

KARAKTERISASI SPEKTRUM UNSUR Cu UNTUK MENGHITUNG INTENSITAS EMISI ATOM FUNGSI WAKTU TUNDA DENGAN MENGGUNAKAN METODE *LASER INDUCED BREAKDOWN SPECTROSCOPY (LIBS)*

Wulansari Efrilinda Diah*, Suyanto Hery*, Artawan I Nengah*

*Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Udayana

Email : Efrilindadiahwulan@yahoo.com

ABSTRAK

Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) adalah salah satu metode spektroskopi atomik yang sangat handal untuk analisis spektrokimia baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Untuk mencapai hal tersebut, harus diperhatikan parameter-parameter deteksi, salah satunya adalah intensitas emisi atom fungsi waktu tunda deteksi (*delay time*). Pada penelitian ini plasma dihasilkan dengan memfokuskan laser Nd-YAG (1064 nm, 7 ns) pada permukaan sampel Cu padat dengan tingkat kemurnian 99.99% di lingkungan udara bertekanan 1 atm. Emisi plasma unsur Cu ditangkap oleh spektrometer HR 2500⁺ dengan spesifikasi : (*wavelength range 200-870 nm, resolusi 0.1 nm (FWHM), 7 detector CCDs with a combined 14,336 pixels*) dengan variasi waktu tunda deteksi 0, 0.5, 1, 1.5, dan 2 μ s setelah terbentuknya plasma dan energi bervariasi yaitu 60-160mJ. Data menunjukkan bahwa nilai intensitas emisi atom Cu 521.8 nm yang paling tinggi terlihat pada waktu tunda deteksi 0.5 μ s dan menurun sampai waktu tunda deteksi 2 μ s. Berdasarkan data-data tersebut dapat disimpulkan bahwa karakterisasi unsur Cu untuk menghitung intensitas emisi atom dilakukan pada *range* energi laser 100-140 mJ dan waktu tunda deteksi 0.5 μ s.

Kata kunci : plasma, LIBS, waktu tunda deteksi, energi laser, Cu I (521.8 nm), intensitas.

ABSTRACT

Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) is a spectroscopic method is highly reliable for atomic spectrochemical analysis both qualitatively and quantitatively. To achieve this, be aware of the detection parameters, one of which is a function of the atom emission intensity of detection delay time. In this study, plasma is generated by focusing the Nd-YAG laser (1064 nm, 7 ns) on the surface of solid Cu sample with 99.99% purity level at 1 atm pressure air environment. Plasma emission spectrometer was arrested by elements of Cu + HR 2500 with specifications: (*wavelength range 200-870 nm, resolution 0.1 nm (FWHM), 7 detector CCDs with a combined 14.336 pixels*) with variation detection delay time 0, 0.5, 1, 1.5, and 2 microseconds after the plasma formation and the energy varies the 60-160mJ. The data showed that the value of the Cu atom emission intensity 521.8 nm of the most highly visible on detection delay time decreased to 0.5 microseconds and detection delay time 2 microseconds. Based on these data it can be concluded that the characterization of the elements Cu to calculate the intensity was in the range of 100-140 mJ laser energy and time delay detection of 0.5 microseconds.

Keyword : plasma, LIBS, detection delay time, laser energy, Cu I (521.8 nm), intensity.

I. Pendahuluan

Perkembangan teknologi laser dan teknologi deteksi optik multikanal memperluas bidang spektroskopi laser terutama pada bidang ablasi laser untuk analisis spektroskopi atomik secara langsung, yang diperkenalkan pertama kali oleh *Brech et al* pada tahun 1962 dan dikenal secara luas sebagai metode LAESA (*Laser Atomic Emission Spectrochemical Analysis*) yang mampu menganalisis sampel gas, material padat baik konduktor maupun non konduktor secara langsung dengan cepat dan akurat untuk menentukan analisis kualitatif dan analisis kuantitatif. Disamping itu terdapat beberapa kekurangan yaitu masalah absorpsi diri akibat perbedaan temperatur di dalam dan diluar plasma yang mengakibatkan tidak dapat dihasilkan kurva kalibrasi yang linier.

Untuk mengatasi kekurangan tersebut dapat diatasi dengan menggunakan metode *Laser Induced Breakdown Spectroscopy* LIBS yang diperkenalkan oleh *Radziemski*, 1989. Maka dilakukanlah suatu penelitian yang dalam hal ini sampel yang digunakan adalah sampel Cu padat dengan tingkat kemurnian 99.99% dalam karakterisasi spektrum unsur Cu dalam menghitung intensitas emisi atom fungsi waktu tunda (*delay time*) dengan menggunakan Laser Induced Breakdown Spectroscopy LIBS.

II. Tinjauan Pustaka

Bila laser difokuskan ke permukaan sampel padat, maka sebagian energi laser diserap oleh bahan untuk menaikkan suhunya hingga lepas ikatan atom-atomnya. Sebagian energi lainnya digunakan untuk memantulkan atau menggerakkan atom-atom tersebut dengan kecepatan yang sangat tinggi. Gerakan atom-atom ini akan melakukan kompresi adiabatik dengan gas disekeliling sampel hingga sampai tekanan tertentu

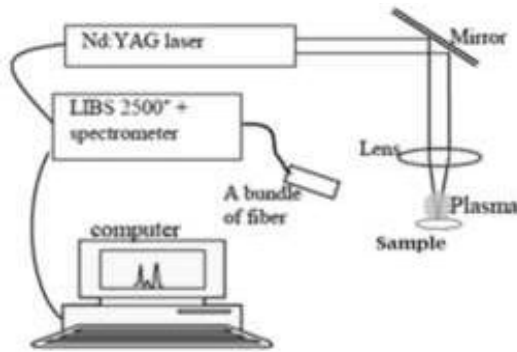
dan terjadi gelombang kejut (*shockwave*) yang energinya digunakan untuk mengeksitasi elektron-elektron dalam atom ke tingkat energi yang lebih tinggi. Dalam waktu yang sangat singkat, elektron-elektron ini akan kembali ke keadaan dasar (*ground state*) sambil memancarkan emisi dan terbentuklah plasma.

Dalam proses pembentukan plasma, maka plasma terdiri dari dua daerah yaitu daerah kecil tepat di permukaan sampel yang disebut plasma primer. Plasma ini mempunyai kerapatan partikel dan suhu yang sangat tinggi dan menghasilkan spektrum emisi kontinu. Daerah kedua merupakan pengembangan daerah pertama yang disebut plasma sekunder, pada daerah ini menghasilkan spektrum emisi yang tajam.

III. Skema Peralatan LIBS

Skema peralatan LIBS ditunjukkan pada gambar 3.1 dengan urutan dan langkah-langkah kerja sebagai berikut :

Laser Nd-YAG ($\lambda = 1064$ nm, lebar pulsa 7 ns) dengan energi laser bervariasi dari energi 60–160mJ difokuskan pada permukaan sampel Cu padat dengan tingkat kemurnian 99.99% di udara bertekanan 1 atm. Intensitas emisi plasma Cu dengan panjang gelombang (5218 nm) ditangkap oleh *spectrometer* HR 2500⁺ yang mempunyai spesifikasi : *spectra range* (200-890 nm with 7 channel, resolusi 0.1 nm (FWHM) dengan menggunakan detektor (7) 2048 *element linier silicon CCD arrays*, total 14336 pixels dan spektra, kemudian diolah dengan software OOILIBS dan OOICOR dan ditampilkan intensitas panjang gelombang. Pendeteksian spektrum dilakukan dengan akumulasi 4, *cleaning* 1 kali serta memvariasikan waktu tunda (*delay time*) mulai dari 0 μ s sampai dengan 2 μ s dengan kelipatan setiap 0.5 μ s.



Gambar 3.1. Skema peralatan LIBS

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

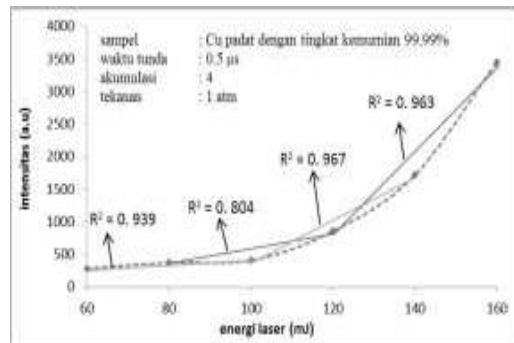
Telah berhasil dilakukan penelitian dalam menentukan parameter-parameter deteksi salah satunya adalah menentukan intensitas emisi atom netral Cu I fungsi waktu tunda deteksi (*delay time*), seperti yang dibahas dibawah.

4.1. Intensitas Emisi Atom Netral Cu I Fungsi Waktu Tunda

Sebelum melakukan analisis kualitatif maupun kuantitatif suatu bahan, maka perlu dicari kondisi optimum suatu eksperimen. Pada teknik LIBS ini yang perlu diperhatikan kondisi optimumnya adalah parameter energi laser dan waktu tunda deteksi. Untuk mencari kondisi optimum energi laser dilakukan dengan cara *scanning* dari energi rendah (*lower threshold*, ± 40 mJ) sampai energi tinggi (*upper threshold* ± 160 mJ). Kemudian diplot intensitas emisi atom fungsi masing-masing energi laser, dan selanjutnya dibuat regresi linier dari setiap 3 energi laser

Gambar 2 menunjukkan pemilihan energi laser yang digunakan mulai dari 60 mJ sampai 160 mJ, dengan kenaikan energi laser setiap 20 mJ, dengan menggunakan waktu tunda deteksi tetap sebesar 0.5 μ s, dan hasilnya seperti pada gambar 4.1. Pemilihan *range* energi laser tersebut berdasarkan spesifikasi yang ada dalam alat yaitu

batas (*threshold*) bawah 50 mJ dan batas (*threshold*) atas 170 mJ.

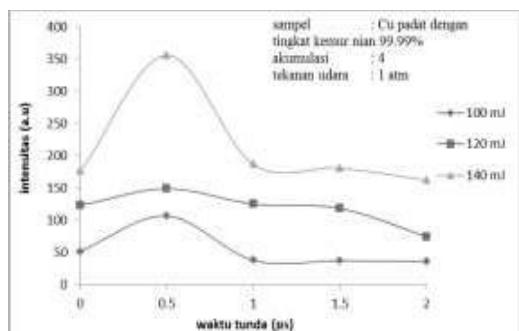


Gambar 4.1. Trendline intensitas emisi Cu I 521.8 nm vs energi laser untuk sampel Cu padat dengan tingkat kemurnian 99.99% dalam rentang energi laser 60 mJ-160 mJ

Berdasarkan hasil penelitian pada Gambar 2, secara umum dapat dinyatakan bahwa intensitas emisi atom netral Cu I (521.8 nm) meningkat dengan bertambah besarnya energi laser. Untuk menentukan *range* energi laser yang cocok untuk analisis atom Cu, maka dibuat garis regresi linier dalam setiap tiga energi laser seperti pada gambar 2. Hasil regresi menunjukkan bahwa *range* energi laser 100 mJ sampai dengan 140 mJ memiliki nilai R² (0.967) yang paling tinggi dibandingkan *range* energi laser lainnya. Ini berarti pada *range* energi tersebut laser mempunyai kestabilan yang tinggi untuk mengkarakterisasi unsur Cu. Untuk itu dalam penelitian ini akan difokuskan pada *range* energi tersebut.

Untuk keperluan analisis baik kualitatif maupun kuantitatif unsur Cu I dalam sampel, maka perlu dicari kondisi optimum parameter eksperimen diantaranya energi laser dan waktu tunda deteksi. Untuk itu dibuatlah grafik karakteristik hubungan antara intensitas emisi atom netral Cu I (521.8 nm) fungsi waktu tunda

deteksi untuk energi laser 100 mJ, 120 mJ, 140 mJ dan hasilnya seperti pada gambar



Gambar 4.2. Grafik intensitas emisi atom Cu I 521.8 nm fungsi waktu tunda

Grafik menunjukkan ada kecenderungan atau tren yang sama dari ketiga energi tersebut dan mencapai puncaknya pada waktu tunda deteksi 0.5 μ s. Pada awal terbentuknya plasma (0 is), intensitas emisi atom netral Cu lebih rendah dibandingkan dengan setelah 0.5 is. Ini disebabkan karena pada saat awal terbentuknya plasma terjadi kerapatan partikel tinggi dan temperatur tinggi.

V. Kesimpulan

Berdasarkan data yang diperoleh pada penelitian ini bahwa analisis spektrum atom netral Cu I (521.8 nm) dari sampel Cu padat dengan tingkat kemurnian 99.99% sebaiknya dilakukan pada *range* energi laser 100 mJ-140 mJ dan waktu tunda deteksi (*delay time*) 0.5 μ s.

VI. Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan terdapat beberapa hal menarik untuk diteliti lebih lanjut, yaitu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut khususnya untuk menurunkan *background* yaitu dengan cara menggunakan lingkungan gas He atau Argon atau tekanan udara rendah.

DAFTAR PUSTAKA

1. A.Ciucci, M. Corsi, V. Palleschi, S. Rastella, A. Salvetti, and E. Tognoni. 1999. *New Procedure for Quantitative Elemental Analysis by Laser-Induced Plasma Spectroscopy*.
2. Agustiningrum, Ulfa. 2012. *Analisis Kualitatif Batu Paras sebagai Penyaring Unsur Pb, Ag dan Zn dengan Metode Laser Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)*. Bukit Jimbaran: Program Sarjana Fakultas MIPA Universitas Udayana.
3. D.A Cremers. 1989. *Laser Induced Plasma and Applications*. Marcel Dekker. New York.
4. Kagawa K, K.Kawai, M.Tani and T.Kobayashi. 1994. *XeClExcimer laser Induced Shock wave Plasma and Its Application to Emission Spectrochemical Analysis*. Appl.Spectrosc.
5. Kurniawan, H. 1992. *Pembangkitan Gelombang Kejut Plasma oleh Laser CO₂ dan Aplikasinya untuk Analisis Spektrokimia*. Jakarta: Universitas Indonesia.
6. Lazic, V., R. Barbini, F. Colao, R. Fantonin and A. Palucci. 2001. *Self-absorption model in quantitative laser induced breakdown spectroscopy measurements on soil and sediments*.
7. M. Gaft, L. Nagli, Y. Groisman. 21-23, 2010. *Online LIBS analysis of minerals for industry applications*, Meghnad-Saha Memorial International Symposium-cum-workshop on LIBS, MMISLIBS, University of Allahabad, Allahabad, India

8. Radziemski, L.J. and D.A Cremers. 1989. *Laser Induced Plasma and Applications*. Marcel Dekker. New York.
9. Setia Budi, W. 1999. *Confined Plasma induced by Nd-Yag Laser Bombardment at Low Pressures*. Jakarta: Universitas Indonesia.
10. Suyanto, Hery. 2003. *Study of Shock Wave Plasma Confinement and Bending Effects for The Application of Laser Induced Shock Wave Plasma Spectroscopy to Powder Samples*. Jakarta: Program Pascasarjana Fakultas Teknik Universitas Udayana.
11. Suyanto, Hery. 2012. *Pengaruh Waktu Tunda Deteksi Plasma LIBS (Laser Induced Breakdown Spectroscopy) terhadap karakteristik Spektrum Zn I 480.97* Seminar Nasional Fisika LIPI Jakarta.
12. Suyanto, Hery. 2013. *Kuliah Spektroskopi Elektronik s2 Kimia*. Kimia Udayana