

**LAPORAN AKHIR TAHUN
PENELITIAN KERJASAMA LUAR NEGERI DASAR
(PKLN)**



FIBRE OPTIC SENSOR FOR FOOD SAFETY APPLICATIONS

TAHUN KE – 1 DARI RENCANA 2 TAHUN

Prof. Dr. MOH. YASIN, M.Si.

0003126704

ANDI HAMIM ZAIDAN, M.Si., Ph.D.

0022048302

DIBIYAI OLEH:

**DIREKTORAT RISET DAN PENGABDIAN MASYARAKAT
DIREKTORAT JENDERAL PENGUATAN RISET DAN PENGEMBANGAN
KEMENTERIAN RISET, TEKNOLOGI, DAN PENDIDIKAN TINGGI
SESUAI DENGAN PERJANJIAN PENDANAAN PENELITIAN DAN PENGABDIAN
KEPADA MASYARAKAT
NOMOR: 122/SP2H/PTNBH/DRPM/2018**

**UNIVERSITAS AIRLANGGA
NOVEMBER 2018**

**LAPORAN AKHIR TAHUN
PENELITIAN KERJASAMA LUAR NEGERI DASAR
(PKLN)**



kkc
kk
LP 32/19
Yas
f

FIBRE OPTIC SENSOR FOR FOOD SAFETY APPLICATIONS

TAHUN KE - 1 DARI RENCANA 2 TAHUN

Prof. Dr. MOH. YASIN, M.Si. 0003126704
ANDI HAMIM ZAIDAN, M.Si., Ph.D. 0022048302

**DIBIYAI OLEH:
DIREKTORAT RISET DAN PENGABDIAN MASYARAKAT
DIREKTORAT JENDERAL PENGUATAN RISET DAN PENGEMBANGAN
KEMENTERIAN RISET, TEKNOLOGI, DAN PENDIDIKAN TINGGI
SESUAI DENGAN PERJANJIAN PENDANAAN PENELITIAN DAN PENGABDIAN
KEPADA MASYARAKAT
NOMOR: 122/SP2H/PTNBH/DRPM/2018**

**UNIVERSITAS AIRLANGGA
NOVEMBER 2018**

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Fibre Optic Sensor for Food Safety Applications

Peneliti/Pelaksana
Nama Lengkap : Dr. Drs MOH YASIN, M.Si
Perguruan Tinggi : Universitas Airlangga
NIDN : 0003126704
 Jabatan Fungsional : Guru Besar
Program Studi : Fisika
Nomor HP : 081330317792
Alamat surel (e-mail) : yasin@fst.unair.ac.id

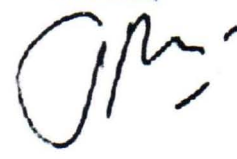
Anggota (1)


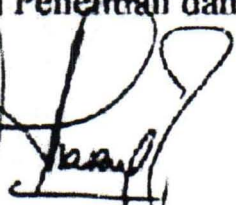
Nama Lengkap : ANDI HAMIM ZAIDAN S.Si, M.Si, Ph.D
NIDN : 0022048302
Perguruan Tinggi : Universitas Airlangga
Institusi Mitra (jika ada) : Aston University
Nama Institusi Mitra : Aston Express Way, Birmingham B4 7ET, UK
Alamat : Aston Express Way, Birmingham B4 7ET, UK
Penanggung Jawab : Professor Sergei K. Turitsyn
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 1 dari rencana 2 tahun
Biaya Tahun Berjalan : Rp 225,000,000
Biaya Keseluruhan : Rp 450,000,000




Mengetahui,
Dekan FST Universitas Airlangga

(Prof. Win Darmanto, M.Si., Ph.D.)
NIP/NIK 19610616198701001

Kota Surabaya, 8 - 11 - 2018
Ketua,

(Dr. Drs MOH YASIN, M.Si)
NIP/NIK 196703121991021001

Menyetujui,
Ketua Lembaga Penelitian dan Inovasi


(Prof. Drs Hery Purnobasuki, M.Si., Ph.D.)
NIP/NIK 196705071991021001

Ringkasan/ Summary

Food contamination (intentional or unintentional) can occur at any stage of the food supply chain from the primary producer and manufacturers through the food services outlet to the end user. The critical challenges for efficient food safety control are: fast detection, contamination range and detection cost. Although the technology developed in this project will have a broad impact on many areas of the food industry, our main focus here is on a specific problem which is vitally important for developing countries – formalin contamination in food. Though strictly forbidden in developed countries, formalin, a chemical used to stop dead bodies from rotting, is often used illegally by dishonest traders in developing countries (and is a major problem in Indonesia). The formalin is used to preserve food, such as fish, fruit, tofu and noodles, to keep them fresh or look more attractive for longer. This has become a serious issue of food safety, as formalin is poisonous, causes vomiting, diarrhoea and urine mixed with blood, even leading to death. In addition, long term of exposure to formalin can cause cancer. The current detection methods are mostly based on the use of Chromotropic acid and Hehner-Fulton tests which are time-consuming and insensitive. Hence a sensitive, low cost detector is urgently needed.

In this progress report, we have successfully investigated the use of a whispering gallery mode (WGM) optical micro-bottle resonator (MBR) for liquid formaldehyde (CH_2O) sensing. The MBR was fabricated via the “soften-and-compress” method to create a bulge (bottle) structure with a bottle diameter of 190 μm . The MBR was optically excited by using a non-adiabatic 2 μm optical microfiber and was found to have a Q-factor of $>10^5$. The MBR was then employed to measure formaldehyde concentration within 1–5% range and the performance was compared with a bare microfiber. The MBR sensor was found to have a sensitivity of 4.397 dB/% with 90% linearity which were superior to the bare microfiber. The MBR sensor was also found to have good repeatability and stability over a period of 60 min. This indicates that MBR sensor has a great potential to be employed as a low cost formaldehyde liquid sensor.



KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan puji syukur alhamdulillah kepada Allah S.W.T., laporan akhir Penelitian Kerjasama Luar Negeri (PKLN) untuk tahun pertama (2018) ini telah berhasil diselesaikan. Laporan akhir ini merupakan laporan yang berisi tentang hasil-hasil kegiatan dan luaran yang telah diperoleh pada bulan November 2018 sejak kontrak penelitian ini ditandatangani.

Hasil yang telah dicapai pada tahun pertama ini berupa sistem sensor optik berbasis microbottle resonator (MBR) yang mendeteksi konsentrasi larutan formaldehyde 1-5% dengan sensitivitas 4,4 dBm/%. Dengan selesainya laporan akhir tahun pertama ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada Rektor Universitas Airlangga, Ketua LPI Universitas Airlangga dan Dekan Fakultas Sains dan Teknologi atas dana yang telah diberikan sehingga penelitian ini dapat diselesaikan dengan baik. Semoga laporan kemajuan ini bisa bermanfaat bagi para pembaca.

Surabaya, November 2018.

Penulis.

DAFTAR ISI

	Halaman
Halaman Sampul	-
Halaman Pengesahan	i
Summary/Ringkasan	ii
Prakata	iii
Daftar ISI	iv
Daftar Tabel	-
Daftar Gambar	-
BAB 1. Pendahuluan	1
BAB 2. Tinjauan Pustaka	4
BAB 3. Tujuan dan Manfaat Penelitian	14
BAB 4. Metode Penelitian	15
BAB 5. Hasil dan Luaran yang Dicapai	21
BAB 6. Rencana Tahapan Selanjutnya	25
BAB 7. Kesimpulan dan Saran	26
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN:	
• Artikel Ilmiah (Published)	



BAB 1 PENDAHULUAN



1.1. Latar Belakang Penelitian

Informasi tentang kekurangan keamanan pangan (food safety) di dalam rantai penyediaan bahan pangan di dalam negara berkembang merupakan masalah yang serius. Pangan yang tidak aman telah menyebabkan angka kematian sekira 700.000 penduduk di negara Asia-Pasifik pada tahun 2008 sebagaimana telah dilaporkan oleh WHO. Di Indonesia, pada tahun 2010 terdapat kasus pangan yang tidak aman telah menyebabkan penyakit sampai pada angka 5808 dengan 36 telah menyebabkan kematian. Sekitar 15% kasus yang telah dilaporkan disebabkan oleh penambahan bahan kimia di dalam makanan secara ilegal terutama oleh formalin. Dengan demikian, topik penelitian ini merupakan hal yang sangat penting dan krusial.

Formalin merupakan bahan beracun berbahaya. Efek formalin di dalam makanan sangat berbahaya terhadap manusia karena pada dosis yang kecil sekalipun formalin dapat membunuh sel manusia dan memiliki efek merusak pada kesehatan manusia. Umumnya, formalin dideteksi dengan cara proses kimia dan deteksi perubahan warna pada kertas, namun metode ini memerlukan waktu yang lama dan tidak dapat deteksi formalin dalam dosis rendah. Dengan demikian teknik ini tidak praktis untuk deteksi formalin di dalam produsen makanan yang biasanya menggunakan dosis yang rendah. Sensor Serat Optik (SSO) memberikan solusi alternatif untuk deteksi formalin dalam konsentrasi rendah dengan akurasi tinggi dan proses yang cepat.

Banyak teknik deteksi konsentrasi formaldehida telah dipublikasikan di dalam berbagai jurnal, termasuk uji Schiff [1], deteksi spektrofotometri [2], metode fluorimetri [3,4], metode kolorimetri [5,6], kromatografi gas - spektrometri massa (GC-MS) [7,8], kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) [9,10], spektroskopi inframerah [11,12], reaksi enzimatik [13,14], metode mikofluida [15-21], dan metode sensor konduktor [22-23]. Namun, sementara semua metode ini memberikan pendekatan yang berguna untuk mengukur konsentrasi CH_2O , mereka memiliki sejumlah kelemahan praktis. Sebagai contoh, metode kolorimetrik relatif lambat dan hanya memiliki sensitivitas yang terbatas, sedangkan teknik GC-MS dan HPLC memiliki spesifisitas yang buruk dan mudah diganggu oleh zat karbonil, seperti

asetaldehid dan aseton. Metode fluorimetrik bersifat spesifik, tidak merusak, kuantitatif, dan memungkinkan deteksi terus menerus. Namun, mereka memerlukan instrumentasi yang besar, rumit dan mahal, dan karena itu penggunaannya hanya terbatas untuk aplikasi rutin. Secara umum, metode makroskopis seperti yang dijelaskan di atas memerlukan sampel besar/volume reagen, waktu persiapan sampel yang panjang, dan waktu deteksi yang panjang. Selanjutnya, kebanyakan sistem bench top hanya bisa melakukan deteksi sampel tunggal per tes.

Di dalam laporan penelitian kerjasama luar negeri (PKLN) pada tahun pertama (2018) ini, telah dikembangkan penelitian deteksi formalin dengan menggunakan Sensor Serat Optik (SSO). SSO ini mempunyai banyak keunggulan dibandingkan metode konvensional lain, seperti ringan, ukuran kecil, pasif, atenuasi rendah, kebal terhadap gangguan elektromagnetik (EMI), bandwidth yang lebar dan dapat diterapkan di dalam lingkungan yang sulit dijangkau dan berbahaya. Di dalam metode deteksi SSO ini meliputi MBR (Micro-bottle resonator), probe fiber bundel dan coupler, transmisi (beam through), silica optical microfiber coated with graphene dan multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) coated silica microfiber sensor. Di dalam laporan akhir penelitian PKLN tahu pertama ini, telah dilakukan penelitian deteksi sampel larutan formaldehyde standard (p.a) berbasis metode MBR. Variasi konsentrasi formalin dibuat antara 1-5% dengan step perubahan konsentrasi sebesar 1%.

1.2. Rumusan Masalah

Dengan mengacu pada latar belakang permasalahan, maka dapat disusun permasalahan penelitian sebagai berikut,

1. Bagaimanakah setup eksperimen sensor serat optik menggunakan MBR, untuk deteksi larutan formalin ?
2. Berapakah kinerja sensor serat optik menggunakan MBR untuk deteksi larutan formalin ?

1.3. Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian ini adalah:

- a. Sampel larutan formalin yang digunakan dan deteksi adalah larutan formadehyde standard (p.a) dengan variasi konsentrasi 1-5%.
- b. Sumber cahaya yang digunakan sebagai komponen sensor serat optik adalah

laser gas He-Ne dan laser semikonduktor dengan daya luaran maksimum 10 mW serta TLS (Tunable Laser Source).



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Pengukuran pergeseran tak-menyesentuh (non-contact) ketelitian tinggi adalah kunci mikro atau nano-teknologi. Sensor pergeseran serat optik menawarkan banyak keuntungan dalam pemanfaatannya dibandingkan dengan sensor konvensional yang lain (Dakin & Chulsaw, 1988; Buchade & Shaligram, 2006) seperti: non-elektrik, tahan ledakan, tak-menyesentuh, dapat dikendalikan dari jarak jauh, ukuran dan berat kecil, mudah diakses, mudah diinstal, bebas terhadap interferensi gelombang elektromagnetik dan gelombang radio, daya tahan dan ketelitian tinggi, dapat dihubungkan dengan sistem komunikasi data, transmisi datanya aman dan kebal terhadap radiasi ionisasi. Berbagai besaran fisis dapat dideteksi secara optis oleh serat optik, seperti: intensitas cahaya, pergeseran, posisi, suhu, tekanan, putaran, suara, regangan (strain), medan magnetik, medan listrik, radiasi, aliran, tingkat ketinggian (level) cairan, getaran dan analisis kimia, seperti sensor pH (Krohn, 2000).

Teknik serapan untuk deteksi magnesium telah dikembangkan oleh Malcik et al. (2005) dengan menggunakan serat optik dan lensa bola. Ragam pantulan telah digunakan untuk menaikkan sensitivitas pada serapan panjang gelombang 668 nm. Tetapi metode ini mempunyai kendala dalam aplikasi klinis karena interferensi tidak dapat teramati. Kemudian Mei-Lin Ho et al. (2014) telah mengembangkan metode deteksi glukosa berbasis peristiwa fosforesensi. Sensor dibangun dengan menggunakan bahan crystalline iridium (III) yang didoping dalam polimer. Metode ini mampu mendeteksi glucose dalam sampel nyata (urin). Tetapi metode tersebut sangat kompleks dan rumit.

Ada tiga metode deteksi serat optik sebagai sensor, yaitu: berbasis modulasi fase, panjang gelombang dan intensitas. Pertama, sensor yang berbasis modulasi-fase adalah membandingkan fase cahaya antara berkas cahaya penguji (probe) dan berkas cahaya dalam serat optik acuan (reference) di piranti interferometri laser. Beda fase dapat diukur dengan sangat peka, namun memerlukan piranti yang lebih kompleks dan relatif mahal. Piranti interferometri laser yang bekerja atas dasar pencacahan rumbai (fringe) mempunyai stabilitas dan resolusi yang tinggi, tetapi ketelitiannya tidak lebih dari seperempat panjang gelombang cahaya yang digunakan. Kedua, sensor optik berbasis modulasi-panjang gelombang memerlukan FBG (Fiber Bragg Grating) sebagai pengindera (sensing) untuk melakukan transformasi langsung besaran fisis yang diindera kedalam pergeseran panjang gelombang. Penggunaan sensor FBG ini memerlukan peralatan yang khusus dan mahal, seperti Optical Spectrum Analyzer (OSA) yang digunakan untuk mendeteksi perubahan panjang gelombang

atau demodulator untuk mengkonversi perubahan panjang gelombang kedalam perubahan daya atau arus. Beberapa penelitian tentang sensor FBG telah dilakukan dengan menggunakan sumber cahaya laser tertala (Chan et al., 2006) atau menggunakan gabungan sumber cahaya pita-lebar (broadband) dan filter tertala Fabry-Perot (Kersey et al., 1993). Metode ini memerlukan peralatan yang sangat mahal dan kecepatan pengukurannya dibatasi oleh kecepatan penyapuan (scanning) penalaan filter atau penalaan laser. Selain itu, metode ini juga memerlukan manipulasi data lanjutan (algoritma pencarian puncak) untuk menentukan pergeseran panjang gelombang (Jun Hong et al., 2007). Dan yang ketiga adalah sensor optik berbasis modulasi intensitas, metode ini adalah metode yang paling sederhana tetapi mempunyai ketelitian pengukurannya sangat tinggi (Huimin Cao et al., 2007; Golnabi dan Azimi, 2008). Sensor serat optik berbasis modulasi intensitas ini mempunyai keunggulan dibanding dua metode optik yang lain, yaitu: disain sederhana, biaya relatif murah dan ukuran dan beratnya kecil serta interpretasi sinyal luaran sensor sangat mudah. Metode ini tidak hanya digunakan sebagai metode deteksi dalam sistem sensor pergeseran saja, tetapi dapat juga digunakan sebagai piranti transduser sekunder untuk pengukuran sifat fisis yang berhubungan dengan pergeseran, seperti suhu (Zhao et al., 2003), tekanan (Park et al., 1999) dan suara (He dan Cuomo, 1991).

Dalam beberapa tahun terakhir, berbagai penelitian yang mengkaji tentang sensor serat optik untuk pengukuran pergeseran telah dipublikasikan dalam jurnal internasional (Faria, 1998; Yasin et al., 2007; Yasin et al., 2008; Yasin et al., 2009; Yasin et al., 2010; Harun et al., 2010; Harun et al., 2011; Golnabi & Azimi, 2008). Penelitian tersebut bertujuan untuk merancang sensor serat optik berkualitas tinggi secara sederhana, sensitivitas dan resolusi tinggi serta jangkauan dinamis yang panjang dengan biaya yang relatif murah.

Di dalam desain sensor serat optik sekarang ini, banyak penelitian difokuskan pada ukuran dan berat probe serat optik. Dari desain sensor yang telah dipublikasi, meskipun ukuran probe kecil dan ringan, tetapi dapat digunakan untuk pengukuran non-kontak lokal dan jarak jauh yang diperlukan dalam banyak aplikasi untuk daerah berbahaya. Beberapa penelitian sensor pergeseran telah difokuskan pada kinerja sensor yaitu resolusi tinggi, sementara yang lain telah difokuskan pada jangkauan dinamis yang panjang.

2.1. Sensor Serat Optik dengan Probe Serat Optik Bundel

Penelitian tentang analisis teori sensor pergeseran berbasis modulasi intensitas dengan menggunakan serat optik bundel telah dilakukan oleh Faria (1998) untuk probe dengan bentuk susunan pasangan (pair) yang terdiri dari sebuah serat optik pemancar dan penerima dengan diameter teras (core) yang sama. Dari hasil penurunan matematis yang dilakukan oleh Faria, diperoleh persamaan matematis daya luaran ternormalisasi sebagai berikut,

$$P_N = \frac{8}{\zeta^2} \exp\left(1 - \frac{8}{\zeta^2}\right) \quad \dots (1)$$

dengan,

$$\zeta = \frac{z}{z_a} = 1 + \frac{2h}{z_a} = 1 + 2h_N$$

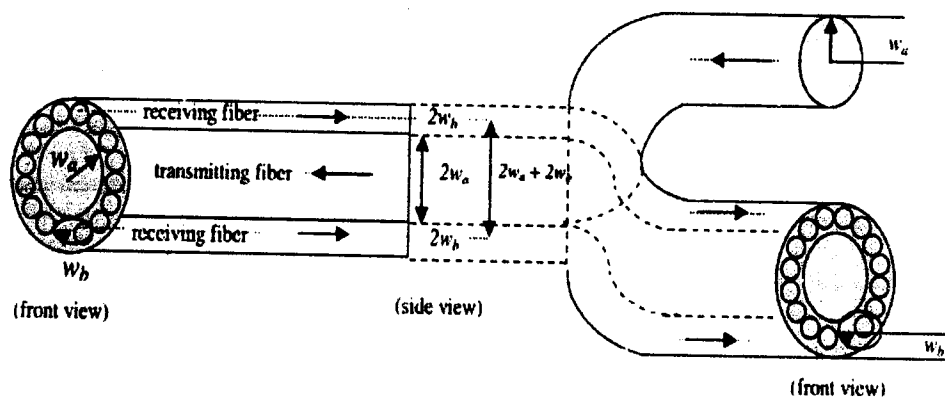
Sensitivitas sensor dapat dihitung dengan mendiferensialkan P_N terhadap h_N , yaitu,

$$S = \frac{\partial P_N}{\partial h_N} \quad \dots (2)$$

Sehingga diperoleh sensitivitas dengan persamaan matematis (Faria, 1998)

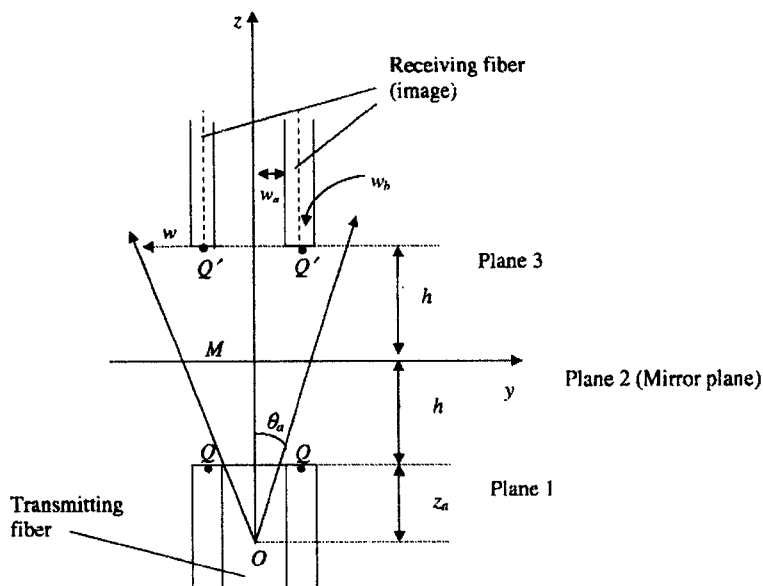
$$S = 2 \frac{\partial}{\partial \zeta} P_N = \frac{4}{\zeta} \left(\frac{8}{\zeta^2} - 1 \right) P_N(\zeta) \quad \dots (3)$$

Sedangkan analisis teori tentang sensor pergeseran berbasis modulasi intensitas dengan menggunakan probe serat optik bundel jenis plastik dengan susunan konsentris yang terdiri atas 16 buah serat penerima telah dilakukan oleh Yasin et al. (2007). Probe serat optik bundle jenis konsentris ditunjukkan oleh Gambar 2.1. Probe serat tersebut terdiri dari sebuah serat pemancar yang dikelilingi oleh serat penerima. Perambatan sumber cahaya yang keluar dari serat pemancar dan ditangkap oleh serat penerima ditunjukkan oleh Gambar 2.2.



Gambar 2.1. Tampang sisi depan dan samping sebuah serat optik pemancar dan 16 buah penerima pada probe serat optik bundel (Yasin et al., 2009).

Dalam analisis perhitungan, penentuan berkas kerucut cahaya (light cone) yang keluar dari serat pemancar pada bidang 1 (plane 1) diperpanjang melewati bidang cermin pada bidang 2 (plane 2) seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.2. Posisi bayangan ujung serat penerima di bidang 3 (plane 3) dianalisis untuk menentukan sejumlah berkas cahaya yang ditangkap oleh serat penerima. Sumbu z menyatakan arah kerucut cahaya yang dipancarkan di titik O dan diperpanjang sehingga melewati bidang cermin.



Gambar 2.2. Berkas cahaya yang keluar dari serat pemancar dan ditangkap oleh serat penerima sebagai serat bayangan (mage fiber) yang melewati bidang cermin (mirror plane).

Koordinat di titik pusat di bidang permukaan serat penerima O ' dinyatakan oleh,

$$Q' \begin{cases} y = \frac{5}{4} w_a \\ z = z_a + 2h \end{cases} \dots (4)$$

dengan $w_a = 4w_b$ dan h adalah pergeseran obyek yang akan diukur. Pendekatan teori berbasis teori gelombang elektromagnetik berkas Gaussian paraksial digunakan untuk menurunkan fungsi transfer yaitu antara variable terikat (daya luaran sensor) yang diterima oleh serat optik penerima. Pendekatan ini menggambarkan berkas cahaya yang keluar dari serat bundelpemancar sebagai berkas paraksial dengan profil Gaussian. Intensitas yang dipancarkan oleh serat pemancar adalah,

$$I(r, z) = \frac{2P_E}{\pi w^2(z)} \exp\left(-\frac{2r^2}{w^2(z)}\right) \dots (5)$$

dengan r adalah koordinat radial dan z adalah koordinat longitudinal dan jari-jari $w(z) = w_0 \sqrt{1 + (z/z_R)^2}$ menyatakan lebar berkas yang bergantung pada sumbu- z . Besaran w_0 and z_R berturut-turut menyatakan jari-jari pinggang (waist radius) dan jangkauan Rayleigh dengan hubungan (untuk pendekatan sudut θ kecil),

$$\pi w_0^2 = \lambda z_R \quad \dots (6)$$

dalam kasus untuk daerah (zone) medan jauh ($z \gg z_R$), sudut sebaran berkas dinyatakan oleh,

$$\theta_a \approx \tan \theta_a = \frac{w(z)}{z} = \frac{w_0}{z_R} = \frac{\lambda}{\pi w_0} \quad \dots (7)$$

Sehingga intensitas cahaya dapat disederhanakan menjadi,

$$I(r, z) = \frac{2P_E}{z^2 \pi \theta_a^2} \exp\left(-\frac{2r^2}{\theta_a^2 z^2}\right) \quad \dots (8)$$

Daya optik yang ditangkap oleh serat penerima dapat ditentukan dengan mengintegrasikan $I(r, z)$ di seluruh permukaan serat penerima dan diperoleh,

$$P(z) = \int_{S_a} I(r, z) dS. \quad \dots (9)$$

dengan asumsi $I(r, z)$ bernilai tetap di seluruh permukaan serat penerima dengan luas pemancar dan penerima, $S_a = \pi w_a^2$, $S_b = \pi w_b^2 = \frac{1}{16} \pi w_a^2$ dan mempunyai nilai yang sama di pusat serat penerima (titik Q') dengan $r = \frac{5}{4} w_a \approx \frac{5}{4} \theta_a z_a$, sehingga diperoleh daya luaran,

$$P = IS_a = \frac{2P_E}{\zeta^2} \exp\left(-\frac{25}{8\zeta^2}\right) \quad \dots (10)$$

dengan ζ yang dinyatakan oleh persamaan berikut,

$$\zeta = \frac{z}{z_a} = 1 + \frac{2h}{z_a} = 1 + 2h_N \quad \dots (11)$$

dan h_N adalah jarak (pergeseran) ternormalisasi. Dengan menghitung $dP/d\zeta = 0$, daya yang diterima akan mencapai maksimum pada, $P_{\max} = 16P_E / (25e)$ ketika nilai $\zeta = \sqrt{25/8}$ (yaitu $h_N = 0.4$). Dengan meninjau hal tersebut, daya luaran sensor serat optik ternormalisasi ($P_N = P / P_{\max}$) dapat diperoleh sebagai berikut,

$$P_N = \frac{25}{8\zeta^2} \exp\left(1 - \frac{25}{8\zeta^2}\right) \quad \dots (12)$$

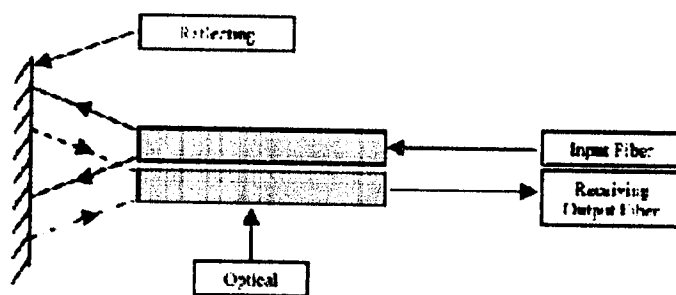
Sensitivitas sensor dapat ditentukan dengan mendiferensialkan P_N terhadap h_N dan diperoleh (Yasin et al., 2009),

$$S = 2 \frac{\partial}{\partial \zeta} P_N = \frac{1}{\zeta} \left(\frac{8}{\zeta^2} - 1 \right) P_N(\zeta) \quad \dots (13)$$

Persamaan sensitivitas sensor pergeseran dengan menggunakan 1 buah serat penerima dengan susunan pasangan telah ditunjukkan oleh persamaan (3) adalah hasil yang telah diturunkan oleh Faria (1998), sedangkan sensitivitas sensor pergeseran telah berhasil diturunkan oleh Yasin et al. (2009) dengan menggunakan 16 buah serat penerima dengan susunan konsentris (persamaan 13). Kedua hasil teori tersebut telah berhasil diuji secara eksperimen dengan menggunakan jenis serat optik plastik (Yasin et al., 2008; Yasin et al., 2009). Hasil uji eksperimen menunjukkan bahwa serat optik dengan 16 buah serat penerima menunjukkan kinerja yang lebih baik dibandingkan dengan sensor pergeseran dengan sebuah serat penerima (Yasin et al., 2010).

2.2. Sensor Serat Optik dengan Probe Coupler

Sensor serat optik berbasis modulasi intensitas menggunakan serat optik coupler sebagai probe elemen sensing ditunjukkan oleh Gambar 2.3. Berkas cahaya masuk kedalam port 1 serat optik coupler kemudian dirambatkan sepanjang serat optik dan sampai pada ujung serat optik (port 2 dan 3). Ujung port 3 dihubungkan pada obyek dan kemudian dipantulkan kembali oleh obyek melalui serat optik yang sama dan selanjutnya oleh detektor optik pada ujung serat optik coupler pada port 4. Sementara ujung port 2 tidak digunakan sebagai elemen sensing.



Gambar 2.3. Fiber coupler probe sebagai elemen sensing.

Prinsip kerja sensor ini menggunakan basis sensor pergeseran dengan hubungan antara luaran sensor (dalam bentuk daya/tegangan luaran optik) sebagai fungsi pergeseran obyek

(cermin datar) ditunjukkan oleh persamaan matematis sebagai berikut (Samian et al., 2014),

$$\frac{P_i}{P_0} = \frac{d^2}{(2x \tan \theta)^2} \quad \dots (14)$$

dengan P_0 adalah daya luaran, P_i adalah daya pantulan, d adalah diameter core serat optik dan x adalah pergeseran dan $\theta = \sin^{-1}(NA)$ dengan NA adalah aperture numeric.

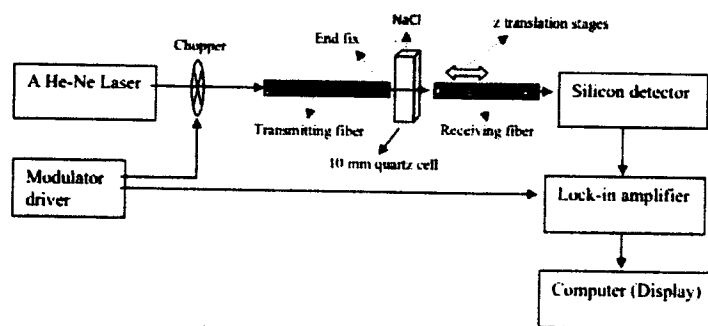
2.3. Sensor Serat Optik Berbasis Teknik Transmisi Berkas (Beam Through)

Sensor serat optik berbasis teknik transmisi berkas sumber cahaya laser ditunjukkan oleh Gambar 2.4. Sumber cahaya laser masuk kedalam serat optik pertama (sebagai serat optik pemancar) kemudian diteruskan kedalam sampel (yang diletakkan dalam kuvet) dan berkas ditangkap oleh serat optik kedua (sebagai serat optik penerima). Serat optik pemancar dan

penerima diletakkan dalam posisi lurus dengan sumbu transmisi yang berimpit. Prinsip kerja sensor ini berdasarkan sensor pergeseran yaitu perubahan posisi kedua ujung serat optik pemancar dan penerima, secara matematis dapat ditulis sebagai berikut,

$$\eta = 1 - \frac{z}{a} \frac{2}{\arcsin(NA)^2} \left[\arcsin(NA) - NA \sqrt{1 - (NA)^2} \right], \quad \text{for } \frac{z}{a} \ll 1 \quad \dots (15)$$

dengan η , z , a dan NA berturut-turut adalah efisiensi kopling serat penerima terhadap serat pemancar, pergeseran sumbu (axial), jari-jari core serat dan numerical aperture (Yasin et al., 2009).



Gambar 2.4. Sensor serat optik dengan teknik serat transmisi

Jika di dalam kuvet diisikan konsentrasi larutan bahan kimia, maka berkas cahaya yang ditangkap oleh detector optik akan berubah sebagai perubahan konsentrasi atau indeks bias bahan kimia. Perubahan luaran sensor ini disebabkan perubahan sudut sebaran berkas cahaya, jika indeks bias medium semakin besar maka sudut sebaran berkas yang keluar dari

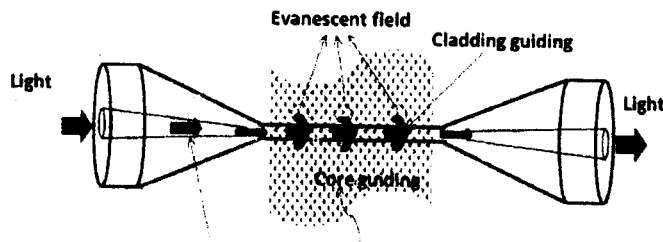
sampel akan semakin kecil sehingga berkas cahaya yang diterima oleh serat penerima semakin besar. Persamaan sudut sebaran berkas cahaya tersebut sebagai fungsi indeks bias sampel dapat ditulis sebagai berikut (Rahman et al., 2013),

$$\beta = \sin^{-1} \left(\frac{\sin \alpha}{n_2} \right) \quad \dots (16)$$

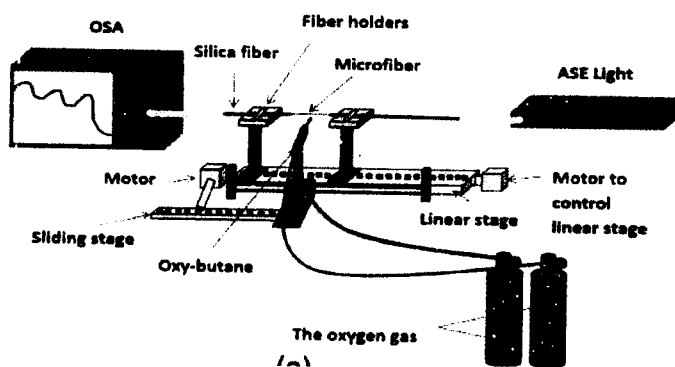
indeks bias sampel berkaitan dengan konsentrasi bahan sampel yang diuji dalam sensor tersebut.

2. 4. Sensor Serat Optik Berbasis Micr-fiber

Sensor serat optik dengan probe berbentuk mikro-fiber ditunjukkan oleh Gambar 2.5. Mikro-fiber dibentuk dengan cara memanaskan dan memberikan regangan kedua ujung serat optik sampai diameternya mengecil dan mencapai orde micrometer. Skema pembuatan micro-fiber ini ditunjukkan oleh Gambar 2.6 (Irawati et al., 2017).



Gambar 2.5. Skema struktur probe microfiber



Gambar 2.6. Skema pembuatan probe microfiber (Irawati et al., 2017).

Prinsip kerja sensor serat optik dengan probe microfiber ini berdasarkan atas distribusi intensitas medan listrik lenyap (evanescent field/ $E(x)$) yang meluruh atau berkurang secara eksponensial terhadap jarak x yang tegak lurus terhadap sumbu transmisi serat optik dan

mengikuti persamaan matematis (persamaan 17) sebagai berikut,

$$E(x) = E_0 \exp\left(\frac{x}{d_p}\right) \quad (17)$$

dengan E_0 adalah intensitas medan listrik cahaya yang datang, d_p adalah kedalaman penembusan (penetration depth) gelombang lenyap. Nilai d_p berkaitan dengan sudut datang cahaya (θ), indeks bias core (n_1) dan indeks bias cladding (n_2) serta panjang gelombang cahaya (λ) yang secara matematis hubungan tersebut dapat ditulis sebagai berikut,

$$d_p = \frac{\lambda}{2\pi \sqrt{n_1^2 \sin^2 \theta - n_2^2}} \quad (18)$$

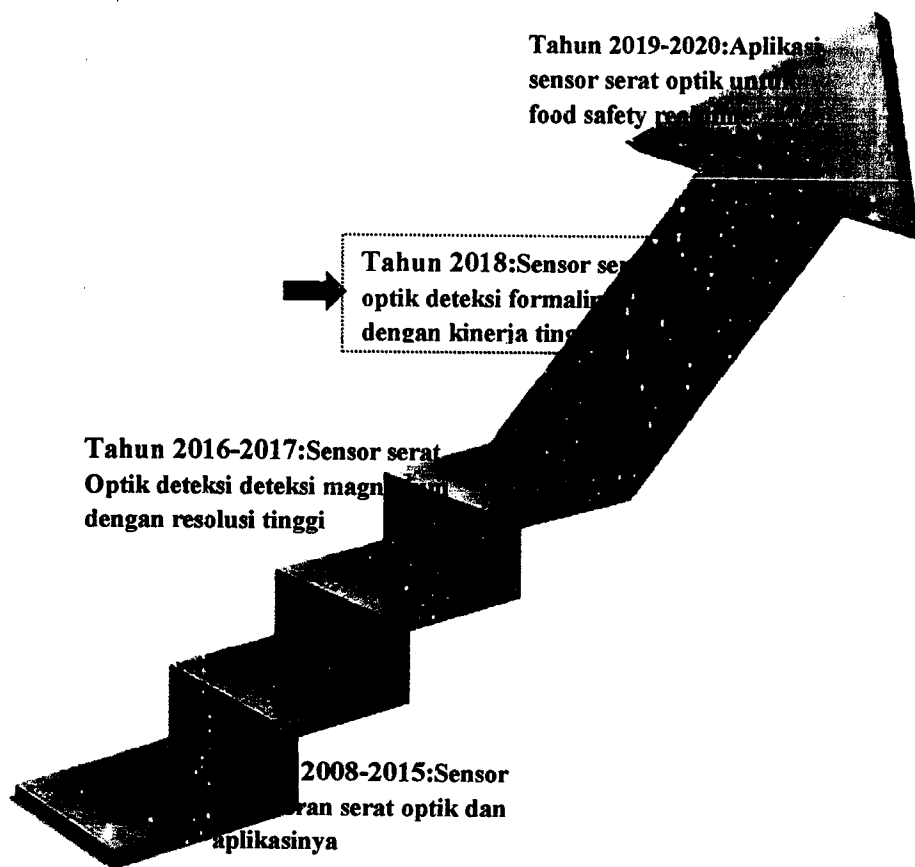
Intensitas berkas cahaya yang ditransmisikan sepanjang micro-fiber memenuhi hubungan matematis sebagai berikut,

$$I_t = I_0 \exp(-\alpha z) \quad (19)$$

dengan I_t dan I_0 adalah intensitas cahaya transmisi dan cahaya yang datang, α adalah koefisien serapan bahan/sampel yang digunakan. Di dalam metode deteksi berbasis micro-fiber ini digunakan 2 (dua) cara, yaitu silica optical microfiber coated with graphene dan multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) coated silica microfiber sensor. Selain metode yang telah dijelaskan di atas, ada 2 metode yang baru dikembangkan, yaitu metode WGM (Whispering Gallery Mode) yang merupakan metode dimana cahaya dapat merambat di dalam permukaan cekung dan substrat kaca dilapisi dengan nanorods ZnO melalui hidrotermal untuk penginderaan uap formaldehida. Di dalam metode WGM ini digunakan teknik MBR (Micro-Bottle Resonator).

2.5. Roadmap (peta jalan) Penelitian

Dengan mengacu RIP dan strategi pencapaian Research Excellent Universitas Airlangga, arah usulan penelitian ini menggunakan tema unggulan yaitu "Inovasi Sains dan Teknologi. Berdasarkan tema tersebut dapat dibuat Road Map penelitian tentang Sensor Serat Optik dan Aplikasinya yang telah dikembangkan oleh Peneliti tahun 2007. Aplikasi sensor serat optik untuk deteksi konsentrasi larutan formalin ini merupakan salah satu bagian dari pengembangan sensor serat optic untuk aplikasi analisis bahan kimia. Roadmap penelitian tentang kinerja dan aplikasi sensor serat optic dirangkum di dalam Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Roadmap penelitian aplikasi sensor serat optik untuk deteksi larutan formalin.

BAB 3

TUJUAN PENELITIAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut,

1. Membuat desain setup eksperimen sensor serat optik menggunakan MBR dan probe fiber bundle untuk deteksi larutan formalin.
2. Menentukan kinerja sensor serat optik menggunakan dan probe fiber bundle untuk deteksi larutan formalin.

3.2. Manfaat Penelitian

Penelitian ini mempunyai manfaat yang sangat besar dalam bidang food safety, yaitu sebagai berikut,

- a. menjamin keamanan distribusi pasokan pangan
- b. dapat mendeteksi konsentrasi formalin sampai pada konsentrasi/dosis rendah, sehingga pangan bebas dari formalin
- c. meningkatkan keseharan masyarakat kerana produk pangan higienis dapat terjamin.

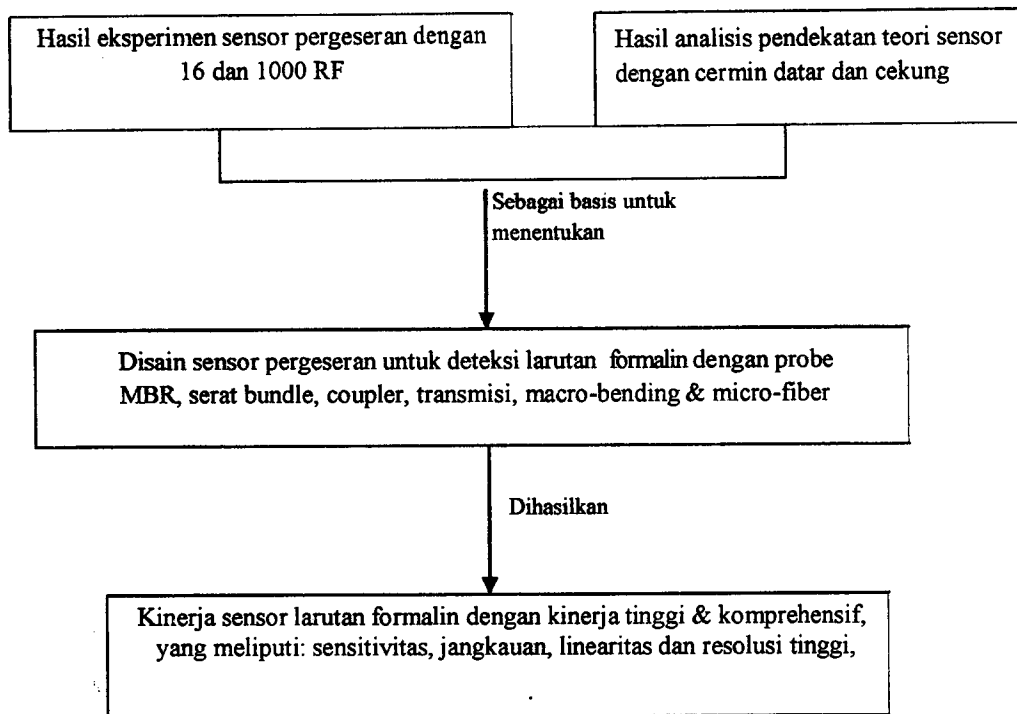


BAB III

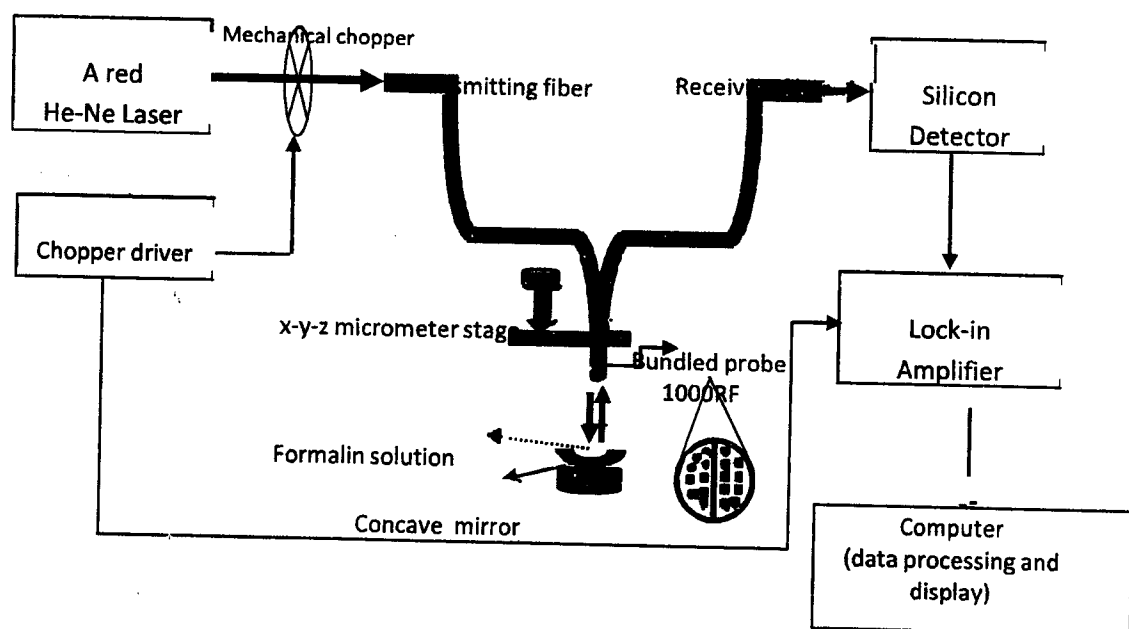
METODE PENELITIAN

Penelitian pengembangan sensor formalin ini diawali dengan pengembangan desain eksperimen sensor pergeseran serat optik. Pendekatan yang digunakan adalah tentang studi peningkatan kinerja sensor pergeseran yang berbasis pada pendekatan teori dan eksperimen. Secara garis besar, diagram alir penelitian ini ditunjukkan oleh Gambar 3.1. Desain eksperimen sensor pergeseran serat optik ditunjukkan oleh Gambar 3.2 dan 3.3.

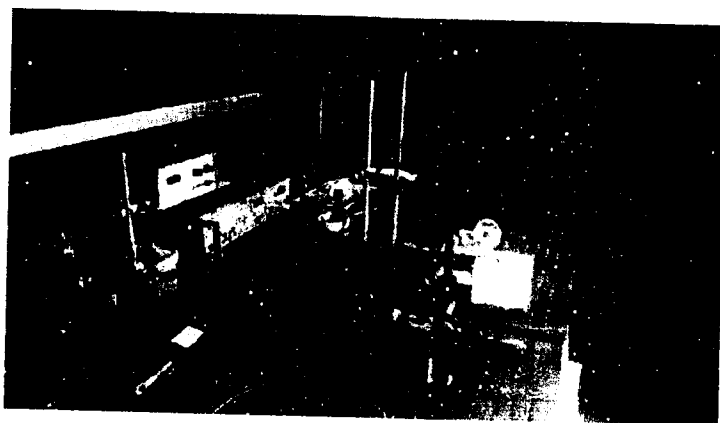
Dari gambar 3.2 dan 3.3 tersebut, sumber cahaya laser diarahkan masuk kedalam serat optik pemancar (TF) dan dipantulkan oleh obyek yang mempunyai permukaan datar/cekung. Berkas pantulan ini akan ditangkap oleh serat optik penerima (RF) yang terdiri dari 16 dan 1000 buah serat optik bahan plastic dan kaca. Daya luaran berkas cahaya ini dikonversi menjadi tegangan luaran (output voltage) oleh detektor optik (silicon) dan dihubungkan ke voltmeter digital/komputer dengan menggunakan port USB.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian sensor serat optik untuk deteksi larutan formalin.



Gambar 3.2. Blok diagram eksperimen sensor pergeseran serat optik dengan probe serat bundle untuk deteksi ion magnesium.



Gambar 3.3. Foto susunan pasangan eksperimen sensor serat optik.

3.1. Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian tentang studi peningkatan kinerja sensor serat optik untuk deteksi larutan formalin berbasis sensor serat optik ini dilakukan dengan mengikuti tahapan penelitian sebagai berikut,

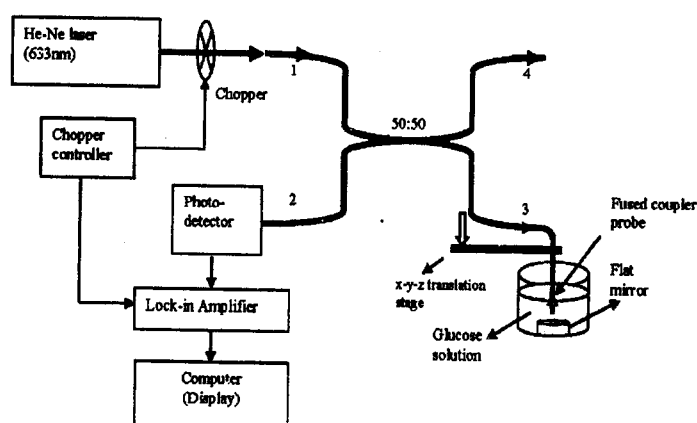
- Menerapkan desain dan model fungsi transfer daya luaran sensor sebagai fungsi pergeseran obyek berbasis pendekatan berkas Gaussian untuk probe 16 dan 1000 buah serat penerima (16 & 1000 RF) dengan susunan probe konsentris.
- Merancang dan membuat desain eksperimen sistem sensor berbasis model hasil pendekatan teori yang telah dibuat, yaitu,

- Desain sistem sumber cahaya dan detektor
- Desain sistem serat optik dan probe serat bundel dengan 16 dan 1000 RF
- Desain mekanik sistem penggeser obyek dengan orde mikro/nanometer
- Desain sistem akuisisi data sensor pergeseran dengan menggunakan port USB

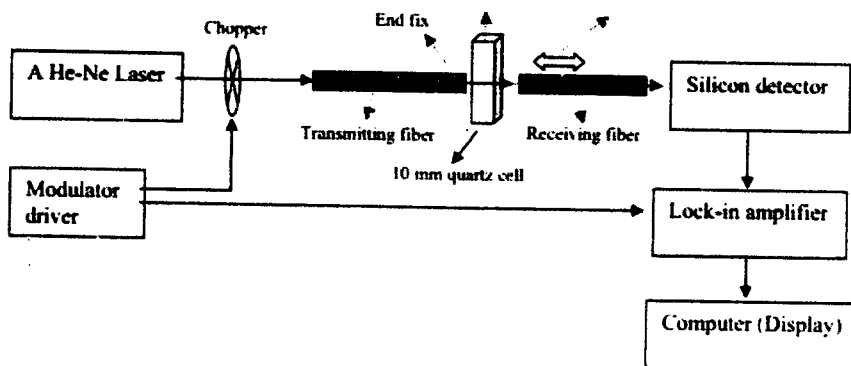
Validasi dengan metode eksperimen ini dapat dijelaskan berdasarkan diagram skematik sistem sensor seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.2. dan Gambar 3.3, dengan tahapan langkah-langkah sebagai berikut:

- a. Memastikan bahwa berkas cahaya masuk ke serat pemancar, kemudian dipantulkan oleh obyek (sampel dan cermin datar/parabola), dan diterima oleh serat penerima,
- b. Berkas cahaya di serat penerima ditangkap oleh detektor silikon (Newport, 818-SL) dan dikonversi kedalam sinyal listrik,
- c. Akuisisi data luaran dilakukan dengan pembacaan tegangan luaran sensor melalui voltmeter digital dan computer dengan menggunakan port USB,
- d. Melakukan pengukuran pergeseran obyek untuk seluruh jangkauan dinamis sensor pergeseran yang telah dirancang dengan step pergeseran 50 μ m dan kemudian ditentukan kinerja sistem sensor,
- e. Setelah semua komponen sistem sensor bekerja dengan baik, akan dilakukan pengujian untuk menentukan hubungan antara luaran sensor (tegangan/daya luaran) terhadap pergeseran obyek (cermin cekung)
- f. Berdasarkan langkah tersebut, akan dilakukan pengulangan untuk berbagai variasi konsentrasi ion magnesium.
- g. Setelah diperoleh profil luaran sensor sebagai fungsi pergeseran untuk berbagai macam konsentrasi ion magnesium (0 – 5%) dengan step 1%, akan ditentukan hubungan antara tegangan luaran puncak sebagai fungsi konsentrasi ion magnesium.
- h. Menentukan pendekatan fungsi fitting antara tegangan puncak sensor sebagai fungsi konsentrasi ion magnesium
- i. Menentukan parameter kinerja sensor yang meliputi (1) sensitivitas (2) jangkauan pengukuran (3) linearitas (4) kesalahan pengukuran dan (5) resolusi atau batas deteksi (limit of detection) (5) selektivitas dan (6) akurasi
- j. Mengulang eksperimen untuk keempat metode yang lain (probe serat optic coupler, metode transmisi serat optic, macro-bending dan taper serta micro-fiber) dengan prinsip kerja yang hampir sama dengan langkah (a) sampai (i).

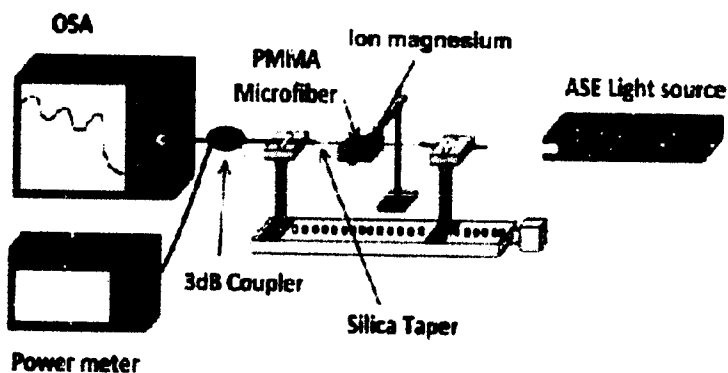
- k. Skema eksperimen untuk pengulangan pengukuran konsentrasi larutan formalin dengan menggunakan probe fiber coupler, metode transmisi serat, micro-fiber berbasis graphene dan MWCNTs berturut-turut ditunjukkan oleh Gambar 3.4, 3.5 dan 3.6. Skema eksperimen sensor dengan metode WGM berbasis MBR ditunjukkan oleh Gambar 3.7. Didalam laporan kemajuan ini yang dilaporkan adalah sensor serat optik berbasis MBR.



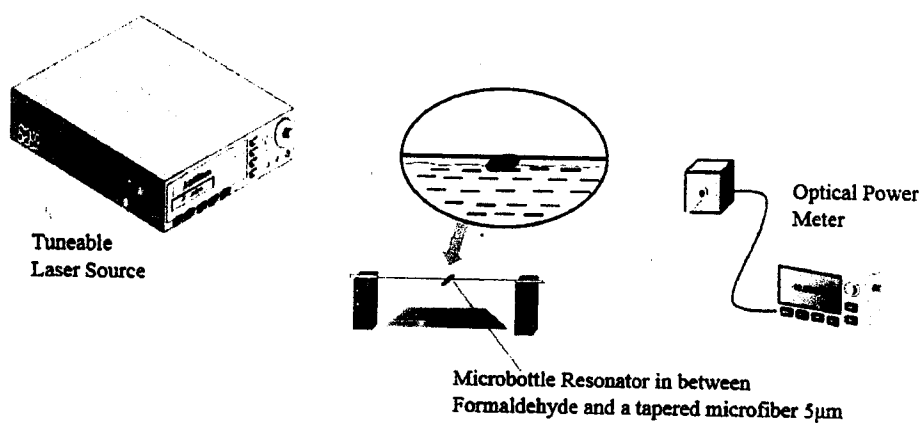
Gambar 3.4. Skema sensor dengan probe serat coupler (fiber coupler probe)



Gambar 3.5. Skema sensor dengan probe serat transmisi (beam through technique)



Gambar 3.6. Skema sensor dengan probe microfiber.



Gambar 3.7. Skema sensor dengan metode WGM dan probe MBR.

3.2. Analisis Data

Di dalam eksperimen sensor serat optic untuk deteksi konsentrasi ion magnesium, dapat dibuat variabel-variabel penelitian sebagai berikut,

- Variabel terikat : Tegangan puncak luaran sensor (dalam satuan mV)
- Variabel bebas : Konsentrasi larutan magnesium (dalam satuan % volume)

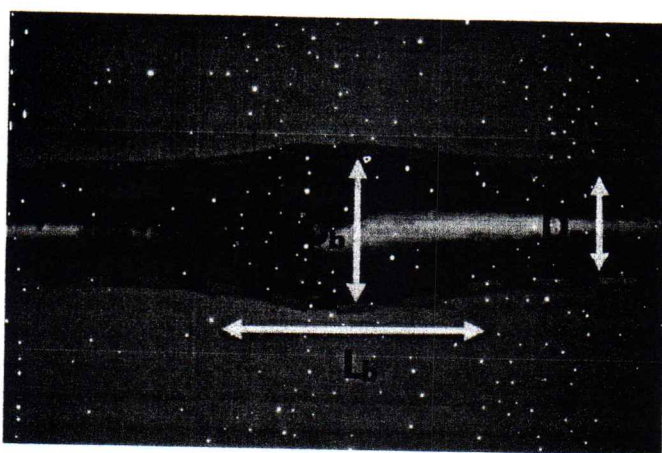
Selanjutnya di dalam uji eksperimen, data yang diperoleh adalah berupa nilai tegangan puncak luaran sensor sebagai fungsi variasi konsentrasi larutan magnesium. Dari fungsi tersebut, akan ditentukan daerah linear depan (front slope) dan daerah linear belakang (back slope) untuk probe serat optic bundel. Uji linearitas daerah slope depan dan slope belakang digunakan uji regresi linear. Bila diperoleh nilai koefisien regresi linear mendekati satu (lebih dari atau 0,90 atau 90%), maka kedua slope tersebut merupakan

pendekatan fungsi linear yang baik, dan daerah tersebut merupakan daerah kerja sensor pergeseran. Kemudian ditentukan nilai tegangan puncak sebagai fungsi konsentrasi larutan magnesium. Dari hasil tersebut, akan diperoleh kinerja sensor pergeseran yang meliputi sensitivitas, jangkauan pengukuran, linearitas, kesalahan pengukuran dan resolusi atau batas deteksi sensor. Di dalam laporan akhir ini, difokuskan pada deteksi formaldehyde dengan menggunakan sensor serat optik berbasis MBR.



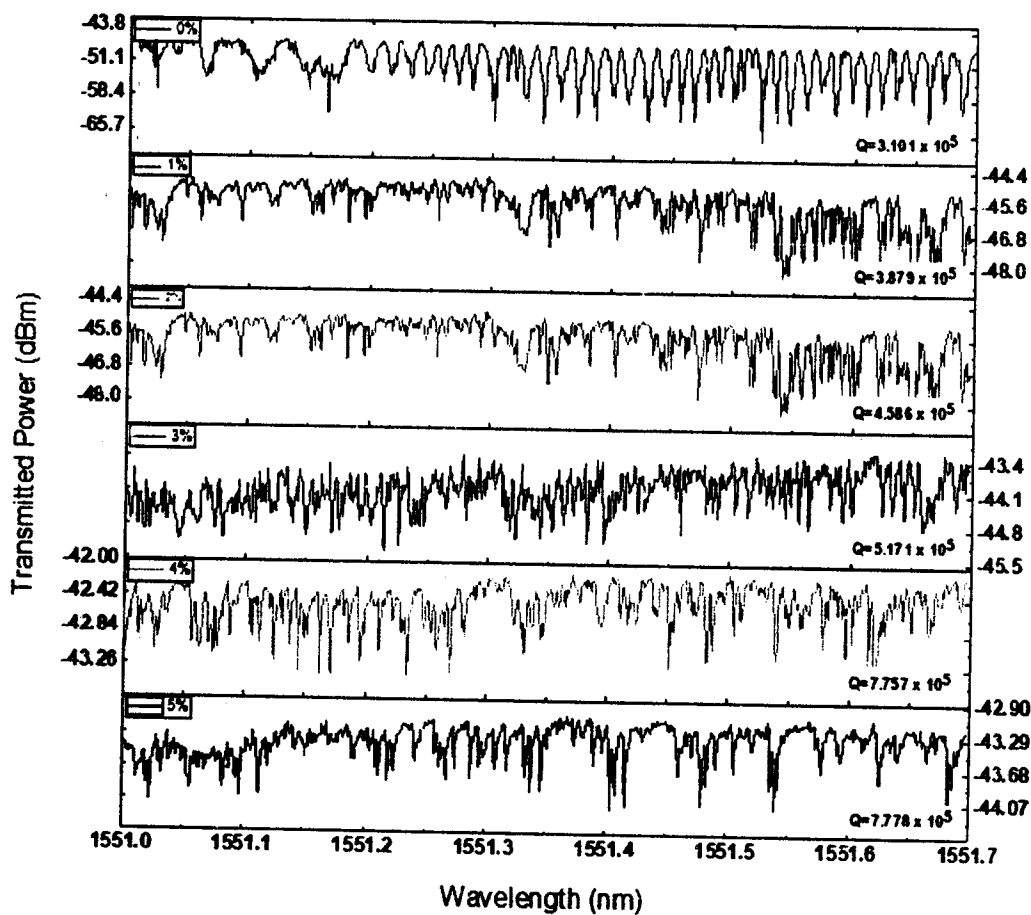
BAB V HASIL DAN LUARAN YANG DICAPAI

Hasil yang telah dicapai di dalam laporan kemajuan ini adalah deteksi formalin dengan menggunakan metode WGM berbasis MBR. Whispering gallery mode (WGM) adalah jenis gelombang yang dapat merambat di sekitar permukaan cekung. Micro-bottle resonator (MBR) adalah salah satu jenis WGM yang mempunyai geometri resonator silinder atau bola. Di dalam penelitian ini telah berhasil dilakukan penelitian deteksi formaldehyde dengan menggunakan MBR. Dengan menggunakan “soften-and-compress” yang telah diterapkan pada fiber optik single-mode standard (SMF-28) untuk menciptakan struktur bottle-like dengan diameter $D_b=190 \mu\text{m}$, diameter stem $D_s=125 \mu\text{m}$ dan panjang bottle $L_b=182 \mu\text{m}$ (Gambar 4.1). MBR telah dikarakterisasi melalui microfiber dengan diameter pinggang $5 \mu\text{m}$ menggunakan TLS (tunable light source) yang mempunyai rentang panjang gelombang 1551,0 sampai dengan 1551,7 nm. Faktor kualitas dapat dihitung untuk 5 macam konsentrasi yang berbeda dan diperoleh secara konsisten lebih dari 10^5 meskipun ada beberapa variasi konsentrasi yang signifikan.

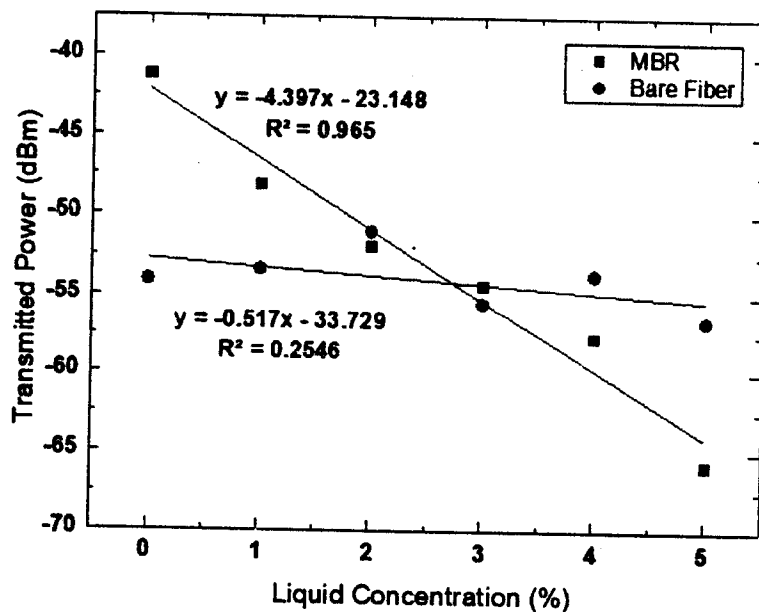


Gambar 4.1. MBR yang telah dibuat dengan $L_b = 182\mu\text{m}$, $D_s = 190\mu\text{m}$, $D_b = 125\mu\text{m}$.

Hasil spektrum transmisi dan analisis hasil eksperimen sensor MBR untuk deteksi formaldehyde ditunjukkan oleh Gambar 4.2 dan Gambar 4.3. Berdasarkan Gambar 4.3, dapat dilihat bahwa kinerja sensor MBR lebih baik dibandingkan dengan bare-microfiber.



Gambar 4.2. Setup eksperimen MBR untuk deteksi formaldehyde dan tapered microfiber (diameter 5 μm).



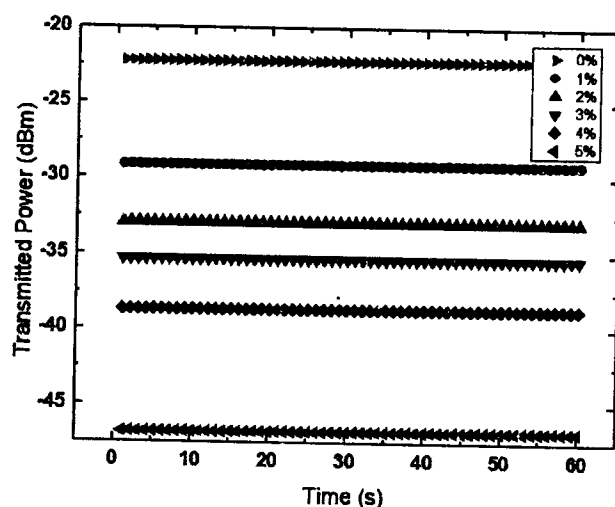
Gambar 4.3. Nilai daya yang ditransmisikan dengan beda konsentrasi formaldehyde untuk MBR (biru) dan bare microfiber (merah).

Kinerja sensor MBR telah dibandingkan dengan microfiber terkelupas/kosong yang meliputi linearitas, sensitivitas, simpangan baku dan nilai-p. Telah diperoleh MBR yang lebih unggul dibandingkan dengan microfiber kosong untuk setiap parameter. Nilai-p yang lebih dari 10^{-5} untuk MBR dan microfiber kosong (bare microfiber) memastikan bahwa pengukuran yang telah dilakukan sangat akurat. MBR dan microfiber kosong telah diuji stabilitasnya selama 60 detik dan menunjukkan MBR dan microfiber kosong mempunyai stabilitas yang sama, dan hal ini menunjukkan bahwa MBR lebih unggul dibandingkan dengan microfiber kosong (Tabel 4.1).

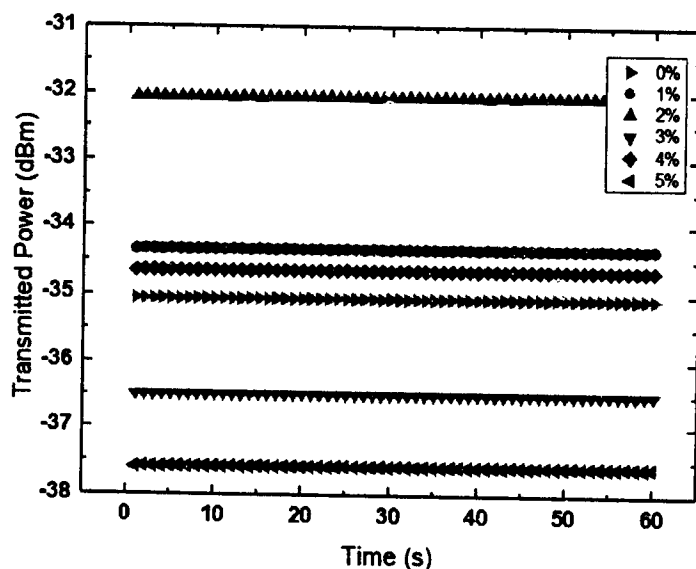
Tabel 1. Perbandingan kinerja antara MBR and bare-microfiber based untuk deteksi formaldehyde.

Parameters	Bare Fiber	With MBR
Linearity (%)	50.45%	98.23%
Sensitivity (dBm/%RH)	0.517	4.397
Standard deviation (dBm)	2.644	8.059
P-value	1.48×10^{-5}	5.30×10^{-5}
Linear Range (%)	0 - 5	0 - 5

Gambar 4.4 (a) dan (b) menunjukkan stabilitas daya yang ditransmisikan oleh MBR dan bare-microfiber selama 60 detik waktu pengujian. Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa MBR dan bare-microfiber mempunyai kinerja yang stabil selama durasi 60 detik.



(a)



(b)

Gambar 4.4. The transmission of (a) MBR and (b) bare microfiber against time for evaluating stability.

Metode dengan menggunakan substrat kaca dilapisi dengan nanorods ZnO melalui hidrotermal untuk penginderaan uap formaldehida. Perangkat sensor yang diusulkan ditandai terhadap konsentrasi uap formaldehida bervariasi dari 1% sampai 5% dengan titik referensi sebagai 0% (air murni) pada suhu kamar. Di dalam Tabel 4.2, respon penginderaan yang signifikan diamati di mana tegangan output berkurang sebesar 0,0856 V melalui efek hamburan oleh nanorods ZnO setelah terpapar dengan konsentrasi maksimum yang diuji (5%). Sensitivitas dan linearitas respon penginderaan dicatat menjadi nilai perkiraan -0.0168 V / \% dan 98.06% secara bersamaan. Perangkat sensor ditemukan memiliki stabilitas pengukuran yang baik dalam mengukur serendah 1% dari konsentrasi untuk waktu yang lama 600 detik.

Tabel 4.2. The reduction of output voltage upon exposure to formaldehyde vapor.

Formalin concentration (%)	ΔV
1	-0.0134
2	-0.0423
3	-0.0487
4	-0.0646
5	-0.0856

BAB VI

RENCANA TAHAPAN SELANJUTNYA

Rencana tahapan selanjutnya adalah melanjutkan eksperimen sensor serat optik untuk deteksi konsentrasi larutan formalin dengan beberapa metode, seperti:

1. fiber bundle dan fiber coupler,
2. microfiber dengan doping MWCNTs dan Graphene sebagaimana yang telah dijelaskan dasar teorinya di dalam bab 2 dan prinsip kerjanya di dalam bab 3.

Setelah diperoleh hasil, akan dibandingkan secara komprehensif kinerja yang terbaik dari berbagai metode optik tersebut.





BAB 7

KESIMPULAN DAN SARAN

7.1. Kesimpulan

This paper discusses the performance of a MBR as liquid formaldehyde sensor. The “soften-and-compress” method was applied on a standard single mode fiber (SMF-28) to create a bottle-like structure with the diameter of $D_b=190\mu\text{m}$, stem diameter of $D_s=125\mu\text{m}$ and bottle length of $L_b=182\mu\text{m}$.

1. The MBR is then characterized via a microfiber with a waist diameter of $2\mu\text{m}$ by using a TLS whose wavelength was varied in steps of 0.001nm from 1551.0nm until 1551.7nm . The quality factor then calculated for the five different concentrations, and were found to be consistently $> 10^5$ despite some significant variation.
2. The performance of the MBR sensor was then compared with a bare microfiber in terms of linearity, sensitivity, standard deviation and p-value. The MBR was found to be superior to the bare microfiber for each parameters.
3. The p-value which is $>10^{-5}$ for the MBR and the bare microfiber, ensuring the accuracy of the measurement. The MBR and the bare microfiber sensors were then tested for 60s to investigate the stability of both sensors. While the stability was found to be the same for both, it is clear that the MBR is superior as a liquid formaldehyde sensor.

7.2. Saran

Sebagai perbandingan, disarankan digunakan metode atau teknik lain berbasis optik seperti: microfiber tercoating graphene atau MWCNTs.

DAFTAR PUSTAKA:

1. Department of Health, Human Services, Public Health Service, Report on Carcinogens, twelfth edition, Department of Health and Human Services, Public Health Service, National Toxicology Program, 2011.
2. A.C. Rayner, C.M. Jephcott, Microdetermination of formaldehyde in air, *Anal. Chem.* 33 (1961) 627–630.
3. C.F. Nascimento, M.A.S. Brasil, S.P.F. Costa, P.C.A.G. Pinto, M.L.M.F.S. Saraiva, F.R.P. Rocha, Exploitation of pulsed flows for on-line dispersive liquid–liquid microextraction: spectrophotometric determination of formaldehyde in milk, *Talanta* 144 (2015) 1189–1194.
4. X.Q. Zhao, Z.Q. Zhang, Microwave-assisted on-line derivatization for sensitive flow injection fluorometric determination of formaldehyde in some foods, *Talanta* 80 (2009) 242–245.
5. C. Liu, C. Shi, H. Li, W. Du, Z. Li, L. Wei, M. Yu, Nanomolar fluorescent quantitative detection of formaldehyde with a 8-hydroxyquinoline derivative in aqueous solution and electrospun nanofibers, *Sens. Actuators B: Chem.* 219 (2015) 185–191.
6. X. Wang, Y. Li, X. Li, J. Yu, S.S. Al-Deyab, B. Ding, Equipment-free chromatic determination of formaldehyde by utilizing pararosaniline- functionalized cellulose nanofibrous membranes, *Sens. Actuators B: Chem.* 203 (2014) 333–339.
7. X. Yang, Y. Wang, W. Liu, Y. Zhang, F. Zheng, S. Wang, D. Zhang, J. Wang, A portable system for on-site quantification of formaldehyde in air based on G-quadruplex halves coupled with A smartphone reader, *Biosens. Bioelectron.* 75 (2016) 48–54.
8. A. Allouch, M. Guglielmino, P. Bernhardt, C.A. Serra, S.L. Calvé, Transportable, fast and high sensitive near real-time analyzers: formaldehyde detection, *Sens. Actuators B: Chem.* 181 (2013) 551–558.
9. B. Strzemińska, A. Voelkel, J. Zieba-Palus, T. Lachowicz, Assessment of the chemical changes during storage of phenol-formaldehyde resins pyrolysis gas chromatography mass spectrometry, inverse gas chromatography and Fourier transform infra red methods, *J. Chromatogr. A* 1359 (2014) 255–261.
10. Z. Deng, K. Hu, Y. Zhang, W.e Zhao, F. Wang, L. Guo, W. Zhang, J. He, Y. Huang, S. Zhang, On-cartridge derivatisation using a calixarene solid-phase extraction sorbent for facile, sensitive and fast determination of formaldehyde in beer, *Food Chem.* 211 (2016) 314–319.
11. P. Wahed, Md.A. Razzaq, S. Dharmapuri, M. Corrales, Determination of formaldehyde in food and feed by an in-house validated HPLC method, *Food Chem.* 202 (2016) 476–483.
12. S.N. Azizi, S. Ghasemi, F. Amiripour, Nickel/P nanozeolite modified electrode: a new sensor for the detection of formaldehyde, *Sens. Actuators B: Chem.* 227 (2016) 1–10.
13. D. Gu, M. Zou, X. Guo, P. Yu, Z. Lin, T. Hu, Y. Wu, Y. Liu, J. Gan, S. Sun, X. Wang, C. Xu, A rapid analytical and quantitative evaluation of formaldehyde in squid based on Tri-step IR and partial least squares (PLS), *Food Chem.* 229 (2017) 458–463.
14. A. Monkawa, T. Gessei, Y. Takimoto, N. Jo, T. Wada, N. Sanari, Highly sensitive and rapid gas biosensor for formaldehyde based on an enzymatic cycling system, *Sens. Actuators B: Chem.* 210 (2015) 241–247.

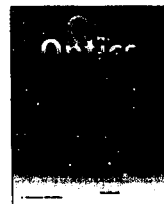
15. G. Premaratne, S. Farias, S. Krishnan, Pyrenyl carbon nanostructures for ultrasensitive measurements of formaldehyde in urine, *Anal. Chim. Acta* (2017), <http://dx.doi.org/10.1016/j.aca.2017.03.032>.
16. L.M. Fu, Y.N. Wang, C.C. Liu, An integrated microfluidic chip for formaldehyde analysis in Chinese herbs, *Chem. Eng. J.* 244 (2014) 422–428.
17. X. Weng, C.H. Chon, H. Jiang, D. Li, Rapid detection of formaldehyde concentration in food on a polydimethylsiloxane (PDMS) microfluidic chip, *Food Chem.* 114 (2009) 1079–1082.
18. L.M. Fu, W.J. Ju, Y.N. Wang, R.J. Yang, Rapid prototyping of glass-based microfluidic chips utilizing two-pass defocused CO₂ laser beam method, *Microfluid. Nanofluid.* 14 (2013) 479–487.
19. H.A.J.A. Lawati, B.A. Haddabi, F.O. Suliman, A novel microfluidic device for estimating the total phenolic/antioxidant level in honey samples using a formaldehyde/potassium permanganate chemiluminescence system, *Anal. Methods* 6 (2014) 7243–7249.
20. C.C. Liu, Y.N. Wang, L.M. Fu, Micro-distillation system for formaldehyde concentration detection, *Chem. Eng. J.* 304 (2016) 419–425.
21. M. Guglielmino, A. Allouch, C.A. Serra, S.L. Calvé, Development of microfluidic analytical method for on-line gaseous Formaldehyde detection, *Sens. Actuators B: Chem.* 243 (2017) 963–970.
22. R.J. Yang, C.C. Liu, Y.N. Wang, H.H. Hou, L.M. Fu, A comprehensive review of micro-distillation method, *Chem. Eng. J.* 313 (2017) 1509–1520.
23. X. Wang, Y. Meng, G. Li, Y. Zou, Y. Cao, X. Zou, UV-assisted: template-free synthesis of ultrathin nanosheet-assembled hollow indium oxide microstructures for effective gaseous formaldehyde detection, *Sens. Actuators B: Chem.* 224 (2016) 559–567



ELSEVIER

Contents lists available at ScienceDirect

Optik

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ijleo

Original research article

Microbottle resonator for formaldehyde liquid sensing

M.A.M. Johari^{a,b}, A. Al Noman^a, M.I.M. Abdul Khudus^c, M.H. Jali^{a,d}, H.H.M. Yusof^{fa,e},
S.W. Harun^{a,f}, M. Yasin^{f,*}



^a Photonics Engineering Laboratory, Department of Electrical Engineering, University of Malaya, 50603 Kuala Lumpur, Malaysia

^b Faculty of Engineering Technology, Universiti Teknikal Malaysia Melaka, 76100 Melaka, Malaysia

^c Department of Physics, Faculty of Science, University of Malaya, 50603 Kuala Lumpur, Malaysia

^d Faculty of Electrical Engineering, Universiti Teknikal Malaysia Melaka, 76100 Melaka, Malaysia

^e Faculty of Electronic and Computer Engineering, Universiti Teknikal Malaysia Melaka, 76100 Melaka, Malaysia

^f Department of Physics, Faculty of Science and Technology, Airlangga University, Surabaya 60115, Indonesia

ARTICLE INFO

Keywords:

Whispering gallery mode
Optical microbottle resonator
Tapered microfiber
Quality factor
Formaldehyde liquid

ABSTRACT

We have successfully investigated the use of a whispering gallery mode (WGM) optical microbottle resonator (MBR) for liquid formaldehyde (CH_2O) sensing. The MBR was fabricated via the "soften-and-compress" method to create a bulge (bottle) structure with a bottle diameter of 190 μm . The MBR was optically excited by using a non-adiabatic 2 μm optical microfiber and was found to have a Q-factor of $> 10^5$. The MBR was then employed to measure formaldehyde concentration within 1–5% range and the performance was compared with a bare microfiber. The MBR sensor was found to have a sensitivity of 4.397 dB/% with 90% linearity which were superior to the bare microfiber. The MBR sensor was also found to have good repeatability and stability over a period of 60 min. This indicates that MBR sensor has a great potential to be employed as a low cost formaldehyde liquid sensor.

1. Introduction

Optical micro-resonators (OMR) are optical structures which allow the circulation of light in a closed path in structures such as microdiscs, microspheres and microrings and have recently been a subject of intense investigation due to their potential as chemical and biological sensor [1–5]. A class of OMRs, called whispering gallery mode (WGM) resonators, allow resonance to occur via the total internal reflection of the modes, which also produce evanescent fields of up to several nanometers outside of the resonator. This geometry thus is exceedingly sensitive to changes in the refractive index of the surrounding material, which is enhanced due to the high Q-factors of such resonators [6]. Furthermore, WGM OMR sensors exhibit a number of advantages including high reliability, high sensitivity and low cost.

A number of different WGM OMR geometries have been investigated, including barrel-shaped structures such as optical strands or filaments for a number of applications [7,8]. Recently, there has been considerable interest in a tube-shaped microresonator geometry, specifically the bottle micro resonator (MBR), which have a solid prolate spheroid profile which confines the resonance length to a relatively small space on the MBR, which is superior even to resonators with a similar geometry such as microball resonators [9,10]. Since WGM optical microresonators are able to detect minute changes in their environment, MBR was considered a well-established platform for highly sensitive physical, chemical, and biological sensors [11,12].

Formaldehyde, CH_2O is a compound substance made of hydrogen, oxygen and carbon. It can be found in all life, including

* Corresponding author.

E-mail address: yasin@fst.unair.ac.id (M. Yasin).

<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2018.08.022>

Received 1 June 2018; Received in revised form 19 July 2018; Accepted 13 August 2018

0 0 3 0 - 4 0 2 6 / © 2 0 1 8 P u b l i s h e d b y E l s e v i e r G m b H .

microbes, plants, fish, and human beings as they are a byproduct of cell digestion as well as normal metabolic processes of the human body. Formaldehyde is also employed in many anthropogenic processes including the manufacture of permanent resin adhesives and other industrial chemicals, treatment of textiles, and use as a preservative of disinfectant in many common consumer items. Formaldehyde is, however, best known for its anti-bacterial properties which may be harmful in large doses [13]. Therefore, the detection of the compound is critical to ensure that formaldehyde levels do not accumulate above the allowable limits and new sensor technologies are needed to enable real time, in situ detection in a compact and reusable form factor. Addressing this need, many research works have been reported on the detection of formaldehyde [14,15]. There are several methods available for the detection of formaldehyde in air and water. The most widely used methods for air samples are based on spectrophotometry [16], while for aqueous samples high-performance liquid chromatography [17] is a preferred choice. Both techniques are very sensitive, but also are very expensive. Therefore, it is obligatory to develop simple and precise methods to determine formaldehyde because of its wide-spread use, toxicity, and volatility.

In this paper, we demonstrate the application of MBR for liquid formaldehyde (CH_2O) sensing. The MBR was manufactured by the so-called "soften-and-compress" method from a standard single-mode fiber (SMF-28). The MBR WGMs were excited by injecting light via an optical microfiber with a waist diameter of $5\ \mu\text{m}$. The sensing performance was investigated by recording the resulting change in the transmission of the MBR with different the formaldehyde concentrations. Compared to the conventional sensors, the proposed optical fiber based sensor has many advantages such as light in weight, small size, remote sensing capability, immunity to electromagnetic interference, and etc.

2. Experimental setup

First, the MBR was fabricated by using a manual fiber fusion splicer (Furukawa Electric Fitel S178A) based on the "soften-and-compress" method [18]. A continuous SMF-28 fiber was placed in the splicer where a small section of the fiber was heated via a plasma arc while simultaneously compressing the two clamped-ends fiber in the direction of the arc. This softening and-compressing procedure yields a bulge whose diameter may be changed by varying the number of arcs performed. The MBR employed in this work as a neck-to-neck distance (L_b) of $182\ \mu\text{m}$, bottle diameter (D_b) of $190\ \mu\text{m}$ and stem diameter (D_s) of $125\ \mu\text{m}$, as shown in Fig. 1.

Light from a tunable laser source with a wavelength range of between $1.50\ \mu\text{m}$ and $1.60\ \mu\text{m}$ was then coupled into the WGM by using an optical microfiber with a waist diameter of $5\ \mu\text{m}$, fabricated from a standard single mode fibre (SMF-28) via the flame brushing method [19]. To maximise optical coupling, the microfiber was arranged to touch the MBR at right angles to the MBR axis by using a three-axis micro-positioning stage, as depicted in Fig. 2. While this technique may overload the cavity and reduce the resonator overall Q-factor, it forms a robust and stable optical arrangement suitable for use in the proposed sensing application. Then, the microfiber and MBR were placed inside a humidity-controlled chamber and which was dipped into a solution with different contains of formaldehyde. The tunable laser source was set to produce light with a narrow linewidth ($\sim 100\ \text{kHz}$) output and launched into one end of the microfiber with the other end connected to an InGaAs photo-detector in order to monitor the transmitted power. The concentration of formaldehyde was then varied from 0% to 5% and the transmitted power of each concentration was recorded. The experiment was then repeated with a bare microfiber without any MBR for comparison purposes.

3. Result and discussion

The output of the TLS was transmitted through the MBR and was varied from $1551.00\ \text{nm}$ to $1551.70\ \text{nm}$ investigate the sensor performance at different formaldehyde concentrations. Fig. 3 shows the transmission spectra of the microfiber-coupled MBR when excited at the center of the bottle for various formaldehyde concentrations. The insertion loss from both the microfiber and MBR varies from -43 to $-47\ \text{dB}$ when the bottle structure was immersed into the solution. The loss may be optimized by controlling gap between MBR and microfiber. The Q-factor of the MBR, defined as $\Delta\lambda/\lambda$ where λ is the resonant wavelength and $\Delta\lambda$ is the Full-Width-Half-Maximum linewidth of the resonant wavelength, is found to be different for different concentration and is smaller than previous work [20–22]. This is thought to be due to the non-adiabaticity of the microfiber, which contributes significantly to the insertion loss

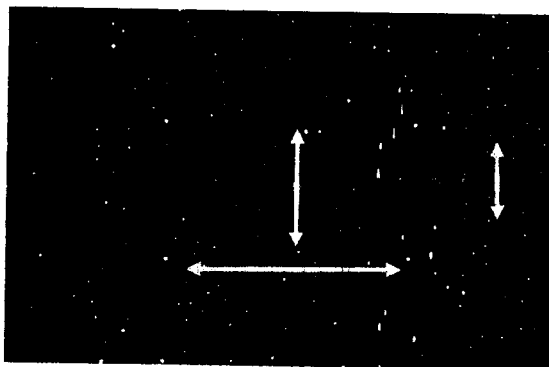


Fig. 1. The fabricated optical MBR with $L_b = 182\ \mu\text{m}$, $D_s = 190\ \mu\text{m}$, $D_b = 125\ \mu\text{m}$.

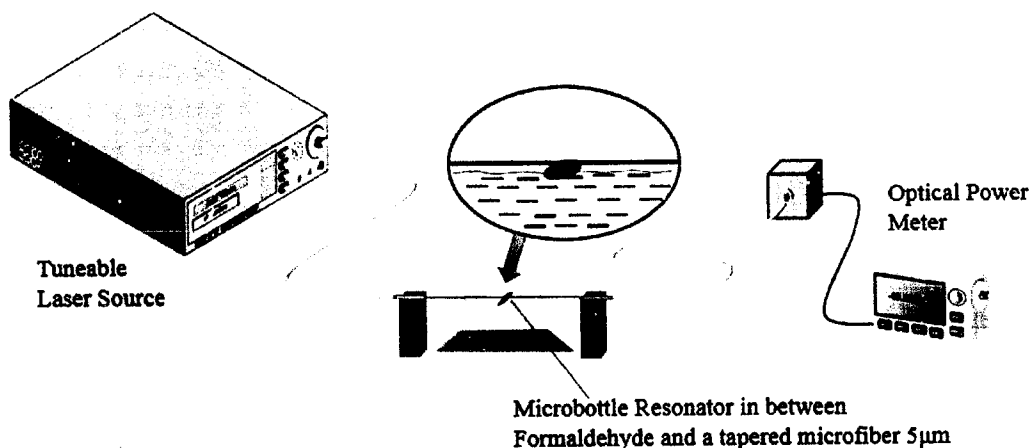


Fig. 2. Experimental setup of MBR with formaldehyde and a tapered microfiber of 5 µm waist diameter.

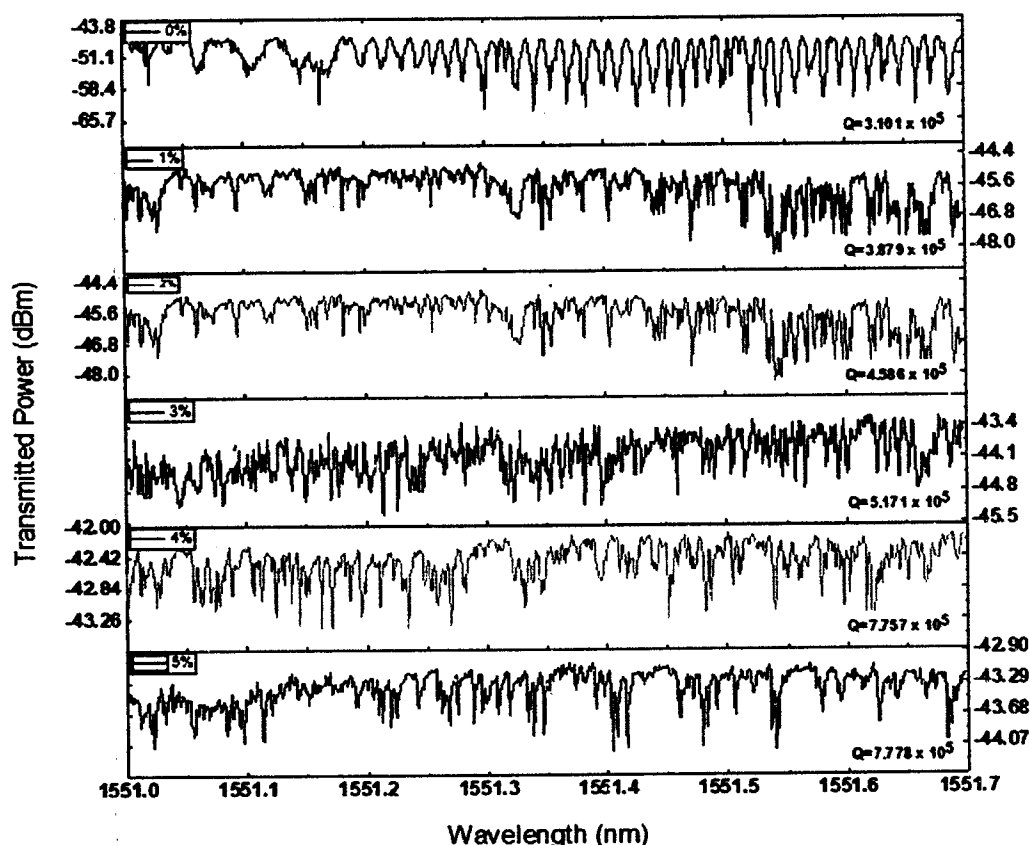


Fig. 3. Micro-bottle resonator transmission spectral coupled on 5 µm waist diameter of microfiber for different concentration levels.

of the entire micro-bottle ensemble.

However, as the frequency shift of the MBR is significant for the various concentrations, the transmitted power with a wavelength of 1551.00 nm was plotted in Fig. 4, where the transmitted power of the bare microfiber at different concentration levels was also plotted. Generally, the graph showed a decreasing trend with increasing levels of formaldehyde concentration for both bare microfiber and MBR. However, the linearity (R), standard deviation, p-value and the sensitivity of the MBR sensor is significantly higher than the bare microfiber as summarized in Table 1. Indeed, the sensitivity of the MBR is 4.397 dB/% which is four times higher compared to 0.517 dB/% recorded by the bare microfiber while the linearity of the MBR sensor was almost twice the value of the bare microfiber. For liquid formaldehyde sensing, the MBR indicated better performance than the bare microfiber. This is attributed to the resonator loss, which increases with the increasing formaldehyde concentration due to the surface absorption and changes in the refractive index. The oscillation of light in the MBR magnifies the loss, thus increasing the sensor sensitivity [23,24].

In this work, the experiment was repeated for 5 times to enable the reliability of the results [25]. Similar outcomes were obtained, as can be seen in Fig. 4. The fluctuations of more than 3.0 dB/% for the MBR and less than 0.8 dB m/% for the bare microfiber. Even

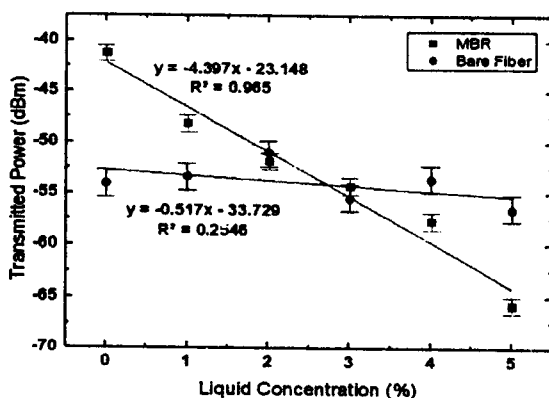
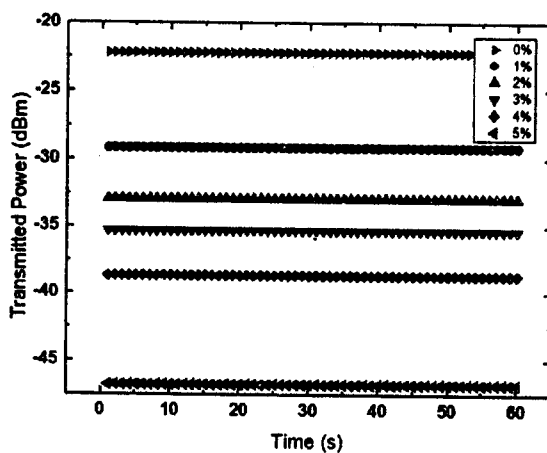


Fig. 4. Transmitted power value with different concentration levels of formaldehyde for MBR and bare microfiber.

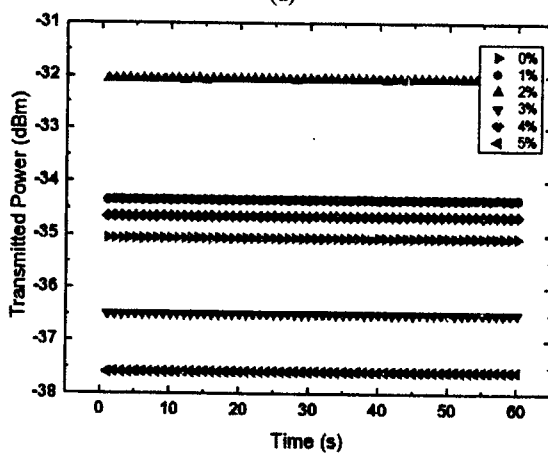
Table 1

Performance comparison between MBR and bare microfiber based formaldehyde sensors.

Parameters	Bare Fiber	With MBR
Linearity (%)	50.45%	98.23%
Sensitivity (dB/%)	0.517	4.397
Standard deviation (dBm)	2.644	8.059
P-value	1.48×10^{-5}	5.30×10^{-5}



(a)



(b)

Fig. 5. The transmission of (a) MBR and (b) bare microfiber against time for evaluating stability.

though the fluctuation of the MBR sensor was increased by about three times, this sensor still shows a well-balanced performance as a liquid concentration sensors as compared to the bare microfiber. Furthermore, the temperature was kept constant throughout the experiment, so as to exclude the effects of temperature on the sensor's output.

Fig. 5(a) and (b) shows the transmitted power stability of MBR and bare microfiber, for a duration of 60 s. It can be seen that both the MBR and bare microfiber showed stable performance during this time interval. The transmission variation is observed to be lower than 5% for both MBR and bare microfiber sensors for every level of concentrations. It is worthy to note that the coupling between the bare microfiber and the MBR is quite durable if no perturbations was applied to the setup. However, permanent coupling should be investigated and applied for practical use of the sensor.

4. Conclusion

This paper discusses the performance of a MBR as liquid formaldehyde sensor. The "soften-and-compress" method was applied on a standard single mode fiber (SMF-28) to create a bottle-like structure with the diameter of $D_b = 190 \mu\text{m}$, stem diameter of $D_s = 125 \mu\text{m}$ and bottle length of $L_b = 182 \mu\text{m}$. The MBR is then characterized via a microfiber with a waist diameter of $2 \mu\text{m}$ by using a TLS whose wavelength was varied in setes of 0.001 nm from 1551.0 nm until 1551.7 nm. The quality factor then calculated for the five different concentrations, and were found to be consistently $> 10^5$ despite some significant variation. The performance of the MBR sensor was then compared with a bare microfiber in terms of linearity, sensitivity, standard deviation and P-value. The MBR was found to be superior to the bare microfiber for each parameters. The p-value which is $> 10^{-5}$ for the MBR and the bare microfiber, ensuring the accuracy of the measurement. The MBR and the bare microfiber sensors were then tested for 60 s to investigate the stability of both sensors. While the stability was found to be the same for both, it is clear that the MBR is superior as a liquid formaldehyde sensor.

Acknowledgments

The authors would like to acknowledge the Airlangga University, Ministry of Research, Technology and Higher Education, Indonesia (through KLN programme, 2018) and Newton Institutional Links, UK for their financial support. The authors also would like to thanks Prof. Sergei K. Turitsyn and Dr. Auro Michele Perego (Aston University, Birmingham, UK) for discussions and collaborations.

References

- [1] F. Vollmer, D. Braun, A. Libchaber, M. Khoshhima, I. Teraoka, S. Arnold, Protein detection by optical shift of a resonant microcavity, *Appl. Phys. Lett.* 80 (21) (2002) 4057-4059.
- [2] J.L. Nadeau, V.S. Ilchenko, D. Kossakovski, G.H. Bearman, L. Maleki, High-Q whispering-gallery mode sensor in liquids, *Proc. SPIE* 4629, Laser Resonators and Beam Control V 172 (2002).
- [3] Frank Vollmer, Stephen Arnold, Dieter Braun, Iwao Teraoka, Albert Libchaber, Multiplexed DNA quantification by spectroscopic shift of two microsphere cavities, *Biophys. J.* 85 (3) (2003) 1974-1979.
- [4] N.M. Hanumegowda, Ian M. White, Hesam Oveys, Xudong Fan, Label-free protease sensors based on optical microsphere resonators, *Sens. Lett.* 3 (4) (2005) 315-319.
- [5] E. Krioukov, J. Greve, C. Otto, Performance of integrated optical microcavities for refractive index and fluorescence sensing, *Sens. Actuators B Chem.* 90 (1-3) (2003) 58-67.
- [6] T. Michelitsch, G.A. Maugin, R. Mujibur, S. Derogar, A.F. Nowakowski, F.C.G.A. Nicolleau, A self-similar field theory for 1D linear elastic continua and self-similar diffusion problem. arXiv preprint arXiv:1105.5322, 2011.
- [7] T. Birks, J. Knight, T. Dimmick, High-resolution measurement of the fiber diameter variations using whispering gallery modes and no optical alignment, *IEEE Photonics Technol. Lett.* 12 (2) (2000) 182-183.
- [8] V.S. Ilchenko, M.L. Gorodetsky, X.S. Yao, Lute Maleki, Microtorus: a high-finesse microcavity with whispering-gallery modes, *Opt. Lett.* 26 (5) (2001) 256-258.
- [9] G.S. Murugan, J.S. Wilkinson, M.N. Zervas, Selective excitation of whispering gallery modes in a novel bottle microresonator, *Opt. Express* 17 (14) (2009) 11916-11925.
- [10] M. Sumetsky, Whispering-gallery-bottle microcavities: the three-dimensional etalon, *Opt. Lett.* 29 (1) (2004) 3-10.
- [11] P. Bianucci, Optical microbottle resonators for sensing, *Sensors* 16 (11) (2016) 1841.
- [12] Y.N. Zhang, T. Zhou, B. Han, A. Zhang, Y. Zhao, Optical bio-chemical sensors based on whispering gallery mode resonators, *Nanoscale* 10 (2018) 13832-13856.
- [13] W.J. Kim, N. Terada, T. Nomura, R. Takahashi, S.D. Lee, J.H. Park, A. Konno, Effect on formaldehyde on the expression of adhesion molecule in nasal microvascular endothelial cells: the role of formaldehyde in the pathogenesis of sick building syndrome, *Clin. Exp. Allergy* 32 (2002) 287-295.
- [14] Y.I. Korpan, M.V. Gonchar, A.A. Sibirny, C. Martelet, A.V. El'skaya, T.D. Gibson, A.P. Soldatkin, Development of highly selective and stable potentiometric sensors for formaldehyde determination, *Biosens. Bioelectron.* 15 (2000) 77-83.
- [15] K. Kawamura, K. Kerman, M. Fujihara, N. Nagatani, T. Hashiba, E. Tamiya, Development of a novel hand-held formaldehyde gas sensor for the rapid detection of sick building syndrome, *Sens. Actuators B Chem.* 105 (2005) 495-501.
- [16] A. Dar, U. Shafique, J. Anwar, A. Naseer, A simple spot test quantification method to determine formaldehyde in aqueous samples, *J. Saudi Chem. Soc.* 20 (2016) S352-S356.
- [17] X. Xu, R. Su, X. Zhao, Z. Liu, D. Li, X. Li, H. Zhang, Z. Wang, Determination of formaldehyde in beverages using microwave-assisted derivatization and ionic liquid-based dispersive liquid-liquid microextraction followed by high-performance liquid chromatography, *Talanta* 85 (5) (2011) 2632-2638.
- [18] G.S. Murugan, M.N. Petrovich, Y. Jung, J.S. Wilkinson, M.N. Zervas, Hollow-bottle optical microresonators, *Opt. Express* 19 (21) (2011) 20773-20784.
- [19] K. Lim, et al., Fabrication and applications of microfiber, Selected Topics on Optical Fiber Technology, InTech, 2012.
- [20] M.N.M. Nasir, G.S. Murugan, M.N. Zervas, Broadly tunable solid microbottle resonator, in *Photonics Conference (IPC)*, 2016 IEEE, (2016).
- [21] M. Cai, O. Painter, K.J. Vahala, Observation of critical coupling in a fiber taper to a silica-microsphere whispering-gallery mode system, *Phys. Rev. Lett.* 85 (1) (2000) 74.
- [22] M.N.M. Nasir, G.S. Murugan, M.N. Zervas, Spectral cleaning and output modal transformations in whispering-gallery-mode microresonators, *JOSA B* 33 (9) (2016) 1963-1970.
- [23] C. Barriain, I.R. Matias, F.J. Arregui, M. Lopez-Amo, Optical fiber humidity sensor based on a tapered fiber coated with agarose gel, *Sens. Actuators B Chem.* 69 (2000) 127-131.
- [24] M. Batumalay, S.W. Harun, N. Irawati, H. Ahmad, H. Arof, A study of relative humidity fiber-optic sensors, *IEEE Sens. J.* 15 (3) (2015) 1945-1950.
- [25] N.M. Isa, N. Irawati, H.A. Rahman, M.H.M. Yusoff, S.W. Harun, Polyaniline doped poly (methyl methacrylate) microfiber for methanol sensing, *IEEE Sens. J.* 18 (7) (2018) 2801-2806.

