

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat Dan Waktu Penelitian

Tempat Penelitian :

Laboratorium Riset Jurusan Fisika, Fakultas MIPA Universitas
Diponegoro.

Waktu Penelitian :

Bulan Oktober 2000 sampai dengan April 2001

3.2. Alat dan Bahan

1. Peralatan unit dasar ESR dengan unit control ESR dan sepasang kumparan Helmholtz
2. 1 buah multimeter
3. Oscilloscope dengan dua channel
4. 5 buah batang penyangga
5. 2 plat logam tembaga
6. Catu daya tegangan tinggi (*Hight Voltage Power Supply, HVPS*)
7. kabel-kabel penghubung
8. Stabilizer
9. Bahan paramagnetik DPPH (*diphenyl-picryl-hydrazil*)

3.3. Spesifikasi Alat Percobaan

3.3.1. ESR Basic Unit

Berbentuk kotak yang diletakkan pada batang penyangga dan dihubungkan dengan *ESR Control Unit*, merupakan penyuplai energi radiasi berupa energi frekuensi radio (*r.f. energy*).

- *Power supply* : 12 volt ; 175 mA
- Frekuensi dari kumparan r.f. : 30-75 MHz
- Tegangan pada kumparan r.f. : 6 Vpp pada 13 MHz
- Frekuensi pembagi : 1000 : 1
- Respon frekuensi untuk pencacah digital : TTL
- *Resonance meter current* (DC) : 100 μ A
- Frekuensi arus pasif resonansi : 10-30 MHz
- Ukuran : 13 cm x 7 cm x 4 cm
- Berat : 0,7 kg.
- Terdapat satu sampel DPPH yang ditempatkan di dalam kumparan r.f.
- Nomor seri : 51455

3.3.2. ESR Control Unit

Sebagai unit pemberi daya untuk transmitter r.f. dari *ESR Basic Unit* dan sepasang kumparan Helmholtz untuk menghasilkan medan magnet.

- Daya untuk medan magnet : 0-10 volt (DC)

arus max : 3 A

- Penyetel beda fase : $0-90^\circ$
- Tampilan frekuensi : 4 digit (MHz)
- Ukuran : 30 cm x 21 cm x 23 cm
- Berat : 6,2 kg
- Nomor seri : 51457

3.3.3. Sepasang Kumparan Helmholtz

Digunakan untuk menghasilkan medan magnet homogen.

- Jumlah lilitan pada tiap kumparan : 320
- *Short time current* : 2 A ($U = 15$ volt)
- Diameter rata-rata : 13,5 cm
- Batang penyangga : 14,5 cm x 8 mm (diameter)
- Nomor seri : 55506

3.3.4. Multimeter

Digunakan sebagai pencatat arus yang melewati sepasang kumparan Helmholtz.

- Merek : Gossen-Metrawatt (M2012)
- A DC : $\pm(1\% + 1D)$
- Arus max : 10 A

3.3.5. *Oscilloscope* dengan dua channel

Digunakan sebagai penampil gambar karakteristik dari bentuk kurva resonansi.

- Merek : GW Oscilloscope (GOS-653)
- Jangkauan frekuensi : 50/MHz

- Tegangan keluaran 220 volt : 198-242 volt
- Frekuensi : 50/60 Hz
- Nomor seri : 5694465

3.3.6. Catu daya tegangan tinggi (*Hight Voltage Power Supply*)

Sebagai pembangkit tegangan tinggi pada lempeng tembaga, untuk membangkitkan medan listrik homogen yang kuat.

- Merek : Philip Harris Limited
- Tegangan : 220 volt dengan frekuensi 50 Hz
- Arus : 0,4 A
- Jangkauan tegangan DC : 0-6 kV dengan tahanan 50 m Ω
- Nomor seri : W78J16

3.3.7. Stabilizer

Sebagai penstabil tegangan keluaran.

- Merek : Denwa
- Model : MP 500
- Tegangan : Input 160-250 volt - Output 220 volt
- Kapasitas : 500 VA
- Frekuensi : 50/60 Hz
- Sistem kontrol : *Digital system control*

3.3.8. Sepasang lempeng logam tembaga

yang dihubungkan dengan catu daya tegangan tinggi untuk menghasilkan medan listrik searah.

- Ukuran : 2 cm x 7,5 cm

3.4. Variabel Penelitian

Variabel penelitian terdiri dari variabel terikat dan variabel bebas. Dalam percobaan ini variabel terikat adalah frekuensi resonansi. Dan variabel bebas adalah arus listrik yang diberikan pada sepasang kumparan Helmholtz yang merupakan pembangkit medan magnet luar, dan besar tegangan HVPS.

3.5. Rancangan Percobaan

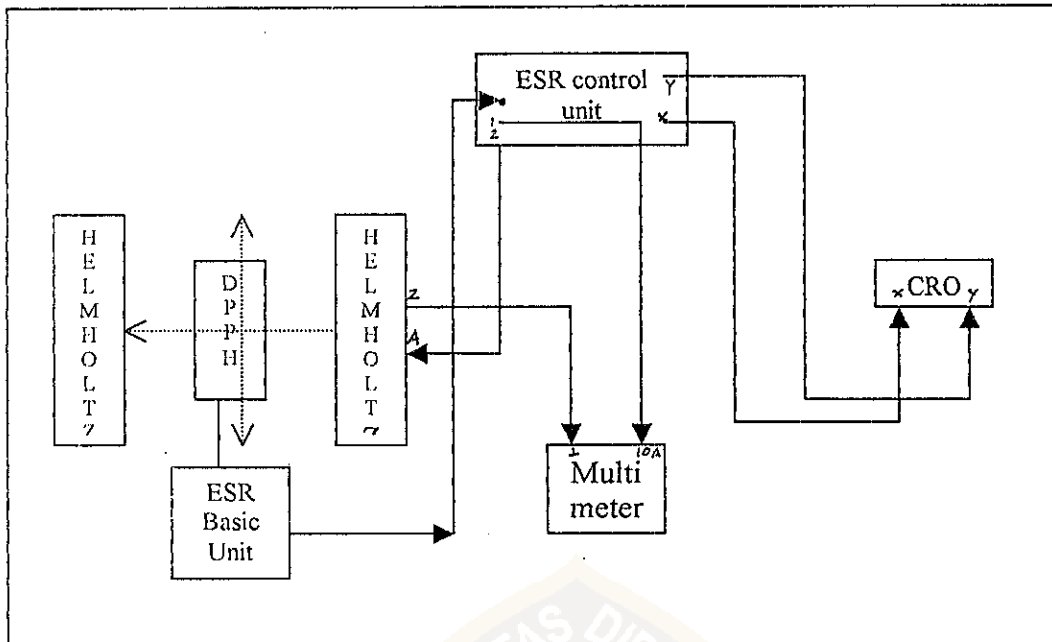
Rangkaian alat percobaan disusun berdasarkan gambar skema (3.1) dan (3.2). Channel x (variasi medan magnet B) pada *Oscilloscope* dihubungkan dengan channel x pada *ESR control unit* dan begitu pula untuk channel y (sinyal energi pada saat terjadinya resonansi).

ESR control unit (1) dihubungkan dengan multimeter pada 10 A, untuk menampilkan nilai arus I . Kedua kumparan Helmholtz (A) dihubungkan dengan *ESR control unit* (2). Kumparan Helmholtz (z) dihubungkan dengan multimeter (\perp).

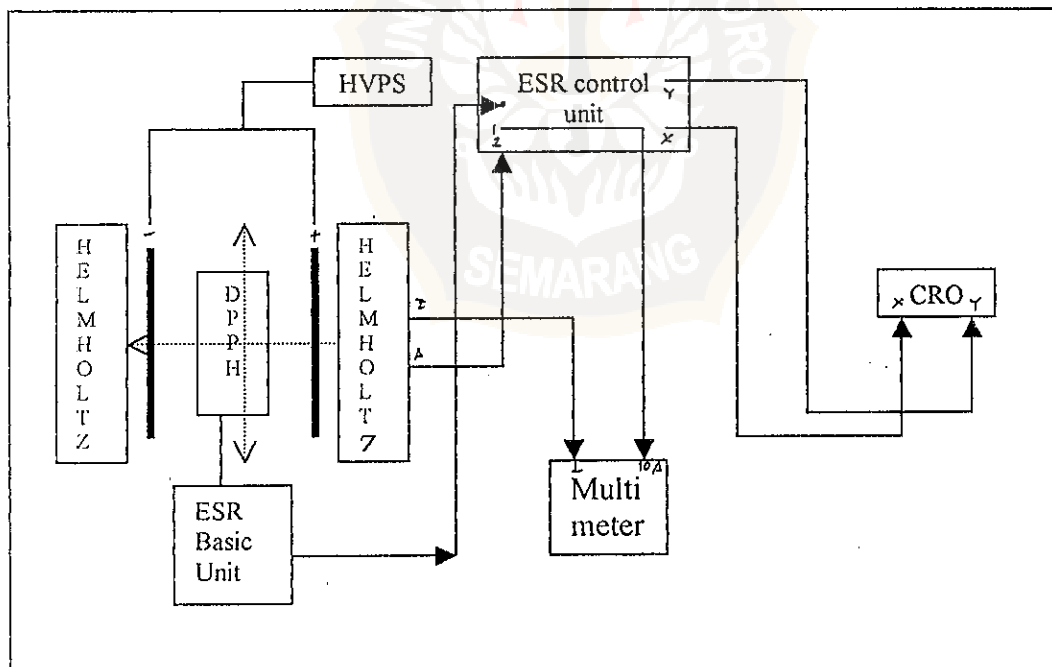
ESR Basic Unit dirangkai dengan kumparan r.f. dan bahan DPPH yang terdapat dalam tabung ditempatkan pada kumparan r.f. ini. Rangkaian *ESR Basic Unit* kemudian dihubungkan ke *ESR control unit* (Leybold, 1996).

Pada bahan yang terganggu, ditambahkan lempeng tembaga pada kedua sisi kumparan r.f. Kedua lempeng ini dihubungkan dengan catu daya tegangan tinggi (HPVS) untuk menghasilkan medan listrik.

Rangkaian peralatan terlihat pada gambar di bawah ini :



Gambar 3.1. Skema susunan peralatan *Electron Spin Resonance* tanpa gangguan.



Gambar 3.2. Skema susunan peralatan *Electron Spin Resonance* yang terganggu.

3.6. Metoda pengumpulan data

Dalam eksperimen ini, sistem peralatan yang digunakan pada pengamatan isyarat resonansi spin elektron adalah suatu rangkaian peralatan *Elektron Spin Resonance* (ESR). Rangkaian ESR ini terdiri dari unit gelombang frekuensi radio, unit pengatur arus kumparan Helmholtz dengan kata lain unit pengatur medan, unit deteksi isyarat resonansi dan unit penampil isyarat. Peralatan ini beroperasi pada daerah frekuensi radio (*radiofrequency*) dengan frekuensi sekitar 75 MHz (berpadanan dengan panjang gelombang $\lambda \sim 4$ m).

Apabila diadakan variasi frekuensi gelombang radio pada nilai medan magnet tetap maupun variasi medan magnet pada frekuensi tetap maka isyarat resonansi yang diakibatkan oleh adanya penyerapan tenaga gelombang radio oleh sampel dalam rongga kumparan r.f. dapat diperoleh. Dalam hal ini karena energi r.f. yang ditimbulkan oleh kumparan r.f. dapat diubah dalam harga terbatas, maka perubahan medan magnet hanya dilakukan pada medan magnet luar B sehingga menyebabkan elektron bergetar sesuai dengan frekuensi larmor (Gerthsen, 1996). Maka frekuensi resonansi ini diukur untuk tiap-tiap variasi nilai arus dengan kata lain pada kuat medan magnet luar yang berbeda-beda.

Langkah pertama yang dilakukan pada penelitian adalah menyiapkan peralatan ESR dan dilakukan pengkalibrasian alat. Kalibrasi dilakukan pada alat osiloskop dengan menggunakan generator isyarat karena masukan berasal dari luar. Caranya dengan menyesuaikan frekuensi dari generator isyarat dengan frekuensi dari osiloskop yang digunakan. Penelitian dilakukan dengan susunan alat seperti pada gambar 3.1 dan 3.2 (halaman 25).

Bahan yang digunakan sebagai sampel adalah serbuk kristal DPPH, *diphenyl-picryl-hydrazil*, $(C_6H_5)_2N-NC_6H_2(NO_2)_3$ yang ditempatkan dalam tabung silinder gelas yang sesuai dengan ukuran rongga kumparan r.f., selanjutnya tabung yang telah terisi sampel ditempatkan dalam rongga kumparan r.f. untuk diamati nilai frekuensi resonansinya.

Arus dari peralatan ESR diberikan pada sepasang kumparan Helmholtz sehingga timbul medan magnet *uniform* B sumbu z . Medan magnet sebagai fungsi dari arus masukan adalah (Bradfield, 1999):

$$B = \frac{8N\mu_0}{5^{3/2}R} I \quad (3.1)$$

dengan N adalah jumlah lilitan kumparan (320 lilitan tiap kumparan), μ_0 adalah permeabilitas ruang hampa yang bernilai $4\pi \cdot 10^{-7} \text{ TmA}^{-1}$, R adalah jari-jari kumparan (6,75 cm) dan merupakan jarak dari dua kumparan [pada eksperimen ini, $B(\text{mT}) = 4,26 I (\text{A})$]. Variasi arus I ini adalah $0,03 \text{ A} \leq I \leq 0,43 \text{ A}$ dengan range 0,02 A untuk setiap pengukuran. Arus ini tercatat pada amperemeter. Sehingga menimbulkan medan magnet B dengan nilai $0,13 \text{ mT} \leq B \leq 1,83 \text{ mT}$. Selengkapnya terlihat pada lampiran.

Sinyal frekuensi radio yang ditimbulkan oleh peralatan unit dasar ESR menghasilkan medan magnet yang berubah-ubah (*The Oscillating magnetic fields*) sebagai besaran (Walker, 1966) :

$$B_1(t) = 2B_1 \cos \omega t \quad (3.2)$$

B_1 merupakan energi r.f. Pada keadaan resonansi, sampel yang ditempatkan pada kumparan r.f. akan mengabsorpsi atau menyerap energi r.f. tersebut dan karakteristik kurva keadaan resonansi ini terlihat pada perangkat osiloskop yang memiliki 2 channel dengan channel x menunjukkan variasi medan magnet luar B dan channel y adalah sinyal energi pada saat terjadinya resonansi. Frekuensi resonansi ini terbaca pada pencacah frekuensi digital pada sistem peralatan unit dasar ESR.

Pada bahan yang terganggu medan listrik luar, ditempatkan sumber medan listrik luar searah yaitu sepasang plat tembaga yang dialiri tegangan listrik (HPVS) pada kedua belah sisi luar dan kedudukannya tegak lurus terhadap sampel DPPH, arah dari gangguan medan listrik adalah searah dengan arah medan magnet. Variasi tegangan HPVS U adalah 4 kV, 5 kV dan 6 kV dengan jarak antar lempeng d adalah 2,5 cm. Sehingga menimbulkan medan listrik E sebesar 1,60 kV.cm⁻¹, 2,00 kV.cm⁻¹, 2,40 kV.cm⁻¹. Pengukuran dilakukan sama seperti cara diatas. Pada kasus yang terganggu medan listrik ini, sampel tidak hanya menyerap energi r.f. tetapi juga menyerap energi dari medan listrik statis tersebut. Sehingga untuk variasi kuat medan luar yang sama dengan percobaan pertama tadi diharapkan akan menghasilkan frekuensi resonansi yang berbeda.

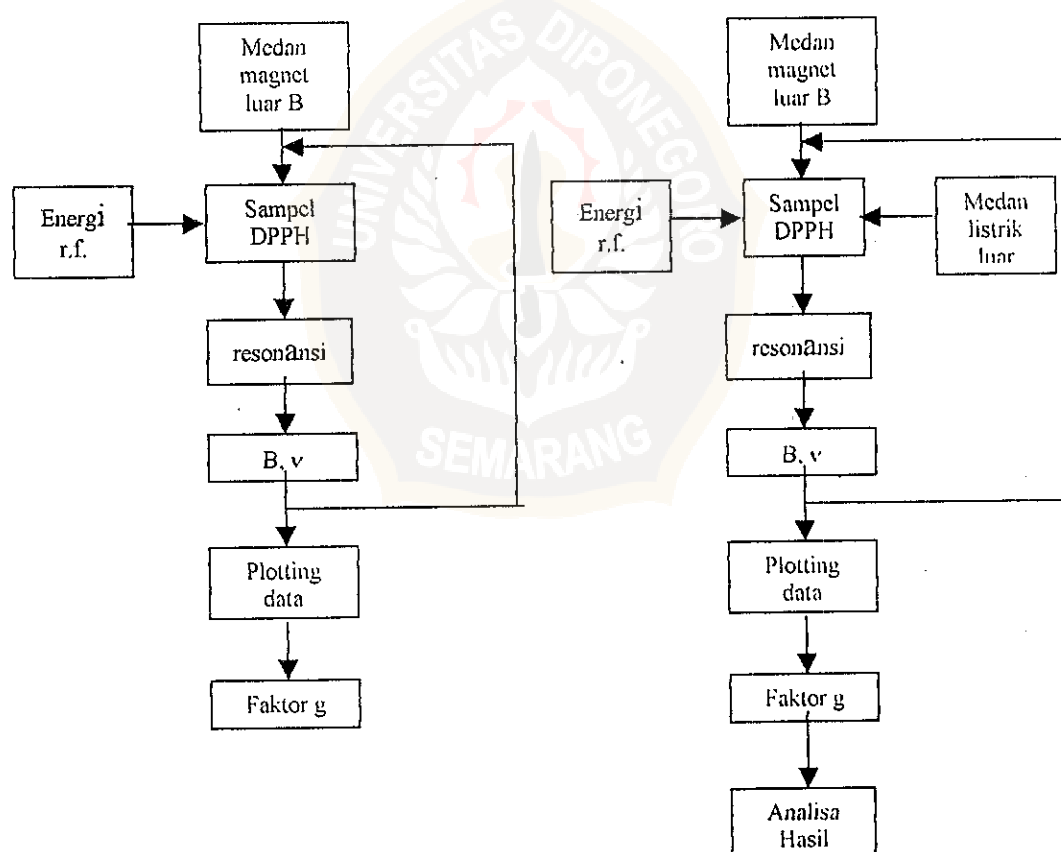
Dari data yang dihasilkan, dengan medan magnet B merupakan variabel bebas dan frekuensi resonansi ν merupakan variabel terikat (fungsi dari medan B) maka frekuensi resonansi ν_i diplot sepanjang sumbu y dan medan magnet B_i diplot sepanjang sumbu x. Berdasarkan perhitungan tersebut, maka data yang diperoleh merupakan suatu hubungan linier antara ν terhadap B dan garis linear

ini menggambarkan perjalanan dari variasi frekuensi resonansi ν sebagai fungsi dari medan B , dengan anggapan bahwa variasi dari ν adalah linear dengan B sebagaimana yang kita harapkan pada kesetimbangan termal (*Thermal equilibrium*). Berdasarkan persamaan (2.18), maka gradien garis yang diperoleh mempunyai nilai sama dengan $\frac{g\mu_B}{h}$. Sehingga nilai faktor g ini dapat diketahui berdasarkan nilai gradien tersebut.

3.7. Block Diagram

a. bahan tanpa gangguan

b. bahan yang terganggu medan listrik luar



Gambar 3.3.a. Diagram blok pada bahan tanpa gangguan; b. Diagram blok pada bahan dengan gangguan.