

BAB III METODOLOGI

3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai dengan bulan Mei 2017, bertempat di Laboratorium Material, Laboratorium Material Maju dan Plasma, dan Laboratorium Teknologi Sensor Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Brawijaya.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Penelitian ini menggunakan beberapa bahan yaitu *Quartz Crystal Microbalanced* (QCM), *Polystirena* (Ps), *Copper Phthalocyanine* (CuPc), Kloroform, Silica Gel, akuades, dan alkohol. Sedangkan alat yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah frekuensi counter, seperangkat chamber terintegrasi dengan sensor SHT11, spin coater, ultrasonic cleaner, oven, cawan petri, pinset, tisu, pipet, micropipet, yellow tip, botol, gelas ukur, timbangan digital, Mikroskop Optik, *Tophography Measurement System* (TMS) Polytech 1200, Seperangkat pengukur sudut kontak, *Impedance Analyzer Bode 100*, dan seperangkat Vakum Evaporator.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Persiapan Alat dan Bahan

Alat-alat yang perlu dipersiapkan dalam penelitian ini antara lain. Ultrasonic cleaner yang digunakan untuk membersihkan lapisan QCM yang terkontaminasi, serta digunakan pula untuk melarutkan butiran Polystirena dalam Kloroform, dalam penggunaannya bak Ultrasound Cleaner diisi dengan air secukupnya, dimana air tersebut merupakan medium penggetar pada Ultrasound Cleaner. Berikutnya adalah Spin Coater yang berfungsi untuk mendeposisikan Polistiren (Ps) pada QCM, sebelum pemakaian bagian dalam spin coater harus dibersihkan menggunakan alkohol terlebih dahulu, supaya QCM tidak terkontaminasi zat lain ketika dilapisi Polistiren. Selanjutnya adalah Vakum Evaporator yang berfungsi sebagai alat untuk

mendeposisikan *Copper Phthalocyanine* pada permukaan QCM, sebelum penggunaannya tungsten dan krosile harus diganti terlebih dahulu dan diatur jarak antara krusibel dengan holder sejauh 3cm, selain itu evaporator serta penutup evaporator dibersihkan dengan menggunakan tisu dan alkohol. Kemudian persiapan alat uji/pengukuran pada penelitian ini yaitu Frekuensi Counter serta seperangkat Chamber Uji Kelembaban. Pada frekuensi counter, sebelum digunakan harus diintegrasikan dengan laptop yang telah terinstal software “CaptureFromHID(putih)”. Selanjutnya dalam penggunaan Chamber Uji Kelembaban, perangkat chamber dirangkai dengan frekuensi counter serta sensor SHT11 untuk mendeteksi nilai %RH.

Persiapan bahan yang dilakukan adalah pengecekan rigid atau tidaknya QCM menggunakan Impedance Analyzer, jika QCM tidak rigid maka QCM perlu dicuci terlebih dahulu menggunakan larutan khloroform dengan alat ultrasound cleaner. Kemudian dipersiapkan pula larutan Ps dengan cara, melarutkan butiran Ps ke dalam pelarut khloroform, dengan ketentuan:

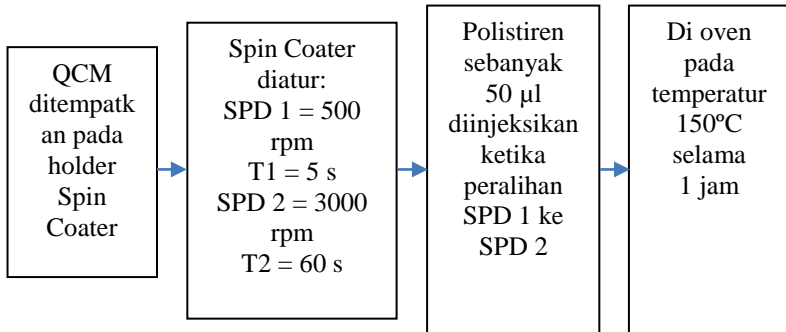
$$\text{konsentrasi} = \frac{\text{massa terlarut (gram)}}{\text{volume pelarut (ml)}}$$

Sehingga dapat dikatakan untuk pembuatan 3% larutan Ps, maka dibutuhkan 0,03 gram Ps yang dilarutkan dalam 1 ml khloroform. Selanjutnya untuk persiapan CuPc ditimbang dengan timbangan digital sebesar 0,005 gram. Selain itu dipersiapkan pula Silica Gel dalam pipa, yang digunakan untuk uji fungsionalisasi QCM terhadap respond kelembaban turun.

3.3.2 Pelapisan Polistiren

Pada pelapisan polistirena digunakan vacuum spin coater. Pertama dengan bantuan pinset QCM dipasang pada vacum spin coater, selanjutnya spin coater ditutup kembali, kemudian dimasukkan beberapa perintah dengan menekan tombol “FNC” pada spin coater, dengan ketentuan SPD1= 500, T1= 5, SPD2= 3000, T2= 60. Kemudian spincoater divacumkan beberapa menit, lalu spin coater dijalankan dengan menekan tombol

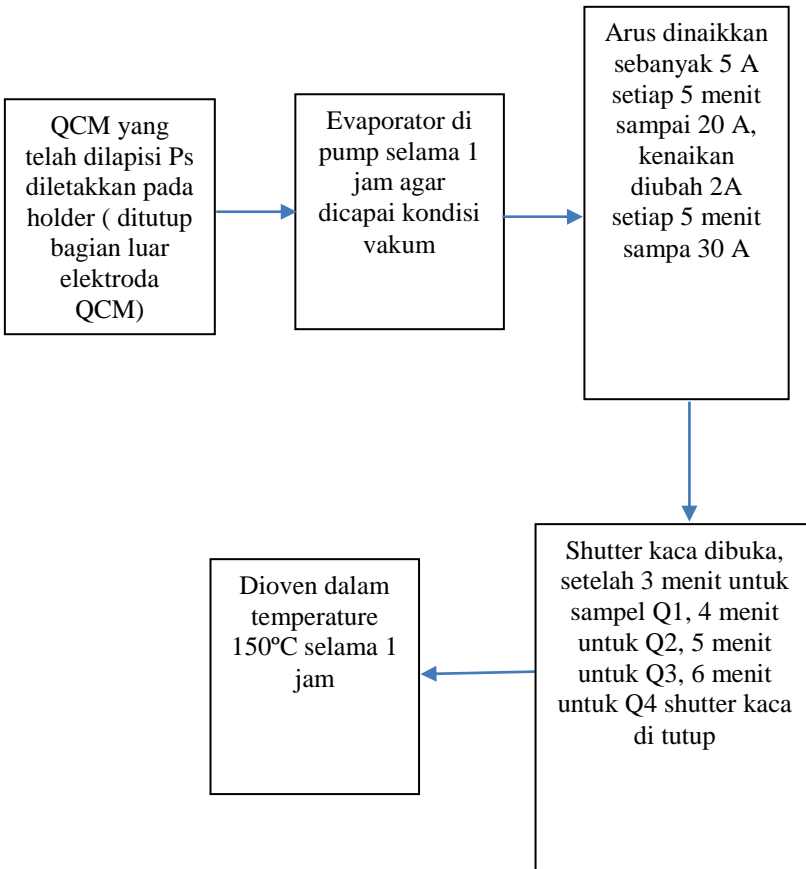
“Run”, setelah kurang lebih 5 sekon, spin coater akan menunjukkan nilai rpm sebesar 3000, tepat pada waktu peralihan kecepatan putar tersebut larutan polystirena 50 μ l yang sebelumnya dimasukkan ke micropipet diinjeksikan ke QCM dalam spin coater. Dan ditunggu sampai spin coater berhenti berputar. Kemudian QCM yang telah terdeposisi polistirena di oven selama 1 jam pada temperatur 150°C.



Gambar 3. 1 Alur proses pelapisan Polistiren

3.3.3 Pelapisan CuPc

Pada pelapisan CuPc, dilakukan dalam vacuum evaporator. Pertama-tama yang dilakukan adalah mengkondisikan QCM pada holder evaporator, selain itu meletakkan bahan CuPc pada krosibel, kemudian evaporator ditutup. Selanjutnya Evaporator divacuumkan selama 1 jam. Kemudian pemutar tegangan diputar perlahan, sampai Arus naik sekitar 5A, selanjutnya ditunggu sampai 5 menit, kemudian diputar lagi sebesar 5A, dilakukan hal yang sama sampai tegangan menunjukkan 20A selanjutnya diputar perlahan dengan kenaikan 2A setiap 5 menit. Selanjutnya setelah mencapai arus 30A pemutaran dihentikan, kemudian ditunggu sampai nampak CuPc menguap yang ditandai dengan buramnya kaca pada evaporator, setelah CuPc menguap maka penghalang kaca di buka, dan dilakukan deposisi dengan variasi lama waktu 3 menit, 4 menit, 5 menit, dan 6 menit. Kemudian hasil evaporasi dioven selama 1 jam pada temperatur 150°C.



Gambar 3. 2 Alur pendeposisian CuPc pada permukaan Ps/QCM

3.3.4 Pengukuran Frekuensi

Digunakan frekuensi counter untuk pengukuran frekuensi resonansi getar QCM, yang dianalisa menggunakan software “CaptureFromHID(putih)”. Sebelum penggunaan, QCM diletakkan pada frekuensi counter, kemudian software diset dengan cara mengkondisikan pada kontrol data sumber “HID” selanjutnya yang digunakan hanya “CH1” pada menu grafik yang ditampilkan, lalu klik start capture, dan tunggu sampai data menunjukkan nilai dengan fluktuatif paling rendah, selanjutnya simpan tabel dan simpan grafik sebagai data hasil dari

pengukuran frekuensi. Pada pengukuran frekuensi dilakukan pada tahapan QCM tanpa pelapisan, Ps/QCM, CuPc/Ps/QCM untuk setiap perlakuan waktu deposisi.

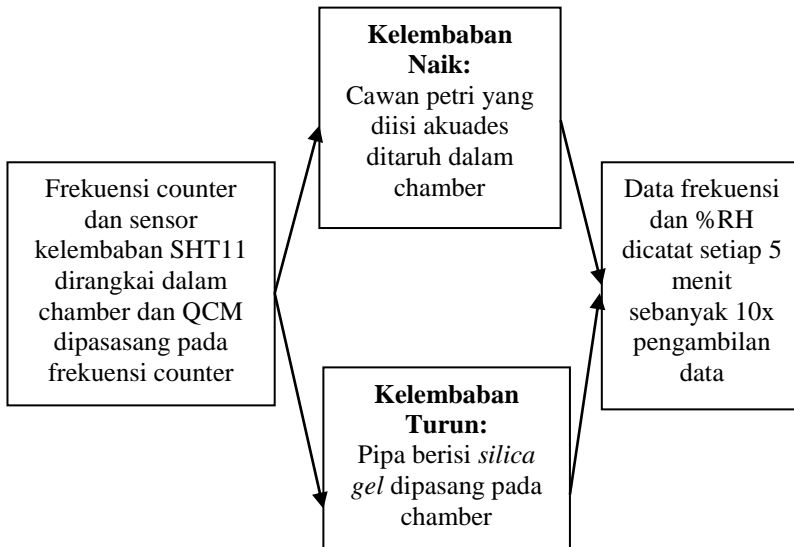
3.3.5 Pengukuran Impedansi

Pada pengukuran impedansi, QCM dijepit pada holder perangkat pengukur impedansi, kemudian analisa impedansi dibantu dengan menggunakan software “BodeAnalyzerSuite” selanjutnya disetting dengan kecepatan pembacaan data yaitu 30Hz. Kemudian ditekan icon “start auto stop” selanjutnya data hasil pengukuran di simpan dengan cara mengklik perintah “Export Trace Data”. Pengukuran impedansi tersebut digunakan untuk mengetahui perubahan impedansi serta frekuensi QCM baru, setelah dilapisi dengan Polystirena, serta setelah dilapisi CuPc.

3.3.6 Uji Respon Kelembaban

Pada pengujian respon QCM terhadap kelembaban dilakukan dalam chamber terisolasi yang telah dirakit sedemikian rupa, agar terintegrasi dengan pembaca frekuensi resonansi QCM serta tingkat kelembaban relatif dalam chamber. Pada pengukuran dalam chamber digunakan dua tahapan, yaitu tahapan pertama menggunakan larutan akuades yang ditaruh dalam cawan petri dan di masukkan kedalam chamber yang telah terpasang QCM yang akan dianalisa, selanjutnya chamber diisolasi, dan dilakukan pengamatan nilai frekuensi dan %RH yang ditampilkan oleh pembaca digital, setiap 5 menit selama 10

kali pengamatan data secara kontinyu. Tahap berikutnya dengan mengeluarkan cawan petri yang berisi akuades dari dalam chamber, dan dipasang pipa yang telah dilubangi dan diisi Silica Gel, dilakukan pengamatan nilai frekuensi serta %RH yang ditampilkan, dengan ketentuan setiap 5 menit selama 10 kali pengamatan data secara kontinyu. Pengambilan data dalam chamber ini dilakukan untuk QCM tanpa pelapisan, Ps/QCM, dan CuPc/Ps/QCM.



Gambar 3. 3 Alur proses pengujian QCM terhadap respon kelembaban

3.3.7 Analisa Mikroskop Optik

Pada analisa menggunakan mikroskop optik, pertama-tama yang dilakukan adalah menempatkan QCM yang akan diamati pada holder, dan selanjutnya pengamatan di mulai dengan mengaktifkan software “Cellsens standart” dan diatur pada kondisi live dan diatur juga perbesaran lensa sebesar 50x yang sesuai dengan lensa objektif yang digunakan pada mikroskop, dan kemudian diatur sampai fokus pada bagian yang ingin diamati, dan di klik icon “SNAP” untuk mengambil gambar dari yang diamati. Pengamatan mikroskop optik dilakukan untuk mengamati morfologi lapisan CuPc yang terdeposisi pada QCM. Pada analisa dengan mikroskop optik diamati bagian tengah elektroda dan bagian batas elektroda.

3.3.8 Analisa Sudut Kontak

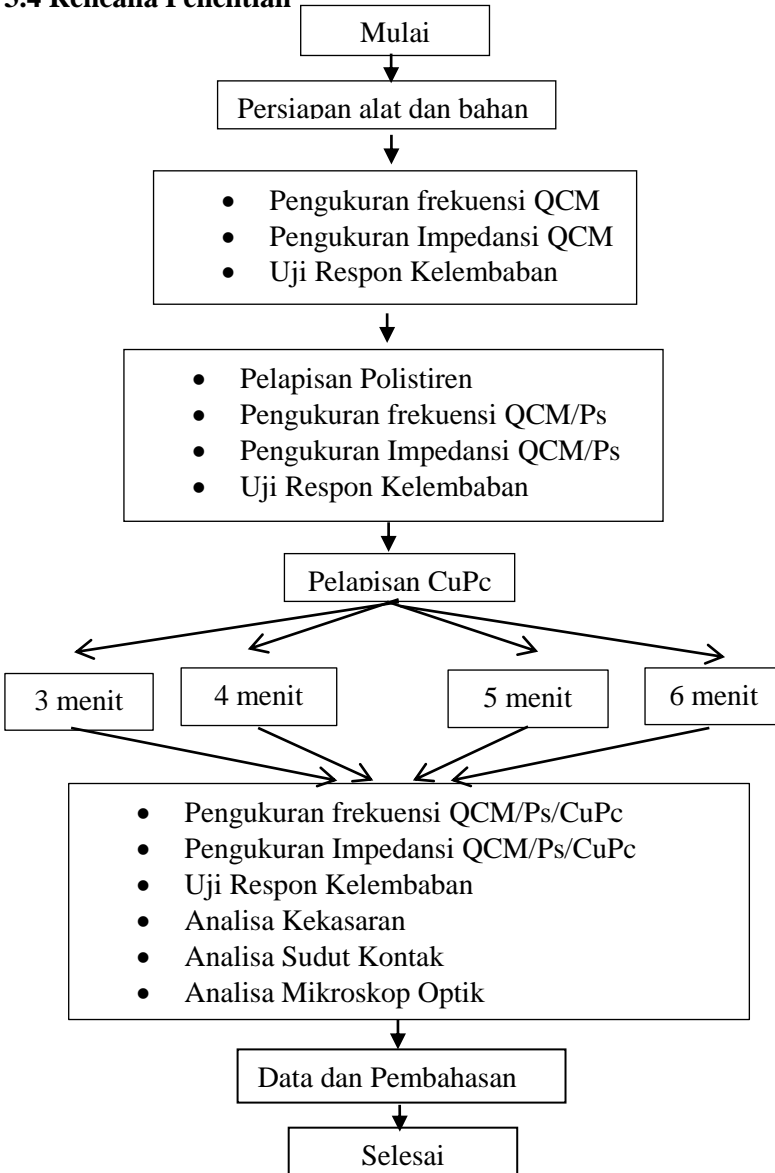
Prosedur pengukuran diawali dengan meletakkan sampel QCM pada perangkat ukur sudut kontak dan menutup latar belakang QCM dengan bahan hitam agar menghasilkan citra tetesan air pada permukaan yang jelas. Kemudian akuades sebanyak 15 μ L ditetaskan diatas permukaan QCM dengan

menggunakan mikropipet . Kemudian motor penggerak dan lampu penerang diatur sedemikian sehingga didapat citra tetesan air yang jelas dan lurus pada monitor sebelum dilakukan pengambilan citra. Setelah didapat hasil citra pada monitor, file citra di export di software “Kontak Angle Measurement”. Pada penentuan sudut kontak menggunakan software tersebut perlu dilakukan pembersihan hasil citra dari gambar-gambar noise yang dapat memengaruhi hasil. Kemudian dipilih create variable lalu dipilih contact angle. Kemudian hasil sudut kontak kanan dan kiri akan ditampilkan. Pengukuran dilakukan sebanyak 3-5 kali untuk setiap sampel. Hasil pengukuran yang baik ditandai dengan selisih sudut kontak kanan dan kiri yang tidak lebih dari 1° dan konsisten pada 3-5 kali pengulangan.

3.3.9 Analisa Kekasaran

Kekasaran dari permukaan QCM diukur dengan menggunakan TMS-1200 Polytech, dengan dibantu software “TMS3.2”. Pada pengukuran kekasaran, QCM dikondisikan agar mendapatkan paparan TMS yang merata, hal tersebut dilakukan dengan memutar pemutar penyangga holder QCM, paparan yang merata ditandai dengan banyaknya warna merah yang ditunjukkan pada monitor. Setelah mendapatkan paparan yang merata, kemudian dilakukan scanning terlebih dahulu, dengan tahap mengklik menu definite zero, dan memulai scan sampai warna merah hilang, selanjutnya di stop dan di scan pada arah yang berlawanan, lalu diakhiri dengan mengklik icon “E” selanjutnya memulai scanning total dengan mengklik icon play pada perintah, dan kemudian di olah data yang diinginkan untuk mencari nilai dari tingkat kekasaran permukaan, diulangi 5 kali pengambilan data untuk setiap sampel.

3.4 Rencana Penelitian



Gambar 3. 4 Diagram alir penelitian