

Penentuan Ketebalan Lapisan Polistiren dan Zinc Phthalocyanine (ZnPc) dengan Modifikasi Persamaan Sauerbrey dan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Lalu A. Didik^{1,3)*}, Eka Rahmawati^{1,3)}, Fadli Robiandi^{1,3)}, Susi Rahayu^{1,3)}, Abdurrouf²⁾, D.J. Djoko H. Santjojo^{2,3)}, Setyawan P. Sakti^{2,3)}, Masruroh^{2,3)}

¹⁾ Program Studi Magister Ilmu Fisika, Jurusan Fisika, Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

²⁾ Jurusan Fisika Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

³⁾ Kelompok Penelitian ASMAT

Diterima 21 Juli 2014, direvisi 22 September 2014

ABSTRAK

Telah dilakukan pengukuran ketebalan lapisan tipis polistiren (PS) di atas permukaan QCM dan lapisan tipis ZnPc di atas permukaan QCM/PS menggunakan persamaan Sauerbrey dan Scanning Electron Microscope (SEM). Hasil penghitungan menggunakan modifikasi persamaan sauerbrey menunjukkan ketebalan lapisan tipis PS di atas permukaan QCM sebesar 0,45 μm dan ketebalan lapisan tipis ZnPc di atas permukaan QCM/PS sebesar 0,0676 μm . Selain itu hasil pengukuran ketebalan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) menunjukkan ketebalan lapisan tipis PS di atas permukaan QCM sebesar 5,33 μm dan ketebalan lapisan tipis ZnPc di atas permukaan QCM/PS sebesar 10,4 μm . Perbedaan ketebalan antara hasil penghitungan dengan hasil SEM disebabkan karena porositas lapisan. Topografi lapisan tipis yang dihasilkan oleh scanning berkas elektron sekunder pada SEM memungkinkan untuk mendapatkan perbesaran gambar yang cukup sehingga dapat dilakukan pengukuran secara langsung. Sedangkan penghitungan ketebalan melalui modifikasi persamaan Sauerbrey berdasarkan perubahan frekuensi resonansi pada QCM.

Kata kunci : Polistiren, ZnPc, QCM, Lapisan Tipis, Persamaan Sauerbrey, SEM, Porositas

ABSTRACT

The thickness measurement of PS thin films on QCM surface and ZnPc layer on QCM/PS using Sauerbrey equation and Scanning Electron Microscope (SEM) has been investigated. Calculation result using a modified Sauerbrey equation show the thickness of PS layer and ZnPc one are 0,45 μm and 0,0676 μm respectively. Additionally the thickness measurement by using SEM shows the thickness of PS layer is 5,33 μm and the thickness of ZnPc layer is 10,44 μm . The differences thickness between Sauerbrey equation and SEM topograph is due to layers porosity. The topography of thin films produced by the secondary electron beam scanning allows to get a magnification of SEM image so that it can be measured directly. While the thickness calculation using the Sauerbrey equation is based on the change in the resonance frequency of QCM.

Keywords : Polystyrene, ZnPc, QCM, Thin Films, Sauerbrey equation, SEM, Porosity

PENDAHULUAN

Studi tentang sifat fisika lapisan tipis sangat penting dalam aplikasi teknologi. Setelah penumbuhan lapisan dilakukan pengukuran

*Corresponding author:

E-mail: dhidhie3@gmail.com

ketebalan. Ketebalan merupakan salah satu parameter untuk menjelaskan sifat fisis suatu lapisan tipis [1]. SEM merupakan salah satu alat yang populer untuk mengukur ketebalan dan ukuran butir suatu lapisan tipis [1-3].

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan

permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi [4]. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda.

Kelebihan dari pengukuran ketebalan menggunakan SEM adalah dapat mengukur ketebalan lapisan tipis secara *real time* melalui perbesaran gambar hasil scanning berkas elektron sehingga ketebalan lapisan sesuai dengan ukuran sebenarnya. Tetapi, teknik ini tidak dapat dilakukan secara umum untuk lapisan tipis yang dilapisi pada area yang luas [1]. Selain itu, biaya operasional SEM juga mahal. Oleh karena itu, diperlukan adanya suatu metode pengukuran ketebalan lapisan tipis yang lebih murah dan mudah dilakukan.

Metode yang lebih sederhana untuk mengukur ketebalan adalah dengan menggunakan efek piezoelektrik pada kristal kuarsa [5]. Mekanisme transduksi menggunakan efek piezoelektrik pada kristal kuarsa pertama kali diteliti oleh Curie bersaudara pada tahun 1880 dengan cara pemberian tekanan pada kuarsa [5-7]. Perubahan getaran inersia kristal ditunjukkan oleh Lord Rayleigh melalui frekuensi resonansi kristal f . Pengembangan dari kristal kuarsa yaitu *Quartz Crystal Microbalance* (QCM).

Keuntungan menggunakan QCM yaitu sangat sensitif terhadap penambahan massa yang terdeposisi di atas permukaannya. Transduksi menggunakan mekanisme piezoelektrik sangat kompleks termasuk untuk media yang tembus cahaya. Teknik QCM juga dapat mendeteksi perubahan lingkungan pada permukaannya baik dalam bentuk padatan maupun larutan. Selain itu, teknik ini juga harganya murah dan relatif mudah digunakan [5].

Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan ketebalan lapisan tipis PS di atas permukaan QCM dan ketebalan lapisan tipis ZnPc di atas permukaan QCM/PS berdasarkan perubahan frekuensi resonansi QCM yang dihitung berdasarkan persamaan Sauerbrey dan hasil pengukuran ketebalan

menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

METODE PENELITIAN

Penyiapan lapisan PS di atas permukaan QCM. PS dilarutkan dengan konsentrasi 3% menggunakan pelarut toluena. Larutan PS kemudian dideposisi menggunakan metode *spin coating* (kecepatan putar 3000 rpm selama 60 s) di atas permukaan QCM (frekuensi ambang 10 MHz) yang frekuensi awalnya sudah diukur menggunakan frekuensi counter (f_0). Frekuensi QCM setelah dilapisi polistiren diukur kembali (f_1) untuk mengetahui perubahan frekuensi (Δf) QCM setelah dilapisi PS.

Penyiapan lapisan ZnPc di atas permukaan QCM/PS. Frekuensi awal lapisan QCM/PS diukur terlebih dahulu menggunakan frekuensi counter (f_1). ZnPc (kemurnian 99% dari sigma aldrich) dideposisi di atas permukaan QCM/PS dengan menggunakan metode evaporasi padatan (lama deposisi 60 s dengan tegangan 1 volt) dan kemudian diukur frekuensinya sebagai f_2 untuk mengetahui perubahan frekuensi (Δf) QCM/PS setelah dilapisi ZnPc.

Menentukan Ketebalan Lapisan Menggunakan Modifikasi Persamaan Sauerbrey. Penghitungan ketebalan Lapisan Polistiren menggunakan persamaan Sauerbrey [5-9],

$$\Delta f = -2 \frac{f_0^2}{\sqrt{\rho_q \mu_q}} \frac{\Delta m}{A} \quad (1)$$

Dengan Δm merupakan perubahan massa pada permukaan sensor, f_0 merupakan frekuensi alamiah kuarsa, A merupakan luas permukaan elektroda, ρ_q merupakan *densitas* ($2,648 \text{ g/cm}^3$) dan μ_q merupakan *modulus shear* ($2,947 \times 10^{11} \text{ g/cm}^2\text{s}^2$) sensor QCM.

Dengan substitusi $\Delta m = \rho_{PS} A \Delta h$

$$\Delta h = - \frac{\Delta f \sqrt{\rho_q \mu_q}}{f_0^2 2 \rho_{PS}} \quad (2)$$

Dimana ρ_{PS} merupakan rapat massa polistiren ($1,05 \text{ g/cm}^3$) dan Δh merupakan ketebalan lapisan polistiren di atas permukaan QCM. Dengan substitusi semua nilai parameter yang diketahui diperoleh persamaan ketebalan PS yang terdeposisi di permukaan QCM,

$$\Delta h = - \left[\frac{\Delta f}{f_o^2} \right] 4206,5 \text{ m} \quad (3)$$

Untuk penghitungan ketebalan ZnPc yang terdeposisi memiliki persamaan yang sama dengan persamaan ketebalan polistiren, namun dengan substitusi rapat massa ZnPc ($\rho_{ZnPc} = 1,5 \text{ g/cm}^3$) diperoleh persamaan ketebalan lapisan ZnPc yang terdeposisi di atas permukaan QCM

$$\Delta h = - \left[\frac{\Delta f}{f_o^2} \right] 2944,61 \text{ m} \quad (4)$$

Penghitungan ketebalan di atas menggunakan asumsi bahwa PS dan ZnPc yang terlapisi pada permukaan QCM dalam fase padat (*rigid body*) dan memiliki porositas yang kecil.

Karakterisasi Scanning Electron Microscope (SEM). Sebelum dilakukan karakterisasi, lapisan PS dan ZnPc terlebih dahulu *dicoating* dengan emas menggunakan metode *sputtering* selama 2 s. Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui bagian penampang (*cross section*) lapisan tipis sehingga ketebalan lapisan tipis dapat ditentukan secara langsung. Perbesaran SEM sebesar 2000x untuk lapisan ZnPc dan 5000x untuk polistiren.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penghitungan Ketebalan Lapisan Menggunakan Modifikasi Persamaan Sauerbrey. Ketebalan lapisan PS di atas permukaan QCM dihitung menggunakan persamaan 3 dan ketebalan lapisan ZnPc di atas permukaan QCM/PS dihitung menggunakan persamaan 4. Hasil penghitungan ditunjukkan pada Tabel 1.

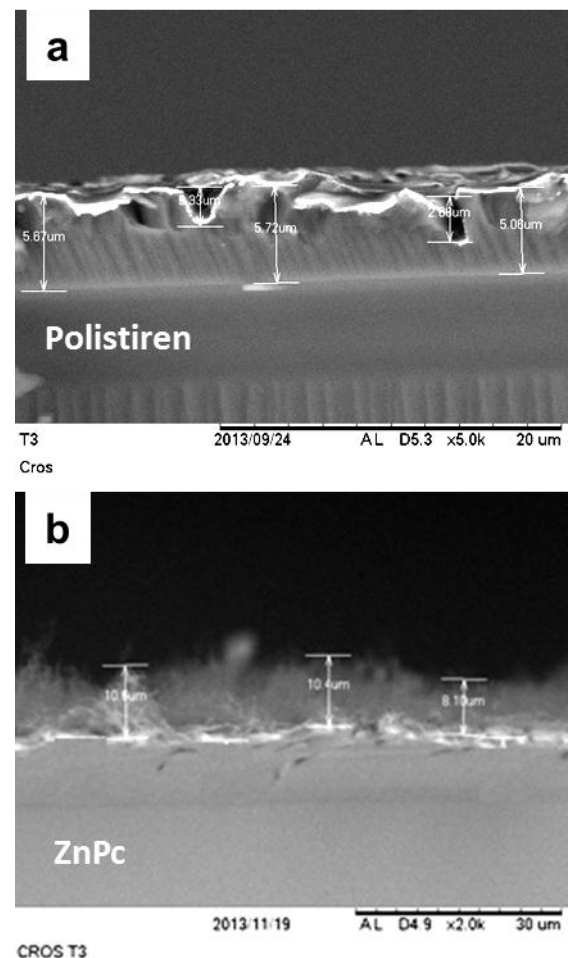
Tabel 1. Hasil pengukuran fekuensi resonansi dan penghitungan ketebalan lapisan PS serta ZnPc

	Frekuensi (Hz)		Perubahan Frekuensi (Hz)	Ketebalan (μm)
	Sebelum dilapisi	Setelah dilapisi		
Polistiren	10008428	9997617	10811	0,45
ZnPc	9997617	9995322	2295	0,067

Ketebalan lapisan yang diperoleh melalui modifikasi persamaan Sauerbrey berdasarkan prinsip perubahan frekuensi resonansi QCM akibat adanya penambahan massa di atas permukaannya. Penambahan massa cenderung akan mereduksi nilai frekuensi sehingga nilai

frekuensi resonansi akan turun.

Persamaan Sauerbrey menjelaskan hubungan antara penambahan massa dengan perubahan frekuensi resonansi QCM. Semakin besar perubahan frekuensi QCM semakin banyak massa yang terdeposisi di atas permukaannya sehingga ketebalan lapisan akan bertambah. Berdasarkan Tabel 1 tampak bahwa ketebalan lapisan PS lebih besar jika dibandingkan dengan ketebalan lapisan ZnPc yang mengindikasikan bahwa jumlah PS yang terdeposisi lebih banyak jika dibandingkan dengan jumlah ZnPc.

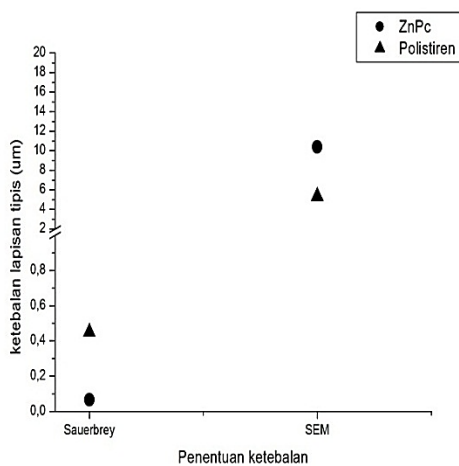


Gambar 1. Ketebalan Lapisan Hasil Karakterisasi SEM (a) ZnPc, (b) Polistiren

Pengukuran Ketebalan Lapisan Menggunakan SEM. Gambar 1 menunjukkan tampak melintang (*cross section*) lapisan PS di atas permukaan QCM dan ketebalan lapisan tipis ZnPc di atas permukaan QCM/PS yang dikarakterisasi menggunakan SEM. Tampak bahwa lapisan PS dan ZnPc yang terdeposisi tidak padat sempurna tapi memiliki porositas.

Ketebalan lapisan PS sekitar 5,33 μm sedangkan ketebalan lapisan ZnPc sekitar 10,4 μm .

Terdapat perbedaan antara ketebalan hasil penghitungan dan pengukuran secara langsung menggunakan SEM (Gambar 2). Hal ini disebabkan karena pengukuran menggunakan SEM menggunakan metode pengukuran secara langsung. Topografi lapisan tipis yang dihasilkan oleh *scanning* berkas elektron sekunder pada SEM memungkinkan untuk mendapatkan perbesaran gambar yang cukup sehingga dapat dilakukan pengukuran secara langsung. Sedangkan penghitungan ketebalan melalui modifikasi persamaan Sauerbrey berdasarkan perubahan frekuensi resonansi pada QCM.

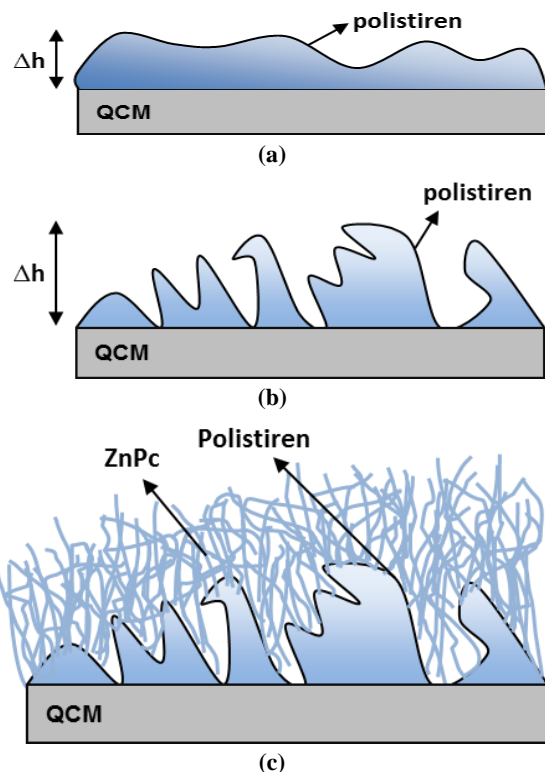


Gambar 2. Grafik Perbandingan Ketebalan Lapisan Hasil Pengukuran SEM dan Persamaan Sauerbrey

Penghitungan ketebalan menggunakan persamaan Sauerbrey dengan asumsi bahwa PS dan ZnPc yang terlapisi pada permukaan QCM dalam fase padat sempurna dan memiliki porositas yang kecil. Porositas yang besar menyebabkan adanya ruang kosong yang tidak terisi oleh partikel PS maupun ZnPc sehingga menyebabkan ketebalan lapisan meningkat. Perbedaan ketebalan yang lebih besar antara hasil penghitungan menggunakan persamaan Sauerbrey dengan hasil karakterisasi SEM terjadi pada ZnPc jika dibandingkan dengan polistiren menunjukkan bahwa lapisan ZnPc memiliki porositas yang lebih besar jika dibandingkan dengan lapisan PS.

Karakteristik lapisan tipis PS yang timbul memiliki porositas. Hal ini karena nilai *modulus*

young PS yang besar yaitu sebesar 3 Gpa, jauh lebih besar jika dibandingkan dengan polimer lainnya seperti poliuretan yang memiliki *modulus young* sekitar 3 MPa [8-9]. *Modulus young* yang besar mengakibatkan morfologi lapisan PS yang terjadi akan memiliki porositas yang tinggi. Pada saat pelapisan menggunakan metode *spin coating*, gaya sentrifugal akan memaksa lapisan untuk lebih menyebar sehingga akan menimbulkan regangan pada saat pelapisan. Dalam hal ini gaya sentrifugal berfungsi sebagai gaya *strain*. Namun, karena *modulus young* PS besar, lapisan yang sudah tertarik supaya lebih menyebar akan cenderung mengalami deformasi plastis. Akibat adanya deformasi plastis ini, morfologi lapisan yang terbentuk akan tampak seperti patahan-patahan dan memiliki rongga-rongga (Gambar 3a dan 3b).



Gambar 3. Ilustrasi Ketebalan Lapisan dengan Permukaan Berbeda (a) Lapisan Polistiren dengan Permukaan Padat (b) Permukaan Berongga (c) ZnPc di atas Permukaan Polistiren

Morfologi lapisan ZnPc yang berongga seperti yang diilustrasikan pada Gambar 3c juga memberikan pengaruh terhadap perbedaan hasil pengukuran. Ukuran serabut memiliki diameter 150 nm dan panjang 1 μm sehingga terdapat

banyak ruang kosong di dalamnya [3].

KESIMPULAN

Ketebalan lapisan PS dapat ditentukan menggunakan SEM dan modifikasi persamaan Sauerbrey. Hasil penghitungan menggunakan modifikasi persamaan sauerbrey menunjukkan ketebalan lapisan tipis PS di atas permukaan QCM sebesar 0,45 μm dan ketebalan lapisan tipis ZnPc di atas permukaan QCM/PS sebesar 0,676 μm . Selain itu hasil pengukuran ketebalan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) menunjukkan ketebalan lapisan tipis PS di atas permukaan QCM sebesar 5,33 μm dan ketebalan lapisan tipis ZnPc di atas permukaan QCM/PS sebesar 10,4 μm . Walaupun terdapat perbedaan hasil penghitungan, namun ketebalan lapisan PS dan ZnPc memiliki pola ketebalan yang sama dimana ketebalan lapisan PS lebih besar dibandingkan lapisan ZnPc. Perbedaan ketebalan hasil penghitungan dan pengukuran secara langsung menggunakan SEM disebabkan karena porositas yang dimiliki baik lapisan PS maupun lapisan ZnPc.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada DIKTI yang telah memberikan dana pada penelitian ini melalui LPPM dan DIPA Universitas Brawijaya (DIPA-023.04.2.414989/2013) dan SK Rektor Nomor 295/SK/2013 serta grup penelitian ASMAT (*Advance System Material and Technology*) yang telah menaungi penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Movla, Hossein. (2014). Simulation Analysis of the Alumunium Thin Film Thickness Measurement by Using Low Energy Electron Beam. *Optik*, 125(1): 71-74
- [2] Mariappan, R. (2014). Influence of Film Thickness on The Properties of Sprayed ZnO Thin Films for Gas Sensor Applications. *Supperlatices and Microstructure* 71(2014): 238-249
- [3] Senthilarasu, S. (2005). Substrate Temperature Effects on Structural Orientation and Optical Properties of Zinc Phthalocyanine (ZnPc) Thin Films. *Material Science and Engineering B*, 122: 100-105.
- [4] Abdullah, M. dan Khairurrijal. (2009). Review: Karakterisasi Nanomaterial *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi* 2(1).
- [5] Markx, Kenneth 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(5).
- [6] Feng, Tan dan Huang Xian He. (2013). Relations between Mass Change and Frequency Shift of QCM Sensor in Contact with Viscoelastic Medium. *Chinese Physical Society* 30(5). 050701
- [7] Llanes, D. S. (2005) Interface Layer to Improve Polystyrene Attachment on a Quartz Crystal Resonator. *Revista EIA* 4: 9-19.
- [8] Sakti, S.P, et al. (2012). Improvement of Biomolecule Immobilization on Polystyrene Surface by Increasing Surface Roughness. *J. Biosensor and Bioelectron* 3(3) 1000119
- [9] Atashbar, Massod Z. (2005). QCM Biosensor with Ultra Thin Polymer Film. *Sensor and Actuators B* 107: 945-951.