

BAB III METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan mulai bulan November 2016 sampai dengan Juni 2017 di Laboratorium Material, Laboratorium Biofisika, Laboratorium Material Maju dan Plasma, dan Laboratorium Teknologi Sensor Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya.

3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri atas QCM, polistiren, kloroform, toluen, tetrahidrofuran (THF), xilen, etanol, alkohol, gas N₂, ZnPc, *bovine serum albumin* (BSA), *phosphate buffered saline* (PBS) dan aquades.

3.3 Alat Penelitian

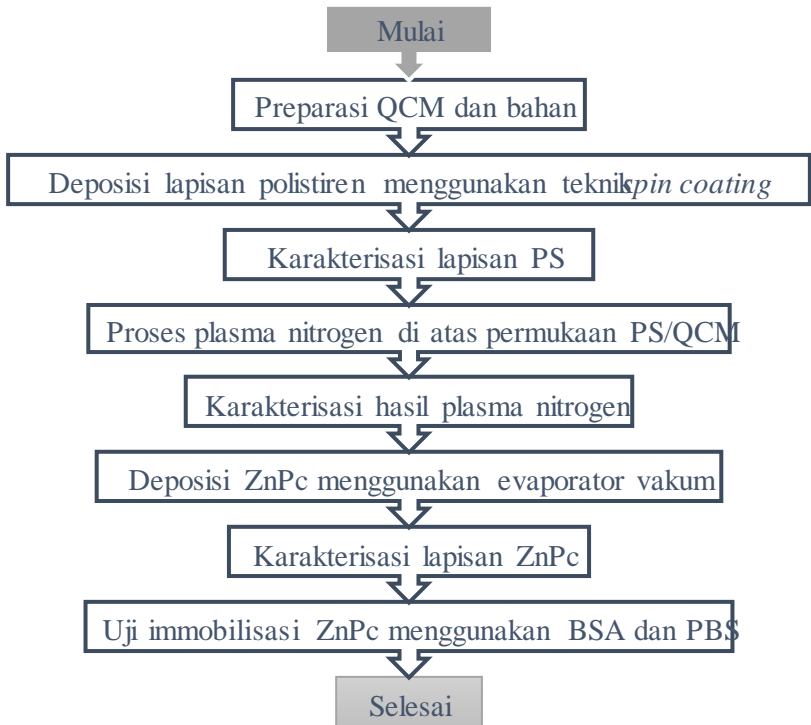
Alat yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya adalah labu ukur, gelas ukur, penjepit, cawan petri, timbangan, *ultrasonic cleaner*, *vacuum spin coater*, TMS, Pengukuran sudut kontak, pengukur frekuensi, *micropipet*, evaporator, multimeter, amperemeter, *aluminium foil*, dan seperangkat pembangkit plasma nitrogen.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan, diantaranya adalah :

1. Preparasi QCM dan bahan
2. Deposisi lapisan polistiren menggunakan teknik *spin coating*
3. Karakterisasi lapisan PS
4. Proses plasma nitrogen di atas permukaan PS/QCM
5. Karakterisasi hasil plasma nitrogen
6. Deposisi ZnPc menggunakan evaporator vakum
7. Karakterisasi lapisan ZnPc
8. Uji immobilisasi ZnPc menggunakan BSA dan PBS

Berikut ini adalah tahapan penelitian yang ditampilkan dalam bentuk skema.



Gambar 3.1 Skema Penelitian

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi QCM dan bahan

QCM yang akan dilapisi perlu melewati proses karakterisasi awal, diantaranya adalah pengukuran impedansi dan frekuensi awal. Hal ini bertujuan untuk melihat kondisi awal sensor dan sebagai data awal untuk menentukan parameter selanjutnya. Untuk preparasi bahan, yang perlu dilakukan adalah penimbangan ZnPc dengan massa 0,005 gram, dan preparasi larutan PS yang akan dideposisi. Polistiren dilarutkan ke dalam empat variasi pelarut (kloroform, THF, toluene, dan xilen) dengan konsentrasi masing-masing sebesar 3%. Polistiren

berbentuk potongan ditimbang sebanyak 0,03 gram, selanjutnya dimasukkan ke dalam labu ukur dan diisi dengan kloroform hingga 1mL. Pelarut kloroform dan polistiren yang telah diukur dimasukkan ke dalam botol preparat untuk selanjutnya di aduk dengan menggunakan ultrasound selama kurang lebih 3 menit hingga seluruh polistiren terlarut di dalam kloroform.

3.5.2. Proses deposisi lapisan polistiren

Deposisi lapisan PS di atas QCM dilakukan dengan menggunakan metode *spin coating*. Instrumen yang digunakan adalah *vacuum spin coater*. Pertama-tama *spin coater* diatur dengan kecepatan awal putaran 300 rpm selama 5 detik, dan kecepatan akhir sebesar 5000rpm selama 60 detik. QCM dipasang pada *spin coater* dengan posisi tepat pada pusat (elektroda berada tepat di garis) menggunakan pinset. Selanjutnya tombol *pump* ditekan sehingga alat memompa udara dalam *spin coater* menjadi vakum, kemudian alat dijalankan (*Run*). Pada saat *spin coater* telah melewati kecepatan awal, dan mulai berputar dengan kecepatan kedua, maka lapisan polistiren yang diambil menggunakan alat tetes, diteteskan tepat pada pusat *spin coater*. Selanjutnya QCM dibalik, dan dilakukan pelapisan pada permukaan yang lain. Setelah kedua sisi berhasil dilapiskan dengan polistiren, larutan polistiren di atas permukaan QCM dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 150°C selama 60 menit.



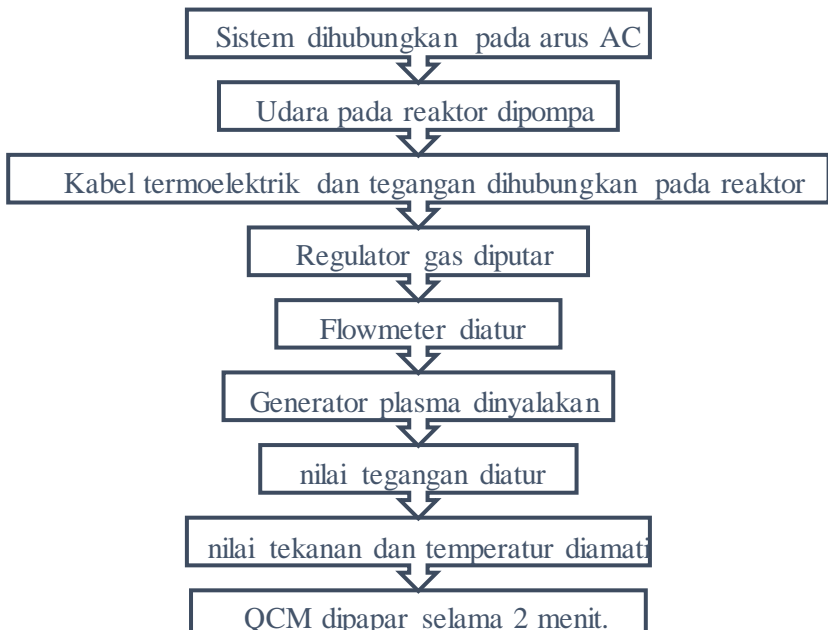
Keterangan Gambar:

1. Tempat substrat dan meneteskan larutan
2. Tombol *pump* (pembvakuman)
3. Tombol Pengaturan waktu
4. Tombol *Run* (memulai pelapisan)

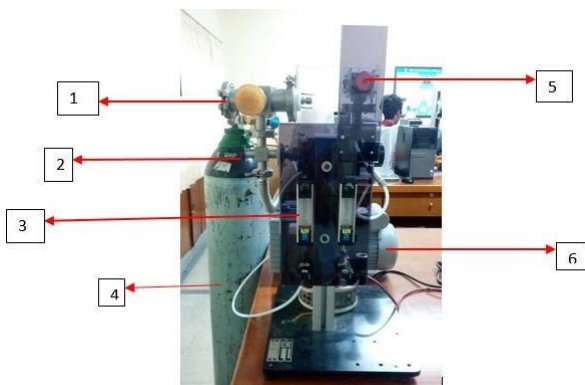
Gambar 3.2 Vacuum Spin Coater

3.5.3 Proses plasma nitrogen di atas permukaan PS/QCM

Dalam pembangkitannya, sumber gas yang digunakan adalah gas nitrogen dengan kadar 99,99%. Proses plasma nitrogen dilakukan selama 2 menit, pada tegangan 40 W, laju alir gas 20 mL/min dan tekanan 30 mTorr. Pertama-tama, setiap rangkaian sistem dihubungkan pada sumber tegangan AC. Pompa vakum dihidupkan, sensor tekanan (multimeter) diamati untuk melihat perubahan tegangannya. Nilai tegangan selanjutnya dikonversi pada satuan tekanan. Proses pompa udara pada reaktor dilakukan hingga mencapai tegangan 4V ~ 0,3Torr. Tegangan termoelektrik dan kabel generator dihubungkan pada rangkain reaktor. Regulator gas diputar untuk mengalirkan gas, *flowmeter* diatur hingga mencapai nilai aliran yang dibutuhkan. Selanjutnya, generator plasma dihidupkan (*power* dan LF ON ditekan), dan nilai tegangan yang dibutuhkan diatur menggunakan pengatur tegangan.



Gambar 3.3 Skema tahapan proses plasma nitrogen



Gambar 3.4 Rangkain alat plasma nitrogen

Keterangan gambar :

1. Tempat Substrat
2. Klep Pelepas Udara
3. Pengatur Laju Alir Gas
4. Tabung Gas Nitrogen
5. Klep Pemvakuman
6. Pompa Vakum

3.5.4 Proses deposisi ZnPc menggunakan evaporasi vakum

Larutan ZnPc yang telah dipreparasi, dideposisikan pada substrat PS/QCM yang telah dipapar dengan plasma nitrogen menggunakan instrumen evaporator vakum. Nilai parameter yang digunakan dalam proses evaporasi adalah tegangan 0,8V, arus 28A, waktu vakum 1 jam, jarak substrat 3cm, waktu deposisi 5 menit, massa ZnPc 0,005 gram dan temperatur oven 150°C. Evaporasi ZnPc diawali dengan dibersihkannya kaca penutup evaporator menggunakan alkohol atau etanol untuk kemudian dikeringkan. ZnPc diletakkan pada wadah keramik dan ditempatkan ke dalam krusibel, selanjutnya QCM di pasang pada penyangga dan penutup kaca dipasang. Udara di dalam

evaporator dipompa hingga alat berada pada kondisi vakum. Kondisi tersebut ditandai dengan kondisi kaca penutup yang melekat erat pada evaporator. Proses vakum dilakukan selama 1 jam. Setelah sistem berada pada kondisi vakum, pembangkit arus dinyalakan dan arus dinaikkan secara berkala. Pertama, arus dinaikkan sebesar 5A setiap 5 menit hingga arus mencapai 20A. Kemudian, arus dinaikkan sebesar 2A setiap 3 menit hingga mencapai tegangan 28 hingga 29A, bergantung pada nilai tegangan yang muncul hingga 0,8 V. Setelah penutup kaca menampakkan uap ZnPc akibat pemanasan krusibel nampak merata, penutup kaca dibuka dan perhitungan waktu deposisi dihitung hingga mencapai 5 menit. Setelah waktu deposisi berakhir, kaca penutup dipasang kembali. Pompa vakum dan pembangkit arus dimatikan. QCM yang telah terdeposisi selanjutnya dioven selama 60 menit pada suhu 150°C.

3.5.5 Karakterisasi Sample

Pada setiap tahapan sebelum dan sesudah dilakukan modifikasi, perlu dilakukan karakterisasi sebagai bahan data analisa penelitian yang dilakukan. Analisa yang dilakukan adalah pengukuran frekuensi menggunakan *frequency counter*, pengukuran impedansi menggunakan *impedance analyzer*, pengukuran sudut kontak menggunakan *contact angle measurement*, pengamatan morfologi menggunakan mikroskop optik, dan mengukur kekasaran (Ra) menggunakan instrumen *topography measurement system* TMS TopMap μ lab 1200. Pengukuran sudut kontak dilakukan dengan meneteskan aquades sebanyak 15mL ke atas permukaan lapisan. Pengukuran kekasaran menggunakan parameter Ra, dengan pengambilan data pada 5 titik yang tersebar pada QCM.

3.5.6 Proses Immobilisasi Bovine Serum Albumin

Pengukuran immobilisasi BSA dilakukan menggunakan *buffer* dan pelarut PBS, dimana konsentrasi BSA yang digunakan adalah sebesar 1000ppm. Instrumen yang digunakan adalah *frequency counter*, komputer, mikropipet, konstruksi sel, dan sepasang sepasang *seal*. Pertama-tama, QCM dipasang pada konstruksi sel, *seal* berbahan karet dipasang pada masing-masing sisi QCM agar mengurangi tegangan

mekanik dari konstruksi sel yang digunakan. QCM selanjutnya dihubungkan pada *frequency counter* yang telah disambungkan dengan aplikasi pengukur pada komputer. Pengukuran awal dilakukan dengan mencari frekuensi awal QCM hingga stabil, setelah frekuensi stabil, PBS diteteskan ke atas permukaan QCM dengan volume sebesar 70 μL , setelah PBS stabil, selanjutnya BSA di teteskan ke atas PBS dengan volume 30 μL hingga stabil. Proses peneteskan dilakukan menggunakan mikropipet.