

Implementasi Sensor Quartz Crystal Microbalance pada Sistem Kromatografi Gas

Muhammad Rivai

Laboratorium Elektronika Industri, Jurusan Teknik Elektro, Fakultas Teknologi Industri,
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Kampus ITS, Keputih, Sukolilo, Surabaya 60111
e-mail: muhammad_rivai@ee.its.ac.id

Abstrak

Peralatan kromatografi gas merupakan instrumen analitis yang banyak digunakan di berbagai bidang aplikasi. Gas majemuk yang terdiri banyak senyawa dapat diuraikan oleh kolom partisi dan diukur konsentrasinya menggunakan sensor gas. Sensor gas yang digunakan biasanya memerlukan tegangan listrik dan suhu tinggi untuk meningkatkan sensitifitasnya. Pada penelitian ini telah digunakan devais Quartz Crystal Microbalance sebagai sensor pada sistem kromatografi gas. Adanya penambahan massa senyawa di permukaannya dapat mengakibatkan penurunan frekuensi resonansinya. Dari hasil percobaan menunjukkan bahwa sensor ini dapat memberikan pola pergeseran frekuensi resonansi yang khas untuk setiap jenis uap sampel. Neural Network dapat dilatih untuk mengenali semua jenis uap yang diujikan dengan taraf identifikasi sebesar 80,9 %.

Kata kunci: kolom partisi, sensor Quartz Crystal Microbalance, pola pergeseran frekuensi resonansi.

1. Pendahuluan

Saat ini peralatan kromatografi gas digunakan secara luas di berbagai bidang aplikasi seperti lingkungan, industri makanan, kesehatan dan keamanan. Peralatan ini terdiri dari kolom partisi yang memisahkan komponen senyawa penyusun suatu gas campuran. Gas yang merupakan material fasa gerak akan berinteraksi dengan material fasa diam kolom partisi. Komponen senyawa yang mempunyai ikatan yang kuat terhadap fasa diam akan keluar paling akhir pada detektor atau sensor. Sensor digunakan sebagai pengukur konsentrasi komponen senyawa yang keluar dari kolom partisi. Jenis detektor yang umum digunakan adalah *Flame Ionisation Detector* (FID) dan *Thermionic Detector* (TID) [1]. Senyawa yang keluar dari kolom partisi dicampur dengan hidrogen dan udara, kemudian disulut dengan tegangan tinggi. Ion dan elektron yang dihasilkan dari pembakaran ini akan menghasilkan tegangan dan arus pada elektroda penampung. Jenis detektor ini kurang praktis karena memerlukan tegangan yang tinggi sekitar 180 V dan suhu yang tinggi sekitar 600 - 800°C dalam pengoperasiannya. Untuk itu perlu dilakukan penelitian jenis sensor yang

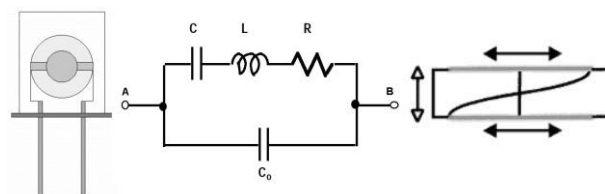
dapat beroperasi dalam suhu rendah dengan sensitivitas dan kestabilan yang tinggi.

Beberapa peneliti telah mengembangkan bahan kristal SiO₂ potongan-AT sebagai pendeteksi adanya materi yang mengendap di permukaannya dengan tingkat kestabilan yang tinggi [2]. Kristal SiO₂ difungsikan sebagai resonator yang dapat menghasilkan frekuensi tertentu yang bergantung pada dimensi ketebalannya, ditunjukkan pada Gambar 1. Terdapat fenomena penurunan frekuensi resonansi kristal SiO₂ secara linier terhadap penambahan massa materi pada permukaannya, yang dinyatakan

$$\Delta f = - \left(\frac{2f^2}{\rho v A} \right) \Delta M \quad (1)$$

dengan f frekuensi resonansi kristal (1 - 50 MHz), ΔM perubahan massa pada permukaan kristal, ρ kerapatan kristal, v kecepatan perambatan gelombang akustik dalam kristal, A luas permukaan kristal. Karena kemampuannya untuk mengukur massa suatu material, maka jenis sensor ini sering disebut dengan *Quartz Crystal Microbalance* (QCM). Rugi friksi pada permukaan kristal mempengaruhi kestabilan frekuensi resonansi yang terjadi. Pada Pers. (1) menunjukkan bahwa sensitifitas perubahan frekuensi terhadap massa sebanding dengan kuadrat frekuensi resonansinya.

Pada paper ini dilaporkan hasil eksperimen implementasi devais QCM sebagai sensor dalam sistem peralatan kromatografi gas. Beberapa sampel yang mudah menguap di suhu ruangan diujikan untuk mengetahui respon perubahan frekuensinya. Algoritma neural network digunakan untuk mengenali secara otomatis pola perubahan frekuensi resonansi QCM yang dihasilkan untuk setiap jenis sampel yang diujikan.

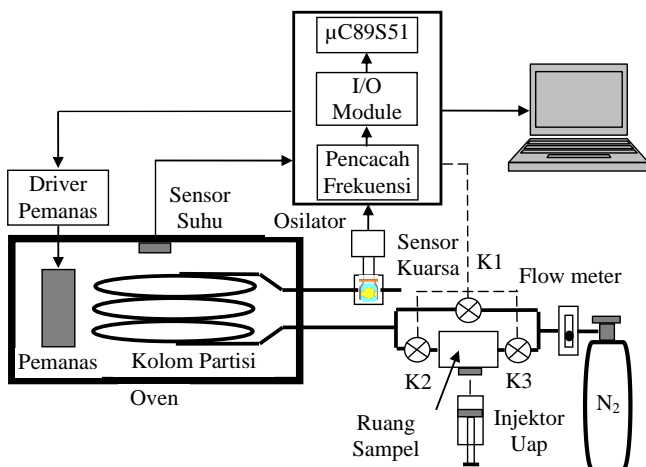


Gambar 1. Devais QCM dan rangkaian persamaannya.

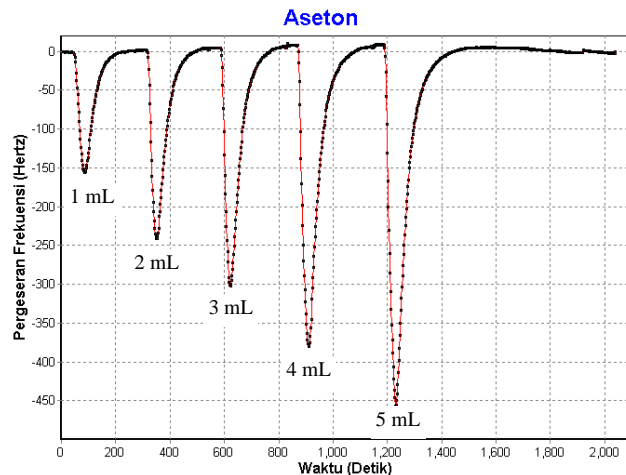
2. Eksperimen

Peralatan yang digunakan dalam percobaan ini ditunjukkan pada Gambar 2. Kolom partisi menggunakan material gelas dengan diameter 3,2 mm dan panjang 1,6 m. Sebagai material fasa diamnya adalah Thermon-3000 5% dengan material penyangganya adalah Shincarbona ukuran 60/80 mesh. Karena sifat materialnya adalah polar, jenis kolom paket ini dapat memisahkan senyawa molekul uap beraroma [3,4]. Sebuah QCM berfrekuensi resonansi dasar 20 MHz elektroda emas digunakan sebagai sensor yang diletakkan pada salah satu ujung kolom partisi. Sistem generator uap terdiri dari pengatur aliran gas nitrogen, tabung sampel 20 mL dan katub elektronik. Uap sampel diinjeksikan ke tabung sampel dan dialirkan ke kolom partisi oleh gas pembawa nitrogen dengan kadar 99,99% berkecepatan aliran 50 mL/min. Tanggapan sensor berupa frekuensi resonansi diamati dengan menggunakan pencacah frekuensi yang dikirim ke komputer melalui komunikasi *Universal Serial Bus* (USB). Data dalam waktu-nyata ditampilkan dan dianalisa di unit komputer untuk mengetahui pergeseran frekuensi resonansi antara sebelum dan sesudah pemaparan uap. Semua eksperimen dilakukan pada suhu $50 \pm 1^\circ\text{C}$. Sampel yang diujikan dipilih dengan nilai kepolaran yang beragam, yaitu Premium, Pertamina, Solar, Spiritus, Lemon, Teh dan Melon.

Untuk percobaan awal digunakan sampel uap aseton dengan volume uap yang berbeda. Hal ini digunakan untuk mengetahui respon sensor terhadap konsentrasi uap sampel yang diujikan. Besarnya konsentrasi sebanding dengan luasan respon perubahan frekuensi sensor untuk setiap uap yang diujikan, ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 2. Peralatan yang digunakan untuk eksperimen.



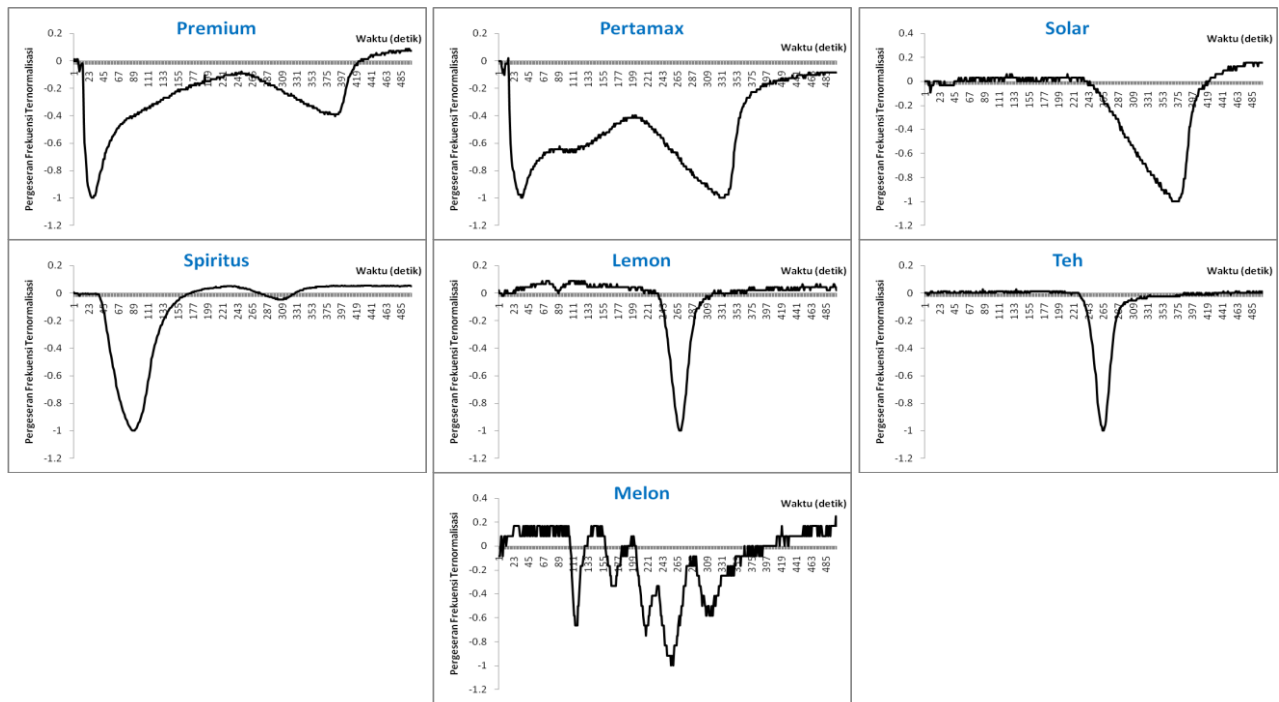
Gambar 3. Respon sensor QCM saat pemaparan Uap berkonsentrasi berbeda.

3. Hasil dan Pembahasan

Gambar 4 menunjukkan respon sensor dalam waktu terhadap beberapa sampel uap. Data perubahan frekuensi resonansi dinormalisasi untuk memperoleh pola yang dihasilkan untuk setiap jenis uap. Perubahan frekuensi resonansi ternormalisasi (Δf_i^n) dinyatakan dengan

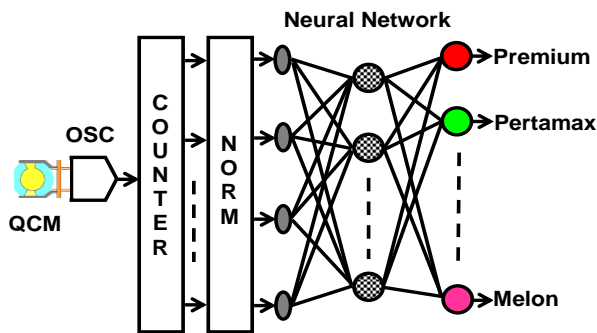
$$\Delta f_i^n = \frac{\Delta f_i}{\Delta f_{\max}} \quad (2)$$

Terdapat kemiripan pola perubahan frekuensi antara Premium dan Pertamina yang dikarenakan komposisinya yang hampir sama, hanya dibedakan oleh angka oktannya (angka oktan untuk Premium dan Pertamina masing-masing adalah 88 dan 92). Benzena merupakan senyawa penyusun utamanya yang mempunyai sifat non-polar dengan nilai momen dipol adalah 0. Karena material fasa diam Thermon-3000 merupakan material polar, maka terlihat bahwa terjadinya pelaluan senyawa Benzena yang cepat dalam menempuh kolom partisi sehingga lebih cepat mencapai ke sensor QCM. Solar terdiri dari campuran paraffinic, olefinic, naphthenic dan aromatic hydrocarbons yang merupakan senyawa polar yang berinteraksi secara kuat dengan material fasa diam kolom partisi [5]. Terlihat bahwa senyawa penyusunnya memerlukan waktu yang lama untuk mencapai sensor. Spiritus merupakan turunan dari senyawa Etanol yang sering disebut sebagai Methylated Spirit [6]. Etanol merupakan senyawa mid-polar dengan nilai momen dipol adalah 1.69. Terlihat bahwa kecepatannya adalah diantara Premium dan Solar. Uap Melon, Lemon maupun Teh merupakan uap yang mempunyai senyawa organik yang mudah menguap dengan berat molekul rendah, hidropobik dan polar [7]. Terlihat bahwa respon yang terlambat untuk setiap senyawa penyusunnya.



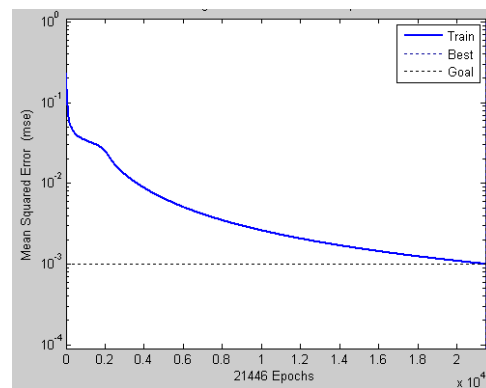
Gambar 4. Respon sensor QCM saat pemaparan uap.

Multi-layer perceptron merupakan arsitektur Neural Network yang paling sering digunakan. Jaringan ini terdiri dari dua lapisan atau lebih dengan bobot yang dapat diatur antara unit input dengan unit tersembunyi dan antara unit tersembunyi dengan unit output. Jaringan ini dilatih untuk meminimalkan kesalahan antara vektor target dan output yang biasanya menggunakan teknik *gradient descent* yang dikenal dengan propagasi-balik [8,9]. Jumlah node input adalah lima ratus berkesesuaian dengan jumlah data input perubahan frekuensi resonansi, jumlah neuron output adalah tujuh berkesesuaian dengan jumlah jenis uap sampel yang diujikan, ditunjukkan pada Gambar 5.

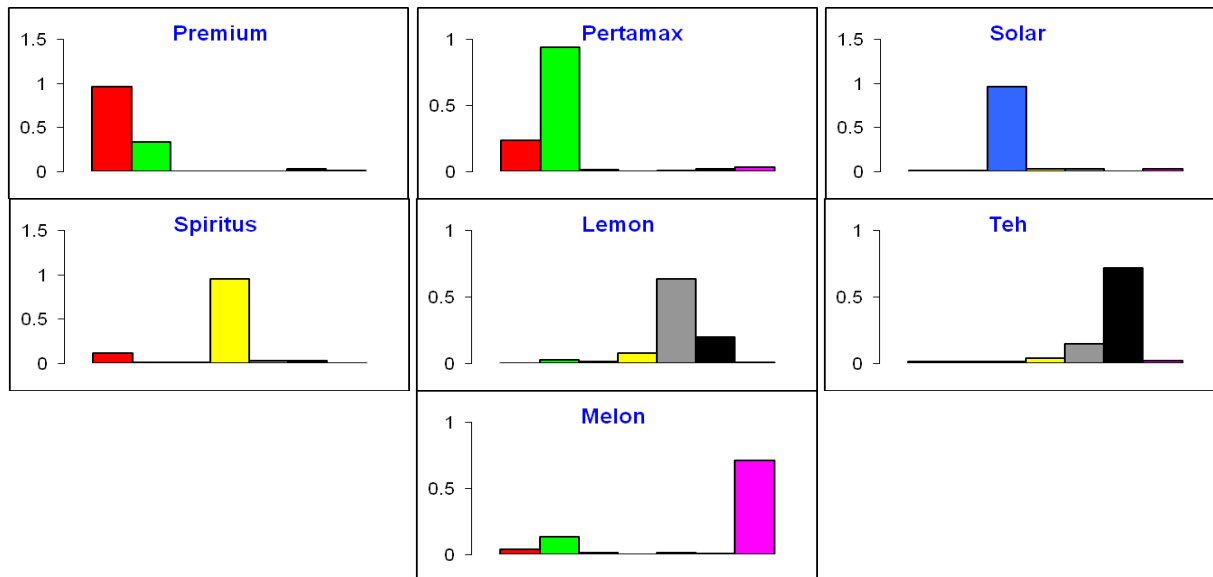


Gambar 5. Sensor QCM yang digabungkan dengan Neural Network.

Jumlah neuron pada unit tersembunyi adalah dua puluh untuk mempercepat dan memperbaiki konvergensi pada fase pelatihan. Nilai konstanta pembelajaran dan momentum masing-masing adalah 0.01. Pada fasa training, 21 data diinputkan ke Neural Network, yang mana jaringan ini dapat diajari untuk membedakan setiap jenis uap dengan tingkat kesalahan 0.1 % yang memerlukan 21.446 epoch, ditunjukkan pada Gambar 6. Pada fasa running, 21 data yang lain diinputkan ke Neural Network, yang mana jaringan ini dapat mengenali semua jenis uap yang diujikan dengan tingkat identifikasi sebesar 80,9 %. Nilai aktivasi neuron output ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 6. Profil kesalahan pada fasa pelatihan Neural Network.



Gambar 7. Nilai aktivasi neuron output Neural Network pada fasa running.

4. Kesimpulan

Pada penelitian ini telah dilakukan implementasi devais resonator QCM sebagai sensor pada sistim kromatografi gas. Perbedaan tingkat kepolaran senyawa menyebabkan tingkat koefisien partisi yang berbeda yang dapat menghasilkan pola perubahan frekuensi yang khas untuk setiap jenis uap yang diujikan. Neural Network dapat dilatih untuk mengenali tujuh jenis uap sampel yang diujikan dengan tingkat kebenaran 80,9 %.

Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini didukung sepenuhnya dengan dana Science And Technology Research Grant - Indonesia Toray Science Foundation (ITSF) 2008.

Daftar Pustaka

- [1] G.A.Eiceman, "Instrumentation of Gas Chromatography", *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, pp. 10671–10679, 2000.
- [2] S.Y. Kwon, B.I. Choi, J.C. Kim and H.S. Nham, "A Highly Stable Quartz Crystal Microbalance Sensor and Its Application to Water Vapor Measurements", *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 48, No. 1, pp. 161-165, 2006.
- [3] "Specification of Stationary Phase", *Shinwa Chemical Industries, Ltd.*, 2007.
- [4] G.A. Eiceman, "Gas Chromatography", *Anal. Chem.* 78, pp. 3985-3996, 2006
- [5] "Material Safety Data Sheet", *PT. Pertamina (Persero)*, 2007.
- [6] "Material Safety Data Sheet Methylated Spirits", Trojan Hospitality PTY Limited, 2004.
- [7] R.G. Osuna. "Olfactory Interaction", *Encyclopedia of Human-Computer Interaction*, W. S. Bainbridge (Ed.), Berkshire Publishing, pp. 507-511, 2004.
- [8] A. Bermak, S.B. Belhouari, M. Shi1, D. Martinez, "Pattern Recognition Techniques for Odor Discrimination in Gas Sensor Array", *Encyclopedia of Sensors*, Vol. X, pp.1-17, 2006.
- [9] M Rivai, "Identifikasi Jenis Uap Bahan Bakar Menggunakan Sensor Quartz Crystal Microbalance" *Industrial Electronics Seminar (IES)*, hal. A34 – A39, 2008.