konstan pada nilai awalnya. Situasi ini dianalogikan dengan penipisan dari liquid Newtonian pada piringan yang berputar ditemukan pertama oleh Emslie, Bonner, dan Peck:

$$\frac{dh}{dt} = - \frac{2\rho\omega^2 h^3}{3\mu_0} \quad (2.3)$$

di mana h adalah ketebalan film, t waktu berputar, ρ adalah densitas cairan, ω adalah kecepatan berputar, dan μ_0 adalah viskositas awal larutan. Ketika tingkat film menipis mencapai

beberapa tingkat penguapan yang ditentukan, E, film ini akan diperlakukan dasarnya dibuat diam, dan tahap kedua di mana semua menipis adalah karena dimasukkannya pelarut penguapan. Bornside, Macosko, dan Scriven mengusulkan bahwa E dapat dihitung dengan menggunakan ekspresi perpindahan massa:

$$E = k(x_1^0 - x_1^\infty) \quad (2.4)$$

di mana k adalah koefisien perpindahan massa, x_1^0 adalah fraksi massa pelarut inisial dalam larutan coating, dan x_1^∞ adalah fraksi massa pelarut yang akan di equilibrium dengan fraksi massa pelarut dalam fasa gas. Koefisien perpindahan massa, k, diberikan oleh ekspresi berikut:

$$k = \left(\frac{cD_g}{v_g^{1/2}\rho} \right) \left(\frac{p_1^0 M_1}{RT} \right) \omega^{1/2} \quad (2.5)$$

di mana c adalah konstanta yang bergantung pada jumlah Schmidt dari fase gas *overhead*, D_g adalah difusivitas biner dari pelarut dalam fase gas *overhead*, v_g adalah viskositas kinematik dari fase gas *overhead*, p_1^0 adalah tekanan uap murni pelarut pada temperatur T, M_1 adalah berat molekul pelarut, dan R adalah konstanta gas ideal (Hall, et al., 1998).

Pada proses pelapisan menggunakan *vacuum spin coater*, ada beberapa faktor yang mempengaruhi hasil lapisan yang terbentuk. Hal-hal yang mempengaruhi adalah kecepatan rotasinya, laju evaporasi, serta konsentrasi dan viskositas dari larutan. Hubungan antara viskositas dengan konsentrasi dapat dilihat pada hubungan persamaan berikut:

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \quad (2.6)$$

$$\mu_{sp} = \frac{\mu - \mu_0}{\mu_0} \quad (2.7)$$

$$\mu_z = \frac{\mu_{sp}}{c} \quad (2.8)$$

$$\mu_{sp} = \mu_z c \quad (2.9)$$

di mana μ_r adalah viskositas relatif, μ_{sp} adalah viskositas spesifik, dan μ_0 adalah viskositas mutlak dari air dan c adalah konsentrasi dari larutan. Dari persamaan (2.8) disimpulkan hubungan antara viskositas dengan konsentrasi berbanding lurus. Semakin tinggi nilai viskositas, maka nilai konsentrasi juga semakin tinggi (Rey, et al., 1996)

2.3 Polistiren

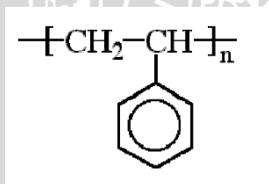
Polystyrene diterjemahkan biasa adalah "styrene yang terpolimerisasi". Artinya, molekul styrene tunggal yang secara kimiawi bergabung bersama untuk membentuk molekul besar yang disebut polimer. Styrene diproduksi dari benzena dan ethylene, dan polimerisasi dicapai dengan adanya katalis, biasanya peroksida organik.

Campuran polimer terdiri dari dua atau lebih polimer. Properti dari campuran bergantung terutama pada fase matriks tetapi faktor seperti jumlah, ukuran, bentuk dan adhesi antar muka dari fase terdispersi juga berperan. Dasar termodinamika, teori Flory-Huggins dan teori *equation-of-state* yang digunakan untuk menjelaskan perilaku polimer campuran (Hashim, et al., 2011).

Tabel 1: Tabel Properti dari Polistiren

ASTM or UL Test	Property	POLYMERS		COPOLYMERS		Glass Reinforced ^a
		General Purpose	Impact Modified	Crystal Clear	Impact Modified	
PHYSICAL						
D792	Specific gravity	1.04-10.9	1.03-1.10	1.08-1.10	1.05-10.8	1.13-1.22
D792	Specific volume (in ³ /lb)	26.0-25.6	28.1-25.2	—	—	—
D570	Water absorption, 24 h, 1/8-in thk (%)	0.03-0.10	0.05-0.60	0.1	0.1	0.08
MECHANICAL						
D638	Tensile strength (psi)	5,000-12,000	1,500-7,000	7,000-7,600	4,800-7,200	10,500-12,500
D638	Elongation (%)	0.5-2.0	2-60	1.4-1.7	2.0-20.0	1.3-2.0
D638	Tensile modulus (10 ⁶ psi)	4.0-6.0	1.4-5.0	4.4-4.7	2.8-4.2	6.3-10.0
D790	Flexural strength (psi)	8,000-17,000	3,000-12,000	12,000-12,600	8,500-12,200	12,200-19,700
D790	Flexural modulus (10 ⁶ psi)	4.0-4.7	1.5-4.6	4.6-4.9	3.2-4.5	5.5-9.8
D256	Impact strength, Izod (ft-lb/in of notch)	0.2-0.45	0.5-4.0	0.3-0.5	0.5-4.4	1.8-2.6
D785	Hardness, Rockwell M	65-80	10-90	108	80	101
THERMAL						
C177	Thermal conductivity (Btu-in/hr-ft ² -°F)	2.4-3.3	1.0-3.0	2.4-3.3	1.0-3.0	—
D696	Coefficient of thermal expansion (10 ⁻⁶ in/in-°F)	3.3-4.4	1.9	3.5-3.7	3.5-3.7	2.0-2.2
D648	Deflection temperature (°F)					
	At 264 psi	190-220	160-200	235-249	235-249	235-260
	At 66 psi	180-230	180-220	—	—	—
UL 94	Flammability rating ^b	HB	HB	HB	HB	HB
ELECTRICAL						
D149	Dielectric strength (V/mil)					
	Short time, 1/8-in thk	500-700	300-600	500-700	300-600	—
D150	Dielectric constant					
	At 1 kHz	2.40-2.65	2.4-4.5	—	—	—
D150	Dissipation factor					
	At 1 kHz	0.0001-0.0003	0.0004-0.0020	—	—	—
D257	Volume resistivity (ohm-cm)					
	At 73°F, 50% RH	10 ¹⁷ -10 ¹⁹	10 ¹⁶	—	—	—
D495	Arc resistance (s)	60-135	20-100	95	95	—
OPTICAL						
D542	Refractive index	1.60	—	1.59	—	—
D1003	Transmittance (%)	87-92	35-57	92	—	—

Polystyrene memiliki struktur berulang yang sangat sederhana seperti gambar 6 di bawah ini. Hal ini polimer ataktis sehingga dianggap sebagai amorf. Termoplastik ini tersedia secara komersial selama beberapa waktu. Lokasi spesifik dari cincin benzena cukup acak untuk menghambat kristalisasi.



Gambar 6: Struktur dari Molekul Polistiren (Siong, 2008)

(Siong, 2008).

Setyawan P. Sakti (Sakti, et al., 2001) telah melakukan penelitian untuk membuat QCM sebagai bioimmunosensor portabel untuk penderita diabetes di mana QCM dilapisi menggunakan campuran polistiren dan *p-tert-butyl-calix* [8] arene

yang dilarutkan pada chloroform. Pengukuran yang dilakukan berdasarkan pada sensitifitas QCM pada perubahan massa di atasnya. Alasan penggunaan polistiren sebagai material pelapis di atas QCM adalah karena sifat polistiren disamping stabil juga memiliki sifat hidropobik sehingga polistiren tidak mengikat secara kimia saat ditetesi dengan HSA antibody namun terikat secara adsorpsi. Selain itu, penggunaan polistiren juga untuk modifikasi permukaan dari QCM (Sakti, et al., 2012). Modifikasi permukaan ini bertujuan untuk meningkatkan kekasaran (*roughness*) dari permukaan sensor sehingga luasan area pengikatan biomolekul bertambah serta jumlah biomolekul yang terikat juga meningkat.

2.4 Toluena

Toluena juga dikenal sebagai toluol, phenylmethane, methylbenzol, methylbenzene, benzena monometil, dan methacide. Beberapa sifat fisik dan kimia yang relevan toluena tercantum pada tabel (2):

Tabel 2: Properti Fisika dan Kimia dari Toluena

CAS Registry number	108-88-3
Rumus Kimia	$C_6H_5CH_3$
Berat Molekul	92.14
Berat Jenis	0.867 g/mL
Tekanan Uap	28.4 mm Hg at 25°C
Kelarutan pada Air	0.59 mg/mL at 25°C
Koefisien Partisi; Log K_{ow}	2,72
Faktor Konversi	1 ppm = 3,77 mg/m ³ , 1 mg/m ³ = 0,265 ppm (25°C, 760 mmHg)

Pada temperatur kamar, toluena adalah cairan berwarna bening kekuningan dengan bau tajam, seperti benzena. Toluena mudah terbakar dengan titik nyala dari 4,4⁰ C. Toluena sangat reaktif dengan sejumlah kelas kimia, terutama yang mengandung senyawa nitrogen, dan dapat bereaksi dengan beberapa plastik (Agency, 2005).

Tabel 3: Gambar Struktur Kimia Toluena dan Benzena (Leusch, et al., 2010)

Compound	CASRN	Chemical structure
Benzene	71-43-2	
Toluene	108-88-3	

Toluena (methylbenzene) adalah hidrokarbon aromatik yang banyak digunakan sebagai pelarut organik dalam pengaturan industri dan produk rumah tangga umum seperti bensin, lem dan cat. Menghirup udara yang mengandung toluena adalah hal yang umum dari kepadatan manusia. Sekitar 80% dari dosis hirup awal diserap dengan menurunnya penyerapan mengikuti pembongkaran selanjutnya (Low, et al., 1988). Sejumlah kecil toluena berakhir tidak berubah sementara sebagian dimetabolisme oleh hati. Sementara pembongkaran dengan cara lain, seperti pencernaan diikuti pencemaran limbah berbahaya bisa terjadi, kontribusi relatif tersebut terhadap total beban pembongkaran toluena adalah minimal (Wilkins, et al., 1997).

Toluena dipilih sebagai pelarut polistiren dengan alasan solubilitas, di mana solubilitas dari polistiren dekat dengan solubilitas toluena. Hal ini bisa dilihat dari tabel 4 dan tabel 5:

Tabel 4: Tabel Nilai HSP (*Hanson Solubility Parameters*) dari Polymer

Polymer	δd	δp	δh
Polyisoprene	16,57	1,41	-0,82
Polistiren	21,28	5,75	4,30
Polyethylene glycol	17,00	11,00	8,90

Tabel 5: Tabel Nilai HSP Pelarut

Pelarut	δd	δp	δh
Acetone	15,50	10,40	7,00
Methanol	15,10	12,30	22,30
Ethanol	15,10	12,30	22,30
Toluena	18,00	1,40	2,00
Tetrahydrofuran	16,80	5,70	8,00
Water	15,50	16,00	42,4

di mana: δ_d : *Dispersive Force*

δ_p : *Polar Interaction*

δ_h : *Hydrogen Bond Interaction*

(Brandrup, 1999)

Dari nilai HSP di atas, kemudian dicari nilai *Cohesive Energy Density* (δ^2) menggunakan persamaan berikut:

$$\delta^2 = \delta_d^2 + \delta_p^2 + \delta_h^2 \quad (2.10)$$

Dari nilai dari δ_d , δ_p , dan δ_h dari polistiren dan toluena dilakukan perhitungan dengan persamaan (2.10) sehingga didapatkan nilai $\delta_{\text{Polistiren}} = 22,4586$ dan $\delta_{\text{Toluena}} = 18,1648$. Kemudian dari nilai tersebut jika selisihnya $\delta \approx 0$ maka semakin mudah larut di mana nilainya $\delta = 4,29385$. Berbeda jika dibandingkan dengan menggunakan air atau ethanol yang memiliki nilai $\delta = 25,43717$ dan $\delta = 7,14861$.



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat Waktu dan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September 2013 sampai dengan November 2013 bertempat di laboratorium Biofisika dan laboratorium Material Jurusan Fisika FMIPA Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Pada penelitian digunakan beberapa peralatan diantaranya adalah mikroskop optik, *vacuum spin coater*, *evaporator*, pinset, micropipet, SEM, neraca digital, spatula, oven, *ultrasonic cleaner*, dan QCM. Sedangkan untuk bahan yang digunakan yaitu polistiren, ZnPc, dan toluena

3.3 Metode Penelitian

3.3.1 Persiapan Alat

Penanganan awal penelitian ini adalah dengan melakukan persiapan alat yang akan digunakan diantaranya adalah *vacuum spin coater* yang digunakan sebagai alat dan tempat untuk melakukan pelapisan polistiren serta micropipet yang digunakan untuk meneteskan polistiren pada QCM. Kemudian pinset yang digunakan sebagai alat bantu untuk memegang QCM, mikroskop optik yang digunakan untuk melihat permukaan dari lapisan polistiren pada QCM serta evaporator digunakan untuk melapiskan ZnPc di atas polistiren.

3.3.2 Persiapan Bahan

Pada pelapisan polistiren digunakan *vacuum spin coater* dan larutan polisterin dengan konsentrasi larutan 1% hingga 5%. Toluena dipersiapkan sebagai pelarut polistiren. Pembuatan larutan polistiren, digunakan persamaan (3.1):

$$1\% = \frac{1 \text{ gram Polistiren}}{100\text{ml Toluena}} = \frac{0.02 \text{ gram Polistiren}}{2\text{ml Toluena}} \quad (3.1)$$

Namun, untuk mengefisienkan penggunaan bahan maka jumlah toluena yang digunakan ditentukan sejumlah 2 ml dan massa polistiren menyesuaikan. Kemudian ZnPc dalam bentuk padatan (serbuk) yang akan digunakan untuk pelapisan di atas polistiren sejumlah 0.002 gram untuk satu kali evaporasi

3.3.3 Pelapisan Polistiren dengan *Vacuum Spin Coater*

Pada tahap ini QCM dilapisi dengan larutan polistiren. Sebelum dilakukan pelapisan, QCM dibersihkan dengan chloroform pada *ultrasonic cleaner* selama tiga menit lalu dipanaskan selama lima menit pada temperatur 100⁰ C kemudian diukur frekuensinya dengan menggunakan *frekuensi counter*. Pada pengukuran dengan *frekuensi counter*, ditunggu hingga stabil sekitar 2 – 3 menit lalu dicatat. Kemudian QCM dilapisi dengan larutan polistiren dengan kecepatan putar 3000 rpm dan dengan konsentrasi 1% hingga 5%.

3.3.4 Pengukuran Ketebalan Lapisan Polistiren

Setelah dilapisi dengan polistiren, QCM dipanaskan terlebih dahulu selama satu jam pada temperatur 100⁰ C untuk mengurangi kadar air pada lapisan polistiren kemudian diukur lagi frekuensinya dengan menggunakan *frekuensi counter* untuk mendapatkan nilai frekuensi yang baru. Hasil

pengukuran frekuensi kemudian dilakukan perhitungan menggunakan persamaan (2.1) untuk mendapatkan ketebalan lapisan polistiren.

3.3.5 Pengamatan Morfologi dengan Mikroskop Optik dan SEM/EDX

Hasil dari QCM yang sudah dilapisi dengan polistiren diamati permukaannya dengan mikroskop optik. Setelah mendapatkan hasil pengamatan dari mikroskop optik, dilakukan pengamatan dengan SEM untuk foto morfologi polistiren yang lebih jelas beserta pengukuran ketebalan lapisan polistiren. Di samping itu juga dilakukan EDX untuk mengetahui unsur-unsur yang pada lapisan tersebut.

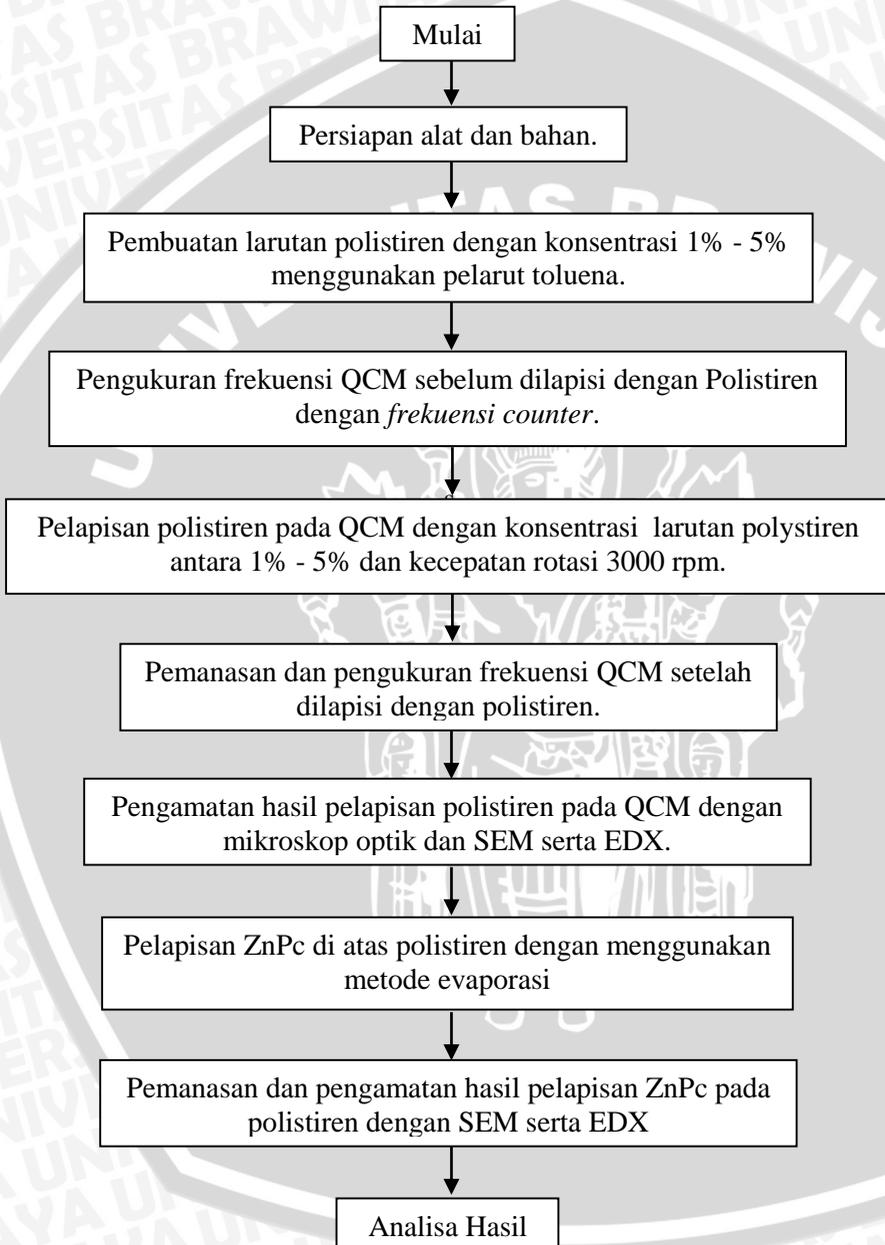
3.3.6 Pelapisan ZnPc dengan Metode Evaporasi

QCM yang sudah dilapisi dengan polistiren, dilakukan deposisi ZnPc di atas polistiren dengan menggunakan evaporator. Pada deposisi ZnPc menggunakan evaporator, digunakan parameter tegangan 1 V, proses vakum satu jam, dan lama deposisi dua menit dan setelah itu dipanaskan pada temperatur 150⁰ C selama lima jam.

3.3.7 Pengamatan Morfologi Setelah Pelapisan ZnPc dengan SEM/EDX

Hasil dari QCM yang sudah terlapisi oleh polistiren dan ZnPc diamati dengan SEM untuk melihat lapisan ZnPc yang terbentuk di atas polistiren. Kemudian dilanjutkan dengan EDX untuk mengetahui unsur yang terdapat pada lapisan tersebut.

3.4 Diagram Alir Penelitian



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pengaruh Konsentrasi Larutan terhadap Ketebalan Lapisan Polistiren

Pengukuran ketebalan lapisan polistiren pada penelitian ini dilakukan dengan pengukuran frekuensi QCM sebelum dan sesudah dilapisi polistiren menggunakan *frekuensi counter*. Pengukuran dan perhitungan ini sama seperti yang dilakukan Bryan D. Vogt (Vogt, et al., 2004) dengan menggunakan persamaan (2.1), kemudian persamaan tersebut diturunkan:

$$\Delta f = \left[\frac{-2f_o^2}{A\sqrt{\rho_q G_q}} \right] \Delta m$$

di mana:

$$\begin{aligned} \Delta m &= \rho \Delta V \\ \Delta m &= \rho A \Delta h \end{aligned}$$

sehingga dapat disubstitusi menjadi:

$$\Delta f = \left[\frac{-2f_o^2}{A\sqrt{\rho_q G_q}} \right] \rho A \Delta h \quad (4.1)$$

$$\Delta f = \left[\frac{-2f_o^2}{\sqrt{\rho_q G_q}} \right] \rho \Delta h \quad (4.2)$$

$$\Delta h = \left[\frac{\sqrt{\rho_q G_q}}{-2f_o^2} \right] \rho \Delta f \quad (4.3)$$

Pada persamaan (4.3) nilai dari ρ_q , ρ dan G_q bernilai tetap, sehingga:

$$\Delta h = - \left[\frac{\Delta f}{2f_o^2} \right] \quad (4.4)$$

keterangan:

- Δh = Penambahan ketebalan (mm)
- Δf = Perubahan frekuensi (Hz)
- f_o = Frekuensi awal QCM (Hz)
- $\rho_q G_q$ = Densitas dan modulus shear dari QCM
- Δm = Perubahan massa (gram)

Perubahan nilai frekuensi pada QCM sebelum dan sesudah dilapisi polistiren berdasarkan pada properti QCM yang bersifat piezoelektrik. Piezoelektrik adalah kemampuan bahan menghasilkan listrik karena sensitivitas atom-atom pada permukaan lapisan QCM akibat adanya tekanan mekanik (Sharapov, 2011). Properti ini dimanfaatkan untuk mengukur ketebalan lapisan yang terbentuk saat diberikan suatu material untuk melapisinya. Pengukuran dengan *frekuensi counter* adalah dengan memberikan input gelombang pada QCM dan gelombang tersebut akan merambat pada permukaannya. Sehingga saat diberikan suatu lapisan di atas QCM, nilai dari frekuensi pasti akan lebih kecil atau turun. Hal ini dikarenakan adanya peredaman gelombang yang merambat pada permukaan QCM akibat lapisan yang terlapiskan di atasnya sehingga pengukuran ketebalan lapisan di atas QCM bisa dilakukan.

Semakin tebal lapisan polistiren yang terbentuk, maka semakin besar pula nilai dari Δf . Hasil pengukuran frekuensi QCM didapatkan hasil seperti pada tabel 6:

Tabel 6: Pengukuran Frekuensi QCM Sebelum dan Setelah Dilapisi Polistiren

Konsentrasi (%)	Frekuensi	
	f_o (Hz)	f (Hz)
1	8007541	8005731
2	8007620	8003711
3	8006864	7996424
4	8005367	7992250
5	8006030	7976047

di mana f_o : Frekuensi awal

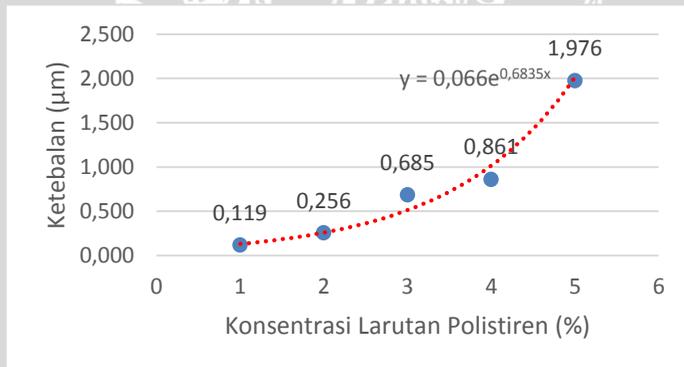
f : Frekuensi akhir

Hasil pengukuran frekuensi di atas kemudian dihitung dengan menggunakan persamaan (4.4) untuk mendapatkan ketebalan dari lapisan polistiren. Hasil perhitungan dari pengukuran frekuensi dapat dilihat pada tabel 7:

Tabel 7: Perhitungan Ketebalan Lapisan Polistiren Menggunakan Persamaan Sauerbrey

Konsentrasi (%)	Perubahan Frekuensi (Hz)	Ketebalan Lapisan (μm)
1	1810	0,119
2	3909	0,256
3	10440	0,685
4	13117	0,861
5	30112	1,796

Pada hasil perhitungan, nilai dari perubahan frekuensi (Δf) sebanding dengan ketebalan lapisan polistiren yang terbentuk. Berdasarkan persamaan Sauerbrey pada persamaan (4.4) disimpulkan bahwa semakin besar nilai dari Δf maka ketebalan lapisan yang terbentuk semakin tebal seperti ditunjukkan pada hasil perhitungan pada tabel 7 dan grafik 1:



Grafik 1: Hubungan Konsentrasi Larutan Polistiren Terhadap Ketebalan Lapisan Polistiren

4.2. Hubungan Konsentrasi, Viskositas, dan Ketebalan Lapisan Polistiren

Beck (Beck, et al., 2001) mengatakan bahwa pelarut yang digunakan untuk membuat larutan mempengaruhi ketebalan akhir film dan ketebalan meningkat jika kecepatan putaran diturunkan. Hal ini menjelaskan bahwa pada teknik pelapisan menggunakan *vacuum spin coater* ada dua parameter, yaitu konsentrasi larutan dan kecepatan putarnya.

Pada pembuatan larutan polistiren, larutan dibuat dengan konsentrasi dari konsentrasi 1% hingga 5%. Berdasarkan pada persamaan berikut ini:

$$\mu = ke^{0,26c} \quad (4.5)$$

di mana: μ = viskositas Pa s
 c = konsentrasi (g/desiliter)

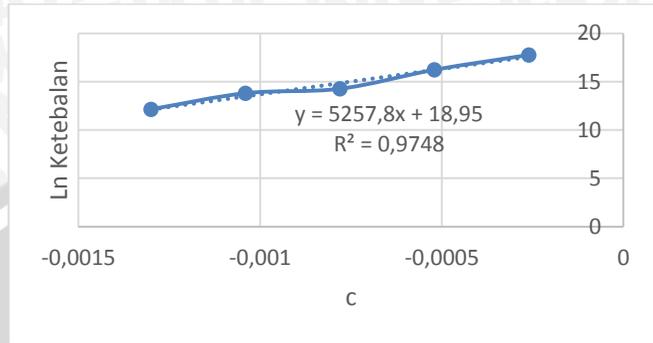
(Geronimos, et al., 1978)

Persamaan di atas menunjukkan hubungan di mana viskositas larutan berbanding lurus secara eksponensial dengan konsentrasi larutan itu sendiri. Perbedaan konsentrasi mengakibatkan perbedaan viskositas dari larutan. Kemudian, viskositas sendiri berbanding lurus terhadap ketebalan lapisan yang terbentuk. Hubungan tersebut dapat dilihat pada persamaan (2.2).

Pada persamaan (4.5) terdapat suatu konstanta k . Untuk mendapatkan nilai k , dengan menggunakan hasil eksperimen maka dapat diturunkan pada lampiran 4 dan seperti pada persamaan berikut ini:

$$h = \frac{h_0}{\left(1 + \frac{4\omega^2 h_0^2 t}{3\mu}\right)^{1/2}} \quad (4.6)$$

$$\ln\left(\frac{h_0^2}{h^2} - 1\right) = \ln\left(\frac{4\omega^2 h_0^2 t}{3k}\right) - 0,026c \quad (4.7)$$



Graphik 2: Hubungan Antara c Terhadap Ln Ketebalan

Dari grafik di atas dapat ditentukan nilai k sebesar $3,136 \times 10^{-5}$.

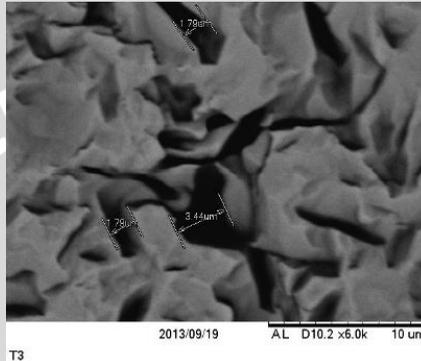


Graphik 3: Hubungan Konsentrasi Larutan Polistiren Terhadap Viskositas Larutan

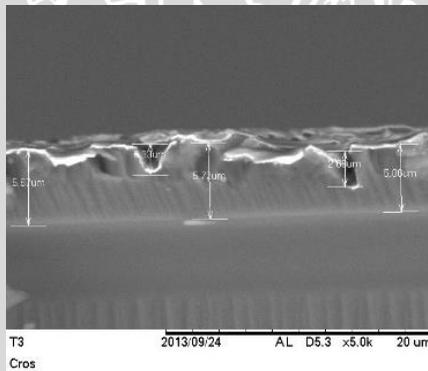
Viskositas adalah kestabilan suatu larutan / fluida untuk mempertahankan keadaannya akibat adanya gesekan internal pada fluida (Giancoli, 2001). Akibat kestabilan ini, saat larutan diputar pada *spin coater*, maka larutan akan berusaha mempertahankan keadaannya. Dari Grafik 3 dapat dilihat bahwa peningkatan nilai konsentrasi menyebabkan kenaikan nilai dari viskositas larutan polistiren. Oleh karena itu, lapisan yang terbentuk dengan menggunakan konsentrasi rendah lebih tipis dan rongga yang terbentuk lebih besar diameternya, sedangkan pada konsentrasi yang lebih tinggi terbentuk lapisan yang lebih tebal dan rongga yang terbentuk lebih kecil diameternya. Hasil uji SEM dapat dilihat pada gambar 7 dan gambar 8.

4.3. Hasil Uji SEM dari Permukaan Lapisan Polistiren

Hasil SEM dari lapisan polistiren dengan pelarut toluena konsentrasi 3% terlihat permukaan yang terbentuk rongga dengan diameter $\pm 3,447 \mu\text{m}$ dan kedalaman rongga $\pm 2,605 \mu\text{m}$, seperti pada gambar 7:



Gambar 7: Lapisan Polistiren dengan Pelarut Toluena Perbesaran 6000x



Gambar 8: Foto SEM dari Penampang Melintang dari QCM dan Lapisan Polistiren dengan Pelarut Toluena Perbesaran 5000x

4.4. Pengaruh Konsentrasi Polistiren terhadap Ketebalan Lapisan ZnPc

Setelah ZnPc dilapisi di atas polistiren, mula-mula dilakukan *annealing* terlebih dahulu sebelum dilakukan pengukuran

frekuensi selama lima jam. Hasil pengukuran frekuensi QCM sebelum dan sesudah dilapisi ZnPc mengalami penurunan nilai frekuensi akibat penambahan massa di atas QCM. Hasil dari pengukuran dapat dilihat pada tabel 8:

Tabel 8: Pengukuran Frekuensi QCM Sebelum dan Sesudah Dilapisi ZnPc

Konsentrasi (%)	Frekuensi	
	f_0 (Hz)	f (Hz)
1	8005731	8005347
2	8003711	8003082
3	7996424	7995441
4	7992250	7990993
5	7976047	7973760

di mana f_0 : Frekuensi awal
 f : Frekuensi akhir

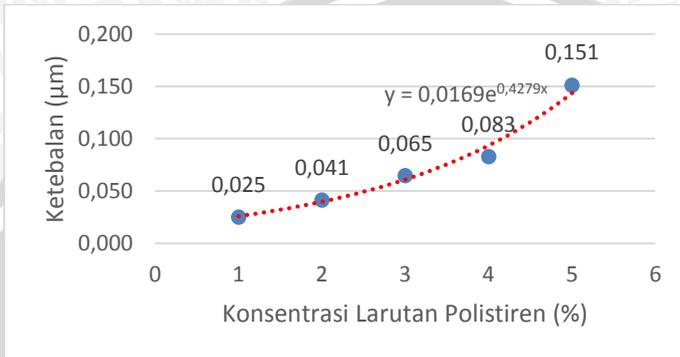
Dari data pada tabel 8, kemudian data tersebut dihitung dengan menggunakan persamaan (4.4) untuk mendapatkan ketebalan dari lapisan ZnPc. Hasil perhitungan dari data tersebut dapat dilihat pada tabel 9:

Tabel 9: Perhitungan Ketebalan Lapisan ZnPc Menggunakan Persamaan Sauerbrey

Konsentrasi (%)	Perubahan Frekuensi (Δf)	Ketebalan Lapisan (μm)
1	384	0,025
2	629	0,041
3	983	0,065
4	1257	0,083
5	2287	0,151

Pada hasil perhitungan, nilai dari Δf sebanding dengan ketebalan lapisan ZnPc yang terbentuk. Sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin besar nilai dari Δf maka ketebalan lapisan yang terbentuk semakin tebal. Meningkatnya ketebalan lapisan ZnPc ini dipengaruhi oleh morfologi lapisan polistiren yang berongga. Morfologi polistiren tersebut mempengaruhi lapisan ZnPc yang terbentuk dikarenakan ada sebagian ZnPc yang

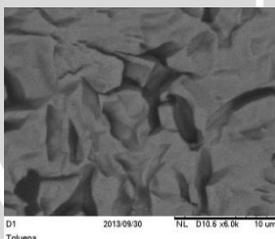
terperangkap pada bagian rongga polistiren. Hal ini dapat dilihat pada grafik berikut:



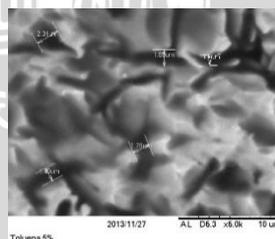
Grafik 4: Hubungan Perubahan Konsentrasi Larutan Polistiren terhadap Ketebalan Lapisan ZnPc

4.5. Hasil Uji SEM dari Permukaan Polistiren Setelah Dilapisi ZnPc

Pelapisan ZnPc dilakukan dengan menggunakan metode evaporasi. Pada pelapisan ZnPc, parameter yang digunakan adalah dengan menggunakan tegangan sebesar 1 volt serta dideposisi selama dua menit dan proses pemvakuman chamber dilakukan selama satu jam. Namun, sebelum dilapisi dengan ZnPc, QCM yang sudah dilapisi dengan polistiren dilakukan *annealing* untuk menghilangkan kandungan uap air pada lapisan tersebut selama satu jam pada temperatur 150⁰ C.

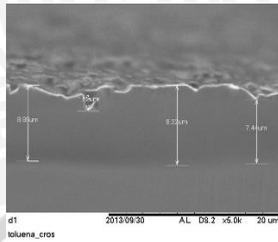


(a)

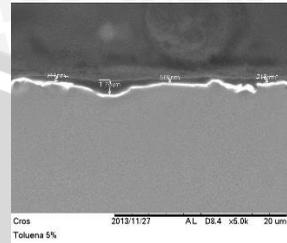


(b)

Gambar 9: Hasil Uji SEM pada Lapisan ZnPc di atas Polistiren dengan Perbesaran 6000x (a) Konsentrtasi Larutan 3% (b) Konsentrasi Larutan 5%



(a)



(b)

Gambar 10: Hasil Uji SEM pada Lapisan ZnPC secara *Cross Section* dengan Perbesaran 5000x (a) Konsentrasi Larutan 3% (b) Konsentrasi Larutan 5%

Lapisan ZnPC yang dideposisi terperangkap pada rongga-rongga lapisan polistiren, yang kemudian setelah terisi ZnPC selanjutnya melapisi bagian yang lain. Hal ini ditunjukkan pada gambar 9(a) bagian gelap lebih terfokus pada rongga polistiren sedangkan pada gambar 9(b) selain pada rongga, pada permukaan lainnya juga mulai terlapisi.

Ketebalan ZnPC yang dihasilkan terdapat perbedaan, sebagai contoh pada konsentrasi 5%. Dari hasil perhitungan dengan persamaan (4.4) ketebalan lapisan ZnPC sebesar $0,151 \mu\text{m}$ atau 151 nm sedangkan pada uji SEM sekitar 644 nm . Hasil dari uji SEM menunjukkan nilai yang lebih tebal dari hasil perhitungan persamaan (4.4), karena perhitungan persamaan (4.4) keadaan yang ditinjau adalah keadaan ideal di mana morfologi lapisan polistiren merata dan ZnPC terd deposisi dengan baik. Namun pada uji SEM adalah keadaan real, di mana morfologi lapisan polistiren tidak merata sehingga pada titik-titik tertentu ada yang tidak terlapisi, ada yang terlapisi baik dan ada juga yang ZnPC menggumpal / tertumpuk di satu titik.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB V PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, diambil kesimpulan bahwa perubahan konsentrasi larutan berbanding lurus dengan perubahan ketebalan lapisan polistiren yang terbentuk. Hal ini disebabkan karena konsentrasi larutan mempengaruhi nilai viskositas dari larutan polistiren. Semakin tinggi konsentrasi dari larutan maka viskositas dari larutan tersebut meningkat juga. Hal ini bisa dilihat pada hasil perhitungan Tabel 7 dan pada Grafik 1.

Viskositas dari masing-masing konsentrasi larutan juga mempengaruhi ketebalan dari lapisan ZnPc. Semakin tinggi viskositas larutan maka rongga yang terbentuk pada lapisan polistiren juga bertambah sehingga ZnPc yang dideposisikan di atasnya mengisi pada rongga-rongga tersebut semakin banyak yang mengakibatkan lapisan ZnPc yang terbentuk semakin tebal. Hal ini dapat dilihat pada hasil perhitungan Tabel 9 dan pada Grafik 4 .

5.2. Saran

Penelitian perlu dilakukan studi lebih lanjut untuk mengetahui morfologi lapisan yang terbentuk dengan menggunakan jenis pelarut yang berbeda.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR PUSTAKA

Agency Environmental Protection Toxicological Review of Toluene [Report]. - Washington D.C. : U.S. Environmental Protection Agency, 2005.

Aguilar R. G. and J. O. Lopez Low cost instrumentation for spin-coating deposition of thin films in an undergraduate laboratory [Journal] // Lat. Am. J. Phys. Educ. - 2011.

Beck Catherine E. [et al.] Characterization of Spin Coated Polymers in Nano-environments as a Function of Film Thickness Virginia Polytechnic Institute and State University in partial fulfillment for the requirements for the degree of Master of Science in Chemistry [Book]. - Blacksburg : Virginia Polytechnic Institute and State University, 2001. - p. 9.

Bornside D. E. and C. W. M. L. E. Scrive On the Modeling of Spin Coating [Journal] // Journal of Imaging Technology. - 1987. - pp. 122-129.

Bornside D. E., C. W. Macosko and L. E. Scriven Spin coating: One-dimensional model [Journal] // Journal of Applied Physics. - 1989. - pp. 1-39.

Brandrup Johanes Polymer Handbook [Book]. - New York : John Wiley & Sons, Inc., 1999.

Cady W. G. Piezoelectricity, An introduction to the Theory and Applications of Electromechanical Phenomena in Crystals [Book]. - New York : Dover Publications, Inc., 1964.

Chang Biao Quartz Crystal Microbalance Study of DNA Immobilization and Hybridization for DNA [Report]. - Michigan : Michigan State University, 2008. - p. 1.

Geronimos G. L. and Greenfield P. F. Viscosity Increase in Concentrated Sugar Solutions And Molasses Due To Dextrans [Journal] // Forty-Fifth Conference. - 1978. - pp. 119-126.

Giancoli Douglas C. Fisika: Edisi Kelima [Book]. - Jakarta : Erlangga, 2001.

Hall David B., Underhill Patrick and Tork John M. Spin Coating of Thin and Ultrathin Polymer Films [Journal] // Polymer Engineering and Science. - 1998. - pp. 2039-2045.

Hashim Ong S. K. and Azanam S. Effect of Polystyrene-Modified Natural Rubber as High Molecular Weight Modifier in Polypropylene Based Binary Blends [Journal] // International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS. - 2011. - pp. 39-48.

Huang Ya-yu and Chou Kan-Sen Studies on the spin coating process of silica films [Journal] // Ceramics International. - 2003. - pp. 485-493.

Jie Han Technical background , applications and implementation of quartz crystal microbalance systems [Book]. - Jyväskylä : University of Jyväskylä, 2006. - pp. 2-3.

Kanazawa K. and Cho Nam-Joon Quartz Crystal Microbalance as a Sensor to Characterize Macromolecular Assembly Dynamics [Journal]. - 2009.

Lawrence C. J. and W. Zhou Spin coating of non-Newtonian fluids [Journal] // Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics. - 1991. - pp. 137-187.

Leusch Frederic and Bartkow Michael A short primer on benzene , toluene , ethylbenzene and xylenes (BTEX) in the environment and in hydraulic fracturing fluids [Report]. - Brisbane : Griffith University - Smart Water Research Centre, 2010.

Low L. K., J. R. Meeks and C. R. Mackerer Health Effects of The Alkylbenzenes [Journal]. - 1988. - pp. 49-75.

Middleman Stanley An Introduction to Fluid Dynamics [Book]. - New York : John Wiley and Sons, Inc., 1998.

Morgan C. L., Newman D. J. and Price C. P. Immunosensor: Technology and Opportunities Laboratory Medicine [Journal]. - [s.l.] : Clin Chem, 1996. - Vol. 42.

Niranja Sahu, B. Parija and S. Panigrahi Fundamental understanding and modeling of spin coating process : A review [Journal] // Indian J. Phys.. - 2009. - pp. 493-502.

Padmadinata Fatimah Z. Sensor Gas Aroma dengan Menggunakan Efek Resonansi Kristal [Journal]. - 1995. - pp. 53-63.

Peeters T. and B. v. Remoortere Spin Coating - Static and Dynamic Dispense [Journal] // DAS Core 46 Coatings. - 2008.

Rey F. [et al.] Effect of Concentration , pH , and Ionic Strength on The Viscosity of Solutions of a Soil Fulvic Acid [Journal]. - 1996. - pp. 295-299.

Rickert J., et al A new affinity Biosensor: Self- assembled thiols as selective monolayer coatings of quartz crystal microbalances. [Journal] // Biosensors & Bioelectronics. - 1996. - pp. 591-598.

Rivai Muhammad Implementasi Sensor Quartz Crystal Microbalance pada Sistem Kromatografi Gas [Journal]. - Surabaya : Institut Sepuluh November, 2009.

Sakti Setyawan P. [et al.] Disposable HSA QCM-immunosensor for Practical Measurement in Liquid [Journal] // Sensors and Actuators. - 2001. - pp. 257 - 262.

Sakti Setyawan P. [et al.] Improvement of Biomolecule Immobilization on Polystyrene Surface by Increasing Surface Roughness [Journal] // Biosensors & Bioelektronics. - 2012. - pp. 1-5.

Sharapov V. General Information About Piezoelectric Sensors [Book Section] // Piezoceramic Sensors. - Berlin : Springer, 2011.

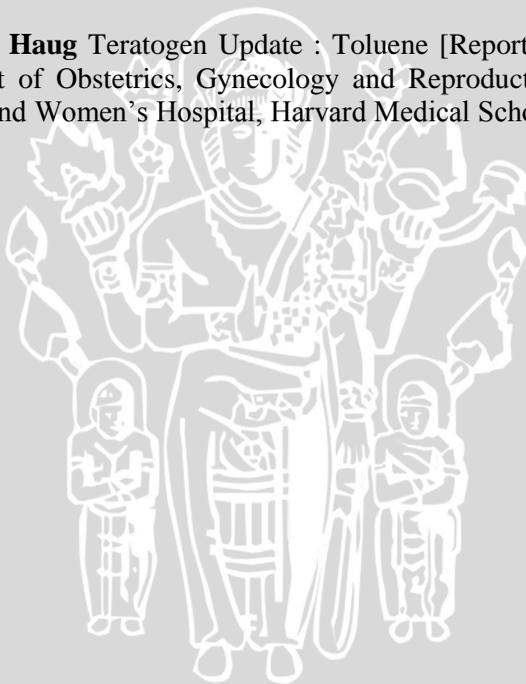
Siong Sia Choon Effects of Polystyren-Modified Natural Rubber on The Properties of Polypropylene/Polystyren Blends [Book]. - Penang : Universiti Sains Malaysia, 2008. - pp. 4-5.

Viitala T. What is Quartz crystal microbalance [Journal]. - 2004. - pp. 2-3.

Vogt Bryan D. [et al.] Effect of Film Thickness on the Validity of the Sauerbrey Equation for Hydrated Polyelectrolyte Films [Journal] // J. Phys. Chem B. - 2004. - pp. 12685-12690.

Washo B. D. Rheology and modeling of the spin coating process [Journal]. - 1977. - pp. 190-198.

Wilkins Louise and Haug Teratogen Update : Toluene [Report]. - Boston : Department of Obstetrics, Gynecology and Reproductive Medicine, Brigham and Women's Hospital, Harvard Medical School, 1997.



LAMPIRAN

Lampiran 1: Foto – Foto Peralatan dan Bahan yang Digunakan



Sensor QCM



Micropipet



Evaporator



Oven



Vacuum Spin Coater



Ultrasonic Cleaner



Almari Asam



Mikroskop Optik

Lampiran 2: Gambar Keadaan Laboratorium



Laboratorium Biofisika



Laboratorium Fisika Material

Lampiran 3: Morfologi Lapisan Polistiren Diamati dengan Mikroskop Optik



Konsentrasi Larutan 1%



Konsentrasi Larutan 2%



Konsentrasi Larutan 3%



Konsentrasi Larutan 4%



Konsentrasi Larutan 5%

Lampiran 4: Perhitungan Nilai Konstanta k

$$h = \frac{h_0}{\left(1 + \frac{4\omega^2 h_0^2 t}{3\mu}\right)^{1/2}}$$

$$h^2 = \frac{h_0^2}{\left(1 + \frac{4\omega^2 h_0^2 t}{3\mu}\right)}$$

$$h^2 = \frac{h_0^2}{\left(\frac{3\mu + 4\omega^2 h_0^2 t}{3\mu}\right)}$$

$$h^2 = \frac{h_0^2}{\left(\frac{3\mu + 4\omega^2 h_0^2 t}{3\mu}\right)}$$

$$h^2 = \frac{3\mu h_0^2}{3\mu + 4\omega^2 h_0^2 t}$$

$$h^2 3\mu + 4\omega^2 h_0^2 h^2 t = 3\mu h_0^2$$

$$3\mu (h^2 + h_0^2) = -4\omega^2 h_0^2 h^2 t$$

$$\frac{(h^2 + h_0^2)}{h^2} = \frac{-4\omega^2 h_0^2 t}{3\mu} \text{ di mana } \mu = ke^{0.026c}$$

$$1 - \frac{h_0^2}{h^2} = \frac{-4\omega^2 h_0^2 t}{3ke^{0.026c}}$$

$$\frac{h_0^2}{h^2} - 1 = \frac{4\omega^2 h_0^2 t}{3k} e^{-0.026c}$$

$$\ln\left(\frac{h_0^2}{h^2} - 1\right) = \ln\left(\frac{4\omega^2 h_0^2 t}{3k}\right) - 0.026c$$

$$c = \ln\left(\frac{4 \omega^2 h_0^2 t}{3 k}\right)$$

$$e^c = \frac{4 \omega^2 h_0^2 t}{3 k}$$

$$k = \frac{4 \cdot 3000^2 (8.6 \times 10^{-4})^2 \cdot 60}{3 e^{18.95}}$$

$$k = 3.136 \times 10^{-5}$$

