

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada bab ini akan diuraikan berturut-turut mengenai bahan yang digunakan, rangkaian alat dan proses deteksi, deskripsi alat yang digunakan serta prosedur penelitian.

3.1. Bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. gas Amonia (NH_3)
2. gas Nitrogen (N_2)

3.2. Rangkaian alat dan Proses deteksi

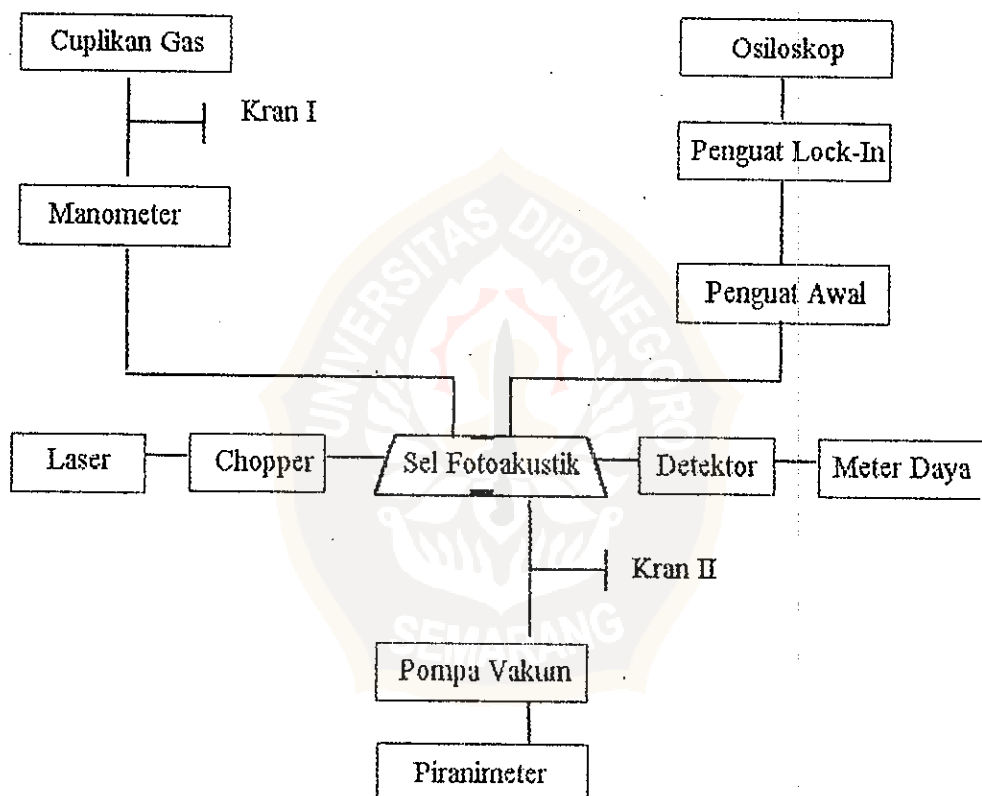
Dalam penelitian ini, rangkaian alat yang digunakan seperti diberikan pada gambar 3-1. Proses deteksi dapat dijelaskan sebagai berikut :

Sumber radiasi (laser CO_2) sebagai pemasok energi, dengan panjang gelombang yang dapat ditala diarahkan agar memasuki tabung sel berisi gas cuplikan. Namun sebelum mencapai sel, intensitas radiasi laser akan mengalami modulasi yang dilakukan oleh piringan bercelah dari chopper yang berputar dengan frekuensi yang dapat diatur.

Radiasi laser yang dilewatkan ke sel akan menimbulkan sinyal fotoakustik. Sinyal ini ditangkap oleh mikrofon dan kemudian dikuatkan dengan penguat awal dan penguat lock-in menjadi sinyal listrik, lalu sinyal itu ditampilkan melalui osiloskop.

3.3. Deskripsi Alat

Instrumen yang digunakan untuk mengamati efek fotoakustik tersusun dari beberapa piranti dengan fungsi yang berbeda-beda. Skema instrumentasi fotoakustik terlihat seperti pada gambar 3-1.



Gambar 3-1. Skema alat spektroskopi fotoakustik

3.3.1. Laser CO₂ Kontinyu

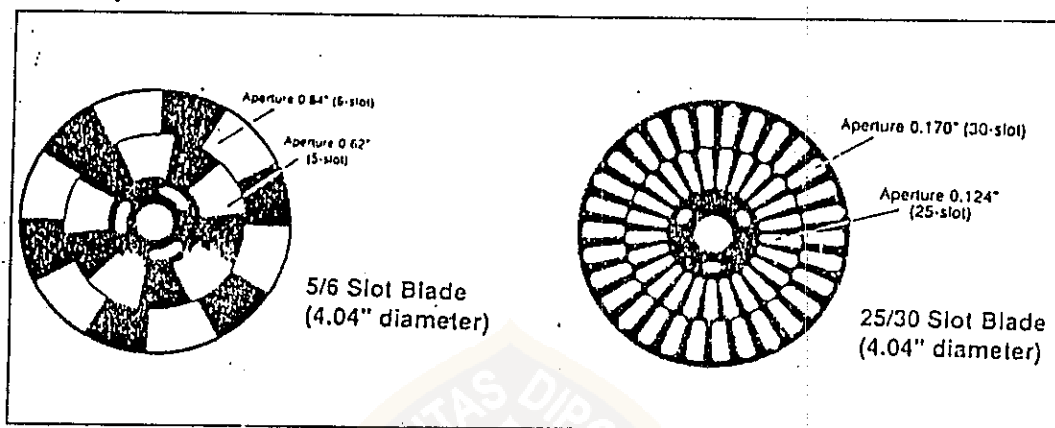
Laser CO₂ kontinyu ini digunakan sebagai sumber radiasi (pemasok energi) untuk menghasilkan gelombang akustik. Sumber laser pembangkitnya adalah jenis low pressure sealed-off cw CO₂ laser (Ultra laser tech, model GN-802-M) buatan MPB Technology Inc, Canada. Pencatu dayanya (Power supply) model LG-20P6-M4E2 dan sebuah stabilizer model 901 yang mempunyai daya antara 0,5 - 4,5 Watt. Tabung lucutan diselubungi dengan sistem pendingin dengan laju aliran saat beroperasi 0,5 - 1 liter per menit pada suhu antara 20 °C - 27 °C.

Pencatu daya akan memberikan arus lucutan yang mulai naik hingga 7 - 8 mA, segera setelah beberapa detik arusnya stabil sekitar 6,4 mA, pada tegangan operasi mulai 23 kV hingga tegangannya stabil sekitar 18 kV. Laser CO₂ ini memancarkan radiasi infra merah pada panjang gelombang antara 9,1 - 11,3 µm, terbagi dalam 4 kelompok yaitu 9P, 10R, 10P dan 11P yang mana panjang gelombang ini dapat ditala dengan kisi pemantul (*grating*).

3.3.2. Modulator (*Chopper*)

Modulator ini berupa sebuah piringan/cakram yang mempunyai kisi-kisi untuk memodulasi intensitas radiasi laser yang dilewatkan dengan cara memotong berkas laser tersebut sehingga cuplikan yang diradiasi akan mengalami perubahan suhu secara periodik. Modulator yang digunakan adalah model SR 540 buatan Stanford Research Systems Inc USA, yang memiliki jangkauan frekuensi sampai dengan 2000 Hz.

Ada 2 macam piringan/cakram yang dapat digunakan yaitu piringan dengan 5/6 celah dan 25/30 celah. Yang digunakan dalam penelitian ini adalah piringan dengan 25/30 celah. Gambar 3-2 melukiskan piringan-piringan model SR 540.



Gambar 3-2. Piringan modulator model SR 540.
 (a) Piringan 5/6 celah
 (b) Piringan 25/30 celah

3.3.3. Spektrofon

Spektrofon terdiri dari *sel fotoakustik* dan *mikrofon*. Sel fotoakustik sebagai tempat terbentuknya sinyal akustik, dan mikrofon digunakan untuk mendeteksi sinyal.

Berdasarkan jenisnya, sel fotoakustik dibedakan menjadi dua bagian, yaitu :

a. Sel fotoakustik non resonan

Sel fotoakustik jenis ini dalam pembuatannya dirancang sedemikian rupa, sehingga tidak terjadi resonansi ketika kolom sel yang berisi molekul-molekul gas

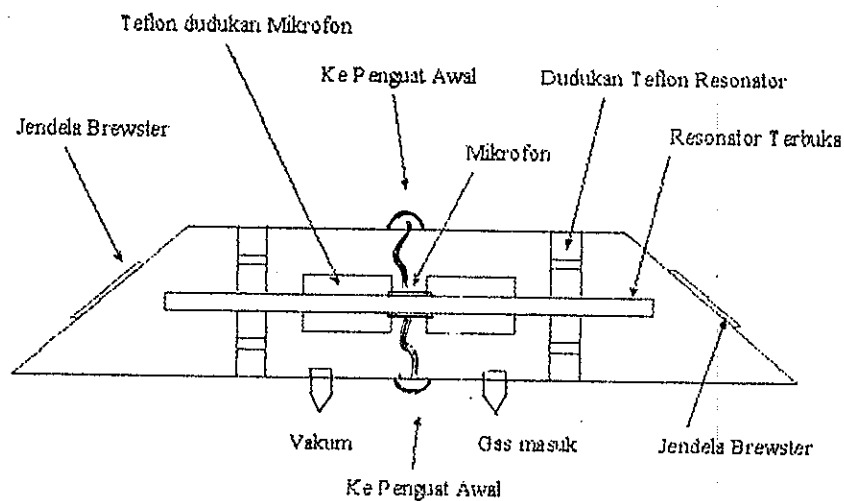
penyerap diradiasi oleh berkas laser. Konstruksi sel jenis ini cukup sederhana dengan volume kolom gas berkisar antara 1 - 10 cm³, sehingga memiliki tekanan yang lebih besar dan beroperasi pada frekuensi rendah. Sel non resonan ini memiliki kelemahan yang mendasar berupa adanya sinyal latar yang disebabkan oleh serapan dinding dan jendela sel.

b. Sel fotoakustik resonan

Sel fotoakustik jenis ini dirancang pembuatannya agar terjadi peristiwa resonansi. Volume sel cukup besar dan dioperasikan pada frekuensi tinggi mencapai orde kilohertz. Keuntungan sel resonan ini adalah sinyal latar dapat berkurang dengan jumlah yang cukup besar.

Pada penelitian ini yang digunakan adalah sel fotoakustik resonan. Sel fotoakustik resonan terdiri dari beberapa bagian penting seperti resonator, mikrofon, tabung bagian luar dan jendela sel.

Sel fotoakustik terdiri dari resonator pipa organa berukuran panjang 300 mm, diameter 9 mm, tebal dinding resonator 0,8 mm dari bahan stainless steel. Gambar 3-3 adalah konstruksi sel fotoakustik resonan.



Gambar 3-3. Konstruksi sel fotoakustik resonan

Dinding bagian dalam digosok hingga menjadi sangat halus untuk mengurangi serapan gas oleh dinding, serta mengurangi serapan energi radiasi oleh dinding sehingga menimbulkan panas (sinyal latar). Resonator (silinder bagian dalam) ini berfungsi sebagai tempat dimana gelombang akustik ditimbulkan akibat serapan radiasi oleh cuplikan gas yang berada di dalamnya. Laser masuk dan keluar sel melalui jendela ZnSe. Agar mencegah kebocoran kehampaan di dalam sel, maka bagian yang memungkinkan terjadi kebocoran seperti pada lubang keluar dan masuk gas, jendela sel fotoakustik dan sambungan selang dilapisi dengan silikon rubber. Sedangkan 2 buah mikrofon dipasang pada dinding sel sebelah dalam secara paralel.

3.3.4. Pompa Vakum

Pompa vakum berfungsi untuk memvakumkan sel fotoakustik sebelum diisi gas. Pompa vakum yang digunakan adalah jenis rotari merk Edward. Pompa vakum ini dilengkapi dengan *piranimeter* untuk mengetahui tekanan vakum di dalam sel.

3.3.5. Manometer

Manometer digunakan untuk mengetahui besarnya tekanan gas cuplikan yang telah diisikan pada sel fotoakustik.

3.3.6. Tabung cuplikan gas

Untuk menempatkan cuplikan gas yang akan diukur digunakan tabung kaca Pyrex. Tabung ini dihubungkan ke sel dengan menggunakan selang plastik diselingi oleh kran yang berfungsi untuk keluaran gas cuplikan.

3.3.7. Penguat Awal dan Penguat Lock-In

Kedua penguat ini berguna untuk menguatkan sinyal bunyi yang terdeteksi oleh mikrofon yang kemudian dikonversi menjadi sinyal listrik. Sinyal yang berasal dari penguat awal adalah sebagai sinyal masukan untuk penguat lock-in.

Penguat lock-in memiliki kepekaan yang tinggi, disamping juga dapat menapis frekuensi-frekuensi asing yang tidak diperlukan dengan cukup teliti. Peralatan yang digunakan dalam eksperimen adalah SR 510 buatan Stanford Research Systems Inc USA yang dapat mendeteksi dan mengukur sinyal yang sangat kecil. Kepekaan tegangan

dari penguat lock-in ini 100 nV - 500 mV. Apabila dalam pengukuran sinyal kepekaan tidak memadai, penguat lock-in akan memberikan indikasi OVLD (overload) dan perlu diubah kepekaannya. Untuk melihat tampilan sinyal, pada bagian belakang penguat lock-in ini dihubungkan ke osiloskop.

3.3.8. Penampil (Osiloskop)

Osiloskop digunakan untuk melihat tampilan sinyal akustik dihasilkan. Dalam eksperimen osiloskop yang digunakan adalah osiloskop model Trio CS 1559A.

3.3.9. Detektor pengukur daya laser (Meter daya)

Meter daya digunakan untuk mengukur daya termodulasi yang datang ke sel serta daya yang ditransmisikan oleh sel fotoakustik. Meter daya yang digunakan adalah model 201 merk Coherent.

3.3.10. Analisator Spektrum

Analisator spektrum merupakan piranti yang digunakan untuk mengukur emisi panjang gelombang laser. Analisator spektrum model 16-A buatan Optical Engineering Inc. didesain beroperasi pada panjang gelombang 9,1 - 11,3 μm . Jangkauan panjang gelombang ini merupakan spektrum inframerah laser CO_2 .

3.4. Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian ini dilaksanakan melalui beberapa tahapan antara lain : Pelurusan optik, pengukuran panjang gelombang laser, pengamatan sinyal fotoakustik, pengamatan sinyal akustik pada berbagai konsentrasi gas amonia dalam N_2 , pengamatan derau dan pengamatan sinyal latar yang timbul.

3.4.1. Penyusunan instrumentasi spektroskopi

Sebelum melaksanakan pengukuran terhadap parameter-parameter yang akan diteliti, langkah awal yang dikerjakan adalah menyusun instrumentasi seperti pada gambar 3-1.

3.4.2. Pelurusan optis (*Optical alignment*)

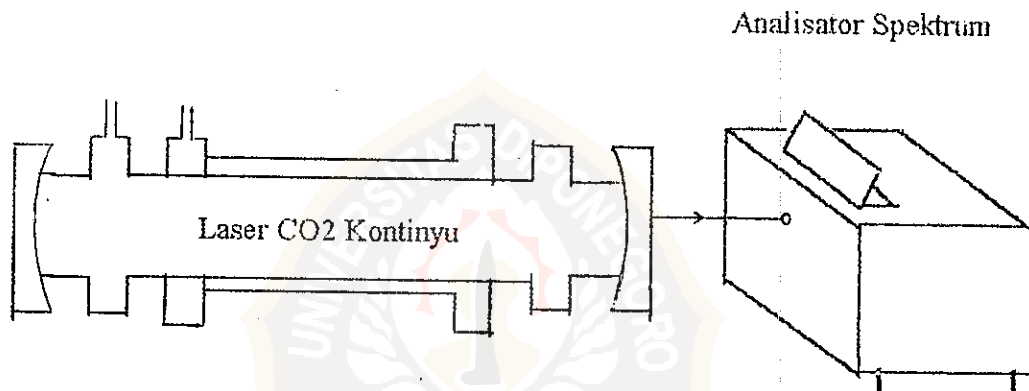
Untuk mengatur pelurusan berkas radiasi dengan cara sebagai berikut:

- a. Untuk menandai berkas radiasi laser digunakan balok sebagai penghalang yang diletakkan pada keadaan tegak. Akibat terkena radiasi, permukaan balok yang menghadap laser akan mengalami noda bakar berbentuk lingkaran kecil. Noda bakar ini digunakan sebagai acuan untuk menempatkan modulator, sel fotoakustik dan detektor.
- b. Menempatkan modulator di belakang balok kayu dan mengatur agar berkas radiasi laser dapat menembus lubang dari piringan modulator.
- c. Menempatkan sel di belakang modulator dan mengatur agar berkas radiasi yang telah ditandai tepat menembus di tengah-tengah jendela sel. Ini dapat diuji dengan memakai kertas tipis yang ditempatkan di depan jendela sel sambil menggeser penghalang.

- d. Memasang detektor di belakang sel dengan bagian sensor terletak sejajar kolom gas bagian belakang.

3.4.3. Pengukuran panjang gelombang laser CO₂ Continue

Untuk mengetahui panjang gelombang laser yang digunakan sebagai sumber radiasi, terlebih dahulu menyusun laser yang akan dideteksi dan analisator seperti pada gambar 3-4 berikut.



Gambar 3-4. Susunan alat untuk mengukur panjang gelombang laser

Pelurusan pancaran berkas radiasi ditandai, untuk menentukan ketinggian dari analisator spektrum, sehingga berkas radiasi dapat menembus lubang pada bagian depan analisator. Untuk mengetahui panjang gelombang dari laser dapat dilihat pada skala penunjuk berupa bintik hitam.

3.4.4. Pengamatan sinyal fotoakustik

3.4.4.1. Pengamatan sinyal fotoakustik pada perubahan frekuensi chopper

Setelah dilakukan pelurusan optik dan didapatkan panjang gelombang dari laser yang mempunyai serapan optimum pada gas cuplikan amonia, maka segera dapat dilakukan pengamatan terhadap sinyal akustik. Langkah-langkahnya sebagai berikut :

a. Menghampakan ruangan sel fotoakustik dengan cara sebagai berikut :

- Menutup kran I, yaitu kran yang menghubungkan saluran tempat cuplikan gas dengan sel fotoakustik.
- Membuka kran II, yaitu kran yang menghubungkan sel fotoakustik dengan pompa vakum.
- Menghidupkan pompa vakum.
- Menghidupkan piranimeter, untuk mengetahui tekanan kehampaan ruangan sel (sampai orde 10^{-1} mbar)
- Melihat tekanan pada manometer sampai menunjukkan tekanan tertentu (sebagai acuan untuk pengukuran tekanan gas cuplikan yang akan dialirkan ke sel).

b. Penghampaan sel dengan pompa vakum memakan waktu yang cukup lama 1/2 jam, sambil menunggu sel dihampakan, maka sumber laser CO₂ dihidupkan dengan jalan

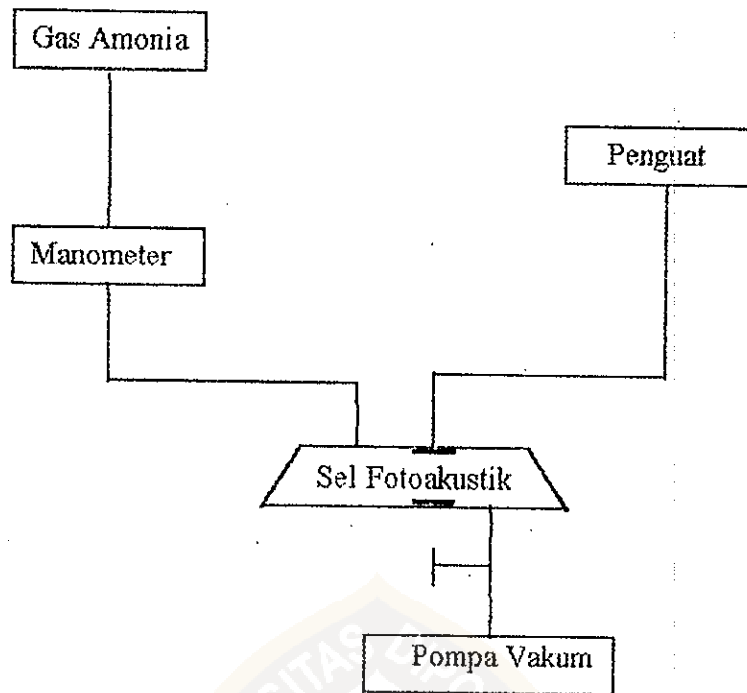
- mengalirkan pendingin laser terlebih dulu.
- menyalakan power supply untuk laser.
- menghidupkan EMT Controller pada laser.

c. Menghidupkan Chopper.

- d. Setelah ruangan sel hampa, kran II ditutup kemudian berkas laser dilewatkan pada sel fotoakustik dan diukur daya keluaran laser CO₂ ketika sel hampa (D_v).
- e. Mengisi gas cuplikan (amonia) ke dalam sel fotoakustik dengan langkah-langkah sebagai berikut :
- Melihat pada piranimeter bahwa sel sudah cukup hampa (10^{-1} mbar), dan pastikan bahwa kran II sudah ditutup (langkah d).
 - Membuka kran I untuk mengalirkan gas cuplikan ke dalam ruang sel fotoakustik sampai pada tekanan tertentu (50-60 mbar) yang dibaca pada manometer.

Setelah gas terisikan pada sel dan tekanan gasnya sudah terbaca, lalu kran I ditutup lagi (agar saat dilakukan pengamatan gas yang masih ada dalam tabung cuplikan tidak mengalir lagi ke sel, karena hal ini akan menambah tekanan gas yang sedang dianalisa dalam sel).

Gambar 3-5 berikut adalah sistem sirkulasi untuk pengisian gas culikan pada pengamatan sinyal fotoakustik.



Gambar 3-5. Sistem sirkulasi gas pada pengamatan sinyal akustik

- f. Mengatur frekuensi modulator sambil melihat sinyal keluaran pada osiloskop. Frekuensi modulator diatur perlahan-lahan mulai dari frekuensi rendah sampai frekuensi tertentu sehingga didapat sinyal keluaran yang tinggi. Frekuensi pada sinyal keluaran yang lebih tinggi dibandingkan pada frekuensi yang lain tersebut merupakan frekuensi resonansi.

Pada saat itu pula dibaca daya keluaran laser CO_2 yang melewati sel setelah sel fotoakustik diisi dengan gas cuplikan amonia, daya yang terbaca adalah daya yang ditransmisikan (D_{trans}). Dengan demikian daya laser yang diserap oleh cuplikan gas (D_{abs}) sebesar $D_{\text{abs}} = D_v - D_{\text{trans}}$

3.4.4.2. Pengamatan sinyal fotoakustik di sekitar frekuensi resonan

Untuk membuat grafik kurva resonansi dan untuk mengetahui faktor kualitas, maka pada sekitar frekuensi resonan diukur sinyal setiap kenaikan frekuensi yang lebih teliti umpamanya setiap kenaikan 10 Hertz.

3.4.4.3. Pengamatan sinyal fotoakustik pada perubahan tekanan gas

Pada frekuensi resonansi, diatur tekanan gas cuplikan mulai dari tekanan rendah sampai tekanan tinggi. Penambahan tekanan dilakukan dengan cara membuka kran I sehingga gas mengalir ke sel. Sedangkan untuk mengurangi tekanan dilakukan dengan membuka kran II sehingga gas yang ada di dalam sel akan masuk ke pompa vakum. Pada setiap tekanan tertentu dibaca sinyal yang dihasilkan.

3.4.4.4. Pengamatan sinyal fotoakustik pada berbagai konsentrasi

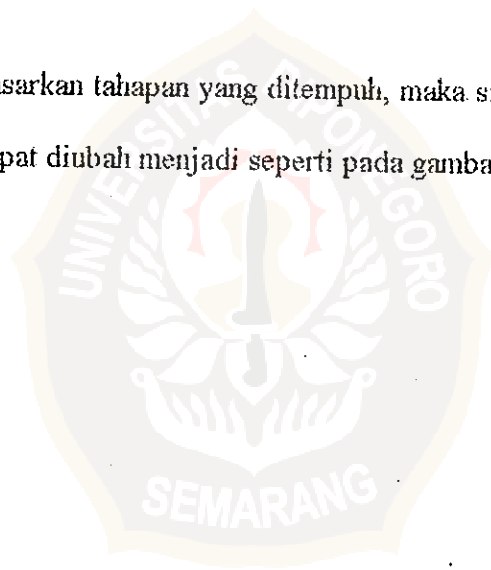
Pengamatan sinyal pada berbagai konsentrasi ini dilakukan pada frekuensi resonansi tertinggi, yang telah didapatkan pada pengamatan perubahan frekuensi.

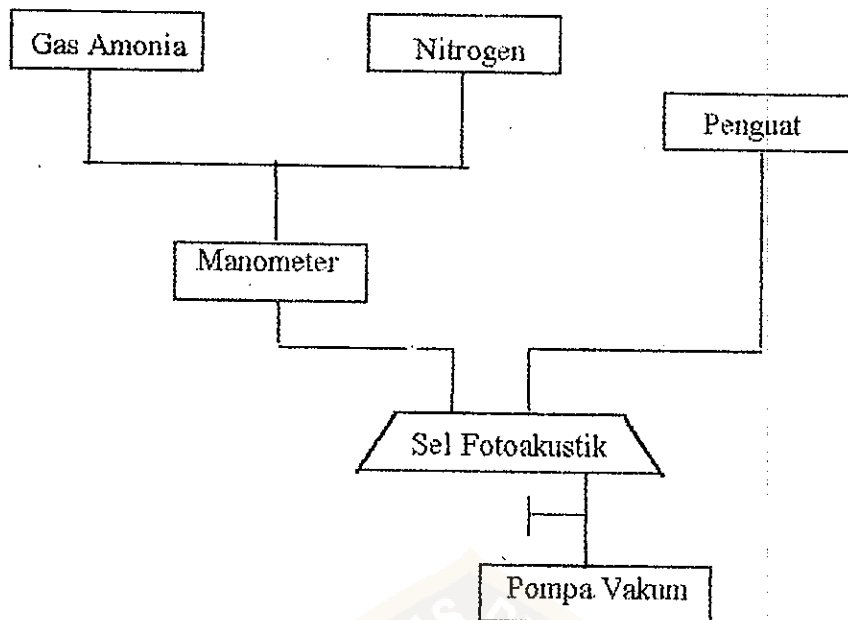
Untuk meneliti pengaruh konsentrasi dari gas amonia terhadap sinyal akustik, terlebih dahulu dengan membuat campuran gas amonia dalam gas nitrogen. Campuran itu menunjukkan konsentrasi gas amonia. Untuk membuat campuran gas amonia dalam nitrogen, langkah yang dilakukan sebagai berikut :

- a. Memvakumkan sel fotoakustik dengan tekanan serendah mungkin dilanjutkan dengan mengalirkan gas amonia ke dalam sel sampai manometer menunjukkan tekanan sebesar X mbar.

- b. Gas nitrogen dialirkan ke dalam sel sampai manometer menunjukkan tekanan sebesar P mbar dari keadaan X mbar.
- c. Dari keadaan (b) sel dikurangi tekanannya hingga menjadi Y mbar. Gas nitrogen dialirkan kembali sampai tekanan menjadi P mbar. Berarti di dalam sel sekarang terdapat konsentrasi amonia di dalam gas nitrogen sebesar XY / P^2 .
- d. Dari keadaan (c) sel kembali dikurangi tekanannya sehingga manometer menunjukkan tekanan sebesar Z mbar, kemudian gas nitrogen dialirkan kembali sampai tekanan di dalam sel mencapai P mbar. Sehingga sekarang konsentrasi gas amonia menjadi XYZ / P^3 mbar.

Dengan demikian berdasarkan tahapan yang ditempuh, maka sistem sirkulasi dari gas ke sel pada gambar 3-5 dapat diubah menjadi seperti pada gambar 3-6.





Gambar 3-6. Sistem sirkulasi gas pada pengamatan pengaruh konsentrasi gas amonia terhadap sinyal akustik

3.4.5. Pengukuran Derau dan Sinyal Latar

Kemungkinan adanya derau (*noise*) dan sinyal latar (*background*) yang terjadi dalam saat eksperimen, dapat dilakukan dengan cara berikut. Sinyal derau yang muncul dari gangguan lingkungan jaringan elektronik dari mikrofon, penguat lock-in, sistem vakum serta catu daya laser dapat ditentukan dengan cara mengukur sinyal yang ada dalam keadaan sumber radiasi laser dimatikan. Kepekaan penguat lock-in dipilih sekecil mungkin tetapi tidak boleh menunjukkan OVL (overload) agar dapat mendeteksi derau sesensitif mungkin. Kemungkinan adanya sinyal latar yang terjadi dapat diuji dengan jalan mengalirkan gas nitrogen ke dalam sel lalu diradiasi. Gas

nitrogen ini tidak menyerap radiasi laser. Proses yang dikerjakan sama seperti pada pengamatan sinyal fotoakustik . Dengan demikian sinyal yang dihasilkan jelas bukan dari serapan nitrogen, akan tetapi dari pemanasan gas nitrogen oleh dinding dan jendela sel.

