

Studi Pengaruh Laju Pemanasan Terhadap Morfologi pada Penumbuhan Lapisan ZnPc di Atas Quartz Crystal Microbalance (QCM) dengan Metode Evaporasi

Ratih Endah Sutantri, Iin Hidayanti Wulansari, D.J. Djoko H. Santjojo, Masruroh

Jurusan Fisika FMIPA Univ. Brawijaya
Email: ratihsutantri@gmail.com

Abstrak

Quartz Crystal Microbalance merupakan sensor massa berukuran mikro sampai dengan nanogram yang tengah dikembangkan sebagai biosensor. QCM memiliki kelemahan mudah teroksidasi dan permukaannya kurang rata yang dapat mengganggu sistem kerjanya. QCM perlu dilapisi permukaannya untuk melindungi dan mengikat biomolekul yang akan dideteksi. Pada penelitian ini dilakukan pelapisan ZnPc pada permukaan QCM yang sebelumnya telah dilapisi polistiren terlebih dahulu. Penumbuhan lapisan ZnPc dilakukan dengan metode evaporasi. Sumber deposisi berupa ZnPc yang dilarutkan dalam dimetilformamida (DMF) untuk mempermudah proses evaporasi. Salah satu parameter yang mempengaruhi proses evaporasi adalah laju pemanasan pada sumber deposisi yang variasi besarnya mempengaruhi morfologi dan komposisi lapisan yang terbentuk. Morfologi lapisan yang ditunjukkan oleh mikroskop optik dan SEM memperlihatkan pada laju pemanasan kondisi 1 terkonsentrasi di tengah, sementara pada laju pemanasan kondisi 2 dan kondisi 3 menghasilkan lapisan yang lebih merata.

Kata kunci : laju pemanasan, ZnPc, QCM, evaporasi, morfologi

Pendahuluan

Quartz Crystal Microbalance (QCM) merupakan sensor deposisi massa yang sangat sensitif berdasarkan sifat *piezoelectric* dari kristal *Quartz* (kuarsa)[1]. QCM dimanfaatkan sebagai biosensor yang digunakan salah satunya untuk sensor molekul protein [2]. Dalam aplikasinya sebagai sensor, QCM harus dilapisi terlebih dahulu karena mudah teroksidasi dan permukaannya tidak rata [3]. Pelapisan tersebut berfungsi untuk melindungi serta menyerap molekul-molekul yang akan dideteksi sehingga menyebabkan frekuensi resonansi bergeser turun karena adanya perubahan massa [4]. Sauerbrey menunjukkan sebuah gambaran penelitian mengenai hubungan massa dan frekuensi sebagaimana rumus berikut ini.

$$\Delta m = - \frac{\Delta f A \sqrt{\rho_Q \mu_Q}}{2 f_0^2} \dots\dots\dots (1)$$

dimana Δm merupakan massa yang terdeposisi pada QCM, Δf adalah perubahan frekuensi dari QCM, A adalah luas permukaan elektroda, f_0 merupakan frekuensi mula-mula sebelum dideposisi, ρ_Q menunjukkan massa jenis kristal yang bernilai $2,648 \text{ g/cm}^3$, dan μ_Q merupakan modulus *shear* dari kristal sebesar $2,947 \times 10^{11} \text{ g/cm}^2 \text{ s}^2$ [5].

Penelitian yang telah dilakukan mengenai pelapisan polimer pada QCM di Jurusan Fisika Universitas Brawijaya diantaranya dilakukan oleh

Saputri pada tahun 2012 [6]. Pada penelitian ini QCM dilapisi menggunakan polistiren. Polistiren dilapiskan pada QCM bertujuan agar dapat mengikat biomolekul. Salah satu biomolekul yang dideteksi adalah protein. Interaksi yang terjadi antara polistiren dengan protein merupakan adsorpsi fisika sehingga ikatannya lemah [5].

Oleh sebab itu diperlukan bahan yang dapat berikatan dengan protein secara baik. *Zinc Phthalocyanine* (ZnPc) merupakan bahan yang lipofilik sehingga mampu berikatan dengan protein. *Phthalocyanine* merupakan senyawa organik yang mempunyai kestabilan kimia, tidak beracun, bersifat semikonduktor, dan memiliki sifat optik yang menarik, serta banyak digunakan sebagai bahan *photovoltaic*, *photodetector*, transistor organik, bahan *electroluminescence* organik, dan sensor [7].

Pada proses deposisi larutan ZnPc di atas substrat QCM, terlebih dahulu QCM dilapisi dengan polistiren. ZnPc yang dideposisi pada permukaan polistiren menghasilkan lapisan yang lebih baik dibandingkan lapisan ZnPc yang langsung dideposisi pada QCM. Pada penelitian ini proses penumbuhan lapisan ZnPc menggunakan metode evaporasi. Evaporasi merupakan salah satu metode yang paling sederhana dalam proses deposisi lapisan tipis [8]. Pada penelitian ini, ZnPc digunakan sebagai sumber deposisi dibuat menjadi larutan karena

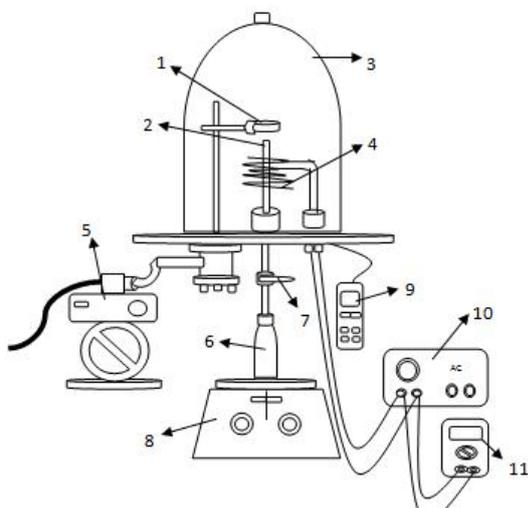
bahan berbentuk cairan lebih mudah untuk terevaporasi.

Pada metode ini larutan ZnPc diubah menjadi uap dengan meletakkan substrat pada ruang vakum sehingga tekanannya lebih kecil daripada sumber deposisi. Larutan diletakkan di atas *hot plate* dan dipanasi agar penguapannya dapat berlangsung lebih mudah. Laju pemanasan yang ditransfer pada larutan divariasi untuk mengetahui pengaruhnya terhadap lapisan tipis yang terbentuk.

Metode

Penelitian dimulai dengan pelapisan QCM dengan larutan polistiren 2% dengan metode spin coating. Volume larutan polistiren yang digunakan untuk pelapisan permukaan QCM adalah sebesar 20 μ L untuk masing-masing sisi. QCM yang telah dilapisi dengan larutan polistiren, kemudian dioven. Proses pengoven dilakukan sampai suhu oven menunjukkan 200°C.

Pembuatan larutan ZnPc dengan mencampur 0,1 gram dan DMF sebanyak 20ml dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama kurang lebih setengah jam. Lalu larutan tersebut disaring menggunakan kertas. Larutan ZnPc kemudian dideposisi menjadi lapisan pada QCM yang telah dilapisi dengan polistiren menggunakan metode evaporasi.



Keterangan gambar :

- | | |
|----------------------|------------------|
| 1. Penjepit substrat | 7. Kran |
| 2. Nozzle | 8. Hot plate |
| 3. Kaca Penutup | 9. Termokopel |
| 4. Kumbaran kawat | 10. Power supply |
| 5. Pompa | 11. Multimeter |
| 6. Botollarutan | |

Gambar 1 Sistem Evaporasi Vakum

Substrat berupa QCM diletakkan di dalam sebuah ruang vakum. Ruang divakumkan dengan menghisap udara dalam ruangan menggunakan pompa sehingga tekanannya menjadi lebih kecil daripada tekanan udara di sekitarnya. Sementara larutan dimasukkan wadah berupa botol dengan penutup yang diameternya telah disesuaikan dengan selang. Selang tersebut berfungsi untuk menghubungkan ruang vakum dengan botol. Adanya perbedaan tekanan antara ruang vakum dengan tekanan di dalam botol mengakibatkan larutan menguap. Perbedaan tekanan antara ruang vakum dengan botol semakin diperbesar dengan menyalurkan panas pada sumber deposisi sehingga mempermudah proses evaporasi. Laju pemanasan pada larutan divariasi untuk mengetahui pengaruhnya terhadap lapisan tipis yang terbentuk.

Larutan menguap dan terkondensasi pada substrat. Sebelum mencapai substrat, terlebih dahulu larutan melewati *nozzle*. *Nozzle* diberi kumparan kawat yang juga dipanasi dengan cara dialiri arus listrik. *Nozzle* berfungsi untuk mempercepat laju penguapan larutan agar uap yang dihasilkan dapat diarahkan pada substrat. QCM dipasang dengan menjepitnya tepat di atas *nozzle* supaya lapisan ZnPc yang terbentuk mengenai elektroda.

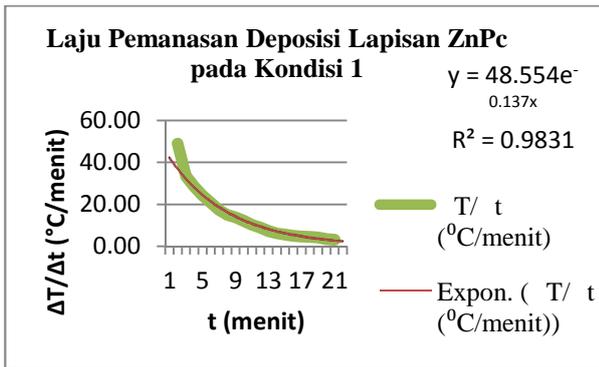
Parameter-parameter yang berpengaruh pada penumbuhan lapisan ZnPc ini diantaranya tekanan, pemanasan pada substrat, waktu yang dibutuhkan larutan ZnPc untuk terdeposisi seluruhnya, jarak substrat dengan nozzle, dan pemanasan pada *nozzle* yang berkaitan dengan arus listrik yang dialirkan. Tekanan yang diberikan pada penelitian ini adalah semaksimal mungkin dengan membuka pompa secara penuh atau kurang lebih sebesar 10⁻³ torr. Jarak substrat dengan *nozzle* diatur sejauh 1cm. Sedangkan arus listriknya sebesar kurang lebih 1,3A dengan besar tegangan 3volt. Arus listrik dialirkan dari power supply pada *nozzle* dengan tujuan memberikan panas. Arus yang digunakan adalah arus AC.

Setelah QCM dideposisi dengan ZnPc, kemudian dikarakterisasi sebagai pendugaan awal morfologi permukaannya menggunakan mikroskop optik. Selanjutnya morfologi lapisan ZnPc yang di atas QCM dikarakterisasi menggunakan SEM.

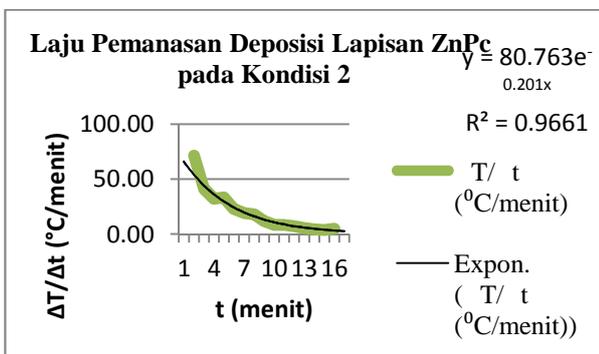
Hasil dan Pembahasan

Penumbuhan lapisan ZnPc di atas QCM dengan metode evaporasi pada penelitian ini memerlukan adanya penyaluran panas sumber deposisi karena substrat dalam ruangan yang tingkat kevakumannya kecil. Laju pemanasan

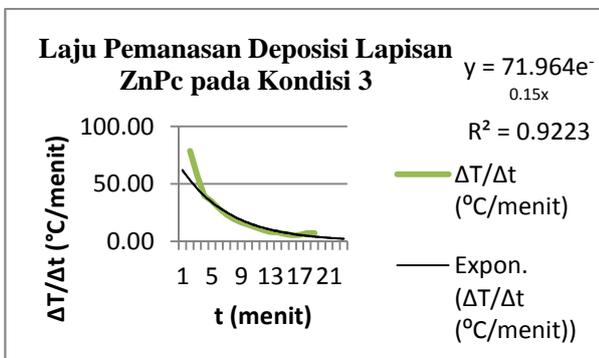
yang digunakan pada penelitian ini divariasi menjadi tiga jenis kondisi sebagaimana gambar berikut ini.



Gambar 2 Laju Pemanasan Deposisi Lapisan ZnPc pada kondisi 1

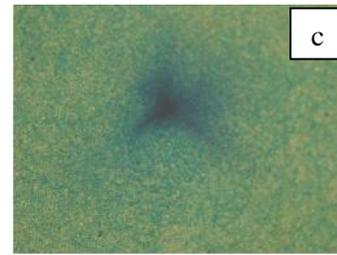
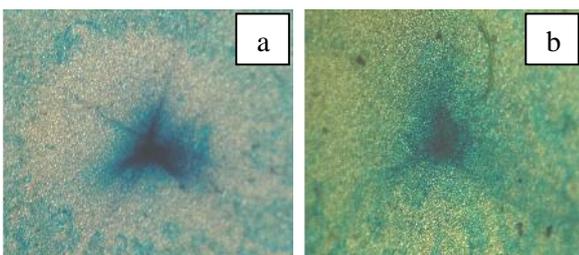


Gambar 3 Laju Pemanasan Deposisi Lapisan ZnPc pada kondisi 2



Gambar 4 Laju Pemanasan Deposisi Lapisan ZnPc pada kondisi 3

Pengaruh variasi laju pemanasan terhadap morfologi lapisan ZnPc yang dideposisi di atas permukaan QCM dilihat menggunakan mikroskop optik ditunjukkan oleh gambar 5.

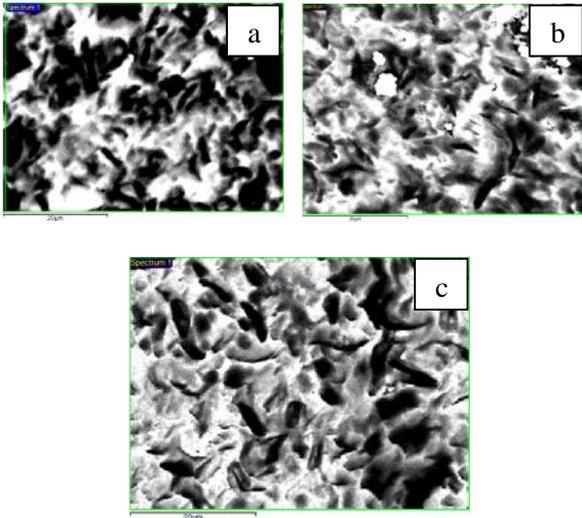


Gambar 5 Morfologi permukaan ZnPc hasil karakterisasi dengan mikroskop optik dengan laju pemanasan (a) kondisi 1, (b) kondisi 2, dan (c) kondisi 3

Gambar 5 menunjukkan permukaan masing-masing QCM yang dilihat menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 100x. Berdasarkan gambar 5(a) terlihat bahwa pada permukaan QCM 1 berwarna biru paling gelap di bagian tengah elektroda dibandingkan dua QCM lainnya. Lapisan hasil deposisi terkonsentrasi di tengah, tepat di atas *nozzle* sehingga terlihat warnanya biru pekat. Terlihat pada gambar bahwa ada celah kosong berwarna cokelat di sekeliling lapisan berwarna biru. Hal ini dimungkinkan pada deposisi menggunakan laju pemanasan kondisi 1, laju deposisi yang dihasilkan pelan sehingga membuat arah deposisi memusat pada satu titik.

Gambar 5(b) merupakan deposisi pada QCM 2 dengan laju pemanasan kondisi 2. Lapisan hasil deposisi pada QCM 2 terlihat lebih terang di tengah elektroda daripada QCM 1. Warna biru yang berada di tengah elektroda tidak sepekat pada QCM 1. Hal ini disebabkan tidak semua lapisan yang terdeposisi terkonsentrasi di tengah-tengah elektroda. Lapisan yang ditumbuhkan lebih menyebar jika dibandingkan dengan lapisan pada QCM 1 karena laju pemanasannya yang lebih besar menyebabkan laju deposisinya berlangsung lebih cepat.

Pada deposisi QCM 3 dengan laju pemanasan kondisi 3 paling besar dibandingkan dua QCM sebelumnya. Laju pemanasan yang besar membuat laju deposisinya cepat. Gambar 5(c) memperlihatkan warna biru pada pusat elektroda lebih terang daripada dua gambar sebelumnya. Hal ini menunjukkan bahwa hasil deposisi pada QCM 3 tidak terpusat dan terkonsentrasi di tengah elektroda. Lapisan menyebar hampir ke seluruh permukaan QCM, seperti yang terlihat pada gambar bahwa pada QCM 3 terdapat warna biru yang merata.



Gambar 6 Karakterisasi morfologi menggunakan SEM pada deposisi QCM dengan (a) laju pemanasan kondisi 1, (b) laju pemanasan kondisi 2, dan (c) laju pemanasan kondisi 3

Hasil uji SEM untuk QCM yang dideposisi pada laju pemanasan kondisi 1, seperti yang diperlihatkan gambar 6(a) terdapat warna gelap membentuk blok yang diduga sebagai lapisan ZnPc. Jarak antar blok berwarna gelap tersebut renggang, artinya lapisan yang ditumbuhkan pada permukaan ini kurang merata. Warna gelap yang ditunjukkan oleh permukaan QCM dengan laju kondisi 1 lebih pekat dibandingkan dua lainnya.

Daftar Pustaka

- [1] Heng, K. J. 2005. Quark Crystal Microbalance: An Experimental Investigation On Liquid Properties. *Mechanical Engineering*. Singapore, National University of Singapore. Bachelor of Engineering: 58
- [2] Marx, K. A. 2003. Quartz Crystal Microbalance: A Useful Tool for Studying Thin Polymer Films and Complex Biomolecular Systems at the Solution-Surface Interface. *American Chemical Society* 4: 1099-1114
- [3] S. P. Sakti, R. R., R. Lucklum, P. Hauptmann, F. Buhing, S. Ansorge. 1998. Thick Polystyrene-Coated Quartz Crystal Microbalance as a Basis of Cost Effective Immunosensor. *Sensor and Actuators*. 76
- [4] Padmadinata, F. Z. 1995. Sensor Gas Aroma dengan Menggunakan Efek Resonansi Kristal Kuarsa. *Puslitbang KIM-LIPI*: 53-63
- [5] S. P. Sakti, D. J. D. H. Santjojo, S. N. Saputri, Aulanni'am. 2012. Improvement of Biomolecule Immobilization on Polystyrene Surface by Increasing Surface Roughness. *Omic's Publishing Group*. 3(3)
- [6] Saputri, S. N. 2012. Pelapisan polistiren untuk Quartz Crystal Microbalance (QCM) Immonosensor. Studi Kasus Immobilisasi BSA. *Program Pascasarjana Fisika*. Malang, Universitas Brawijaya
- [7] J. Sindu Louis, D. L., M. Friedrich, D. R. T. Zahn. 2007. Study of Dependence of Molecular Orientation Properties of Zinc Phthalocyanine Grown Under Two Different Pressure Conditions. *Journal of Applied Physics*.
- [8] Harsha, K. S. S. 2006. *Principles of Vapor Deposition of Thin Films*. Elsevier. London

Sementara pada gambar 6(b) dan (c) yang menunjukkan lapisan ZnPc yang terdeposisi pada laju pemanasan kondisi 2 dan kondisi 3 menunjukkan warna yang lebih terang daripada laju pemanasan kondisi 1. Namun lapisan yang ditumbuhkan lebih menyebar ke seluruh permukaan. Hasil SEM ini sesuai dengan hasil yang diperlihatkan oleh mikroskop optik pada analisis sebelumnya.

Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa teknik pelapisan ZnPc memerlukan penyaluran panas pada sumber deposisi untuk menaikkan perbedaan tekanan antara sumber deposisi dengan substrat sehingga larutan ZnPc dapat ter evaporasi.

Hasil mikroskop optik dan SEM/ EDX menunjukkan laju pemanasan memberikan pengaruh terhadap tingkat kerataan lapisan yang terdeposisi di atas permukaan QCM. Semakin tinggi laju pemanasan yang disalurkan, lapisan lebih merata. Sementara untuk laju pemanasan yang kecil, lapisan yang terbentuk cenderung terkonsentrasi di satu titik.