

KARAKTERISTIK DAN FENOMENA PERUBAHAN KONSENTRASI OKSIGEN DAN NITROGEN DI UDARA DENGAN PROSES LASER-INDUCED BREAKDOWN SPECTROSCOPY (LIBS)

Hery Suyanto

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Udayana
Email : hery6@yahoo.com

Abstrak

Telah dilakukan penelitian unsur Hidrogen, Oksigen dan unsur Nitrogen dalam udara bebas dengan metoda Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS). Plasma dibangkitkan dengan memfokuskan laser (100 mJ) di udara bebas dan emisi atom netral Hidrogen (H I 656, 285 nm), atom netral Oksigen (O I 777,417 nm) serta Nitrogen (N I 746,831 nm) ditangkap oleh spektrometer dengan CCD 14.336 pixel, 200-980 nm, resolusi 0,1 nm. Karakteristik unsur dilakukan dengan memvariasi waktu tunda deteksi emisi atomik dari 0 sampai dengan 4 μ s. Penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum untuk karakterisasi unsur H, O dan N terjadi pada waktu tunda deteksi 0.05 - 1 μ s dari saat terbentuknya plasma dengan nilai intensitas rata-rata lebih dari 150 a.u, S/B lebih besar 10 dan FWHM lebih kecil dari 0.7 nm. Terjadi perubahan konsentrasi (%) dari ketiga unsur tersebut dibandingkan keadaan normalnya yaitu N = 39 %, O = 55 %, H = 5% dan 1 % untuk gas lain.

Kata Kunci : LIBS, udara, hidrogen, oksigen, nitrogen, waktu tunda deteksi, konsentrasi (%)

Abstract

Characteristics and phenomena of hydrogen, oxygen and nitrogen in the air were investigated by Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS). Neutral atomic spectra emission of hydrogen (H I), oxygen (O I) and nitrogen (N I) were analyzed by spectrometer with CCD 14.336 pixel, 200 – 980 nm, resolution of 0.1 nm and delay time detection was set 0 till 4 μ s after 100 mJ of laser radiation. The optimum condition for detecting these elements when the delay time detection was between 0.05 – 1 μ s. The data of these elements show the intensity more than 150 a.u, the S/B above of 10 and the FWHM lower than 0.7. The air composition (%), however, was changed compare to the normal condition. Nitrogen was lower than oxygen (N = 39 %, O = 55 %, H = 5 % and 1 % for others gas)

Keywords : LIBS, air, hydrogen, oxygen, nitrogen, delay time detection, concentration(%)

I. PENDAHULUAN

Udara merupakan gas utama yang harus ada dalam kehidupan di dunia ini. Setiap makhluk hidup selalu membutuhkan unsur-unsur yang dikandung dalam udara. Unsur utama yang ada dalam udara kering sekitar 78 % nitrogen, 21 % oksigen dan 1 % uap air, carbon dioksida dan unsur polutan lain⁽¹⁾. Prosentasi tersebut dapat berubah

tergantung kondisi di lingkungan yang ditinjau. Banyak peralatan yang digunakan untuk menganalisis kandungan unsur-unsur tersebut dan yang paling sering digunakan adalah peralatan untuk menampilkan kandungan gas karbon dioksida dan yang berhubungan oksigen. Hal ini karena berhubungan dengan tingkat polusi udara dan dapat merugikan kesehatan manusia.

Semakin tinggi kandungan karbon dioksida semakin kurang baik untuk kesehatan manusia dan sebaliknya untuk oksigen. Namun jarang peralatan yang menganalisis karakteristik unsur-unsur dalam udara secara serentak dan sekaligus merubah komposisi unsur-unsur dalam udara tersebut menjadi lebih bermanfaat. Laser Induced-Breakdown Spectroscopy (LIBS) merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk menganalisis semua unsur yang terkandung dalam udara sekaligus dalam satu waktu serta in-situ. Selain itu metode ini dapat meningkatkan kandungan oksigen dalam udara dengan memecah uap air menjadi oksigen dan hidrogen, serta dapat mempelajari sifat-sifat fisis unsur Nitrogen, Hidrogen dan oksigen dalam hal umur emisi (life time emisi). Prinsip kerja LIBS, laser difokuskan pada udara dan menyebabkan unsur-unsur dalam udara tereksitasi kemudian mengemisikan photon dengan panjang gelombang tertentu. Photon ini ditangkap oleh spektrogram untuk dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif.

II. TEORI PUSTAKA

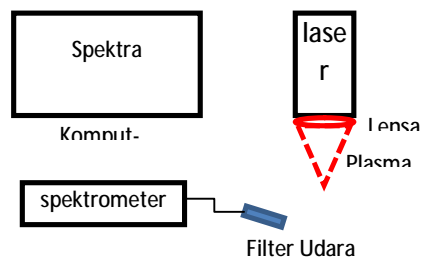
Ketika laser difokuskan pada permukaan sampel, maka atom-atom dalam sampel akan terablasikan dan membentuk plasma. Atom-atom ini terpancar keluar dengan kecepatan tinggi dan terjadi kompresi adiabatik dengan gas dilingkungannya dan menyebabkan terjadinya gelombang kejut (shock wave)⁽²⁾. Muka gelombang kejut ini mempunyai suhu sangat tinggi yang dapat digunakan untuk mengeksitasi atom-atom yang terpancar bahkan mengionisasinya. Jadi plasma yang terbentuk merupakan gas panas yang berisikan atom-atom netral, ion-ion, elektron-elektron dan atom-atom tereksitasi.

Berdasarkan mekanisme pembentukannya, maka plasma terdiri dari

dua daerah yaitu plasma primer dan plasma sekunder⁽²⁻⁴⁾. Plasma primer merupakan daerah kecil dipermukaan sampel yang mempunyai kerapatan partikel sangat tinggi, waktu (umur) singkat, suhu tinggi dan memancarkan spektra kontinu. Daerah ini menyebabkan signal latar (background) tinggi dan spektrum yang lebar (broadening). Hal ini dapat diatasi dengan cara melakukan waktu tunda deteksi⁽⁵⁾. Sedangkan plasma sekunder merupakan pengembangan plasma dari plasma primer, kerapatan partikel rendah dan merupakan daerah emisi dari atom-atom yang tereksitasi, sehingga spektrumnya tajam dan signal latarnya rendah.

III. SET-UP EKSPERIMEN

Eksperimental set-up penelitian ini seperti pada gambar 1. Laser Nd-YAG ($\lambda=1064$ nm, lebar pulsa 7 ns) dengan energi laser tetap 100 mJ difokuskan pada udara bersuhu 28°C, bertekanan 1 atm dan kelembaban udara 50%. Intensitas emisi plasma dari atom netral Nitrogen N I, Oksigen O I dan Hidrogen ditangkap oleh spektrometer HR-2500⁺ (200-980 nm, 7 channels with CCD arrays 14336 pixels, resolusi 0.1 nm FWHM) dan spektra diolah dengan software OOILIBS dan OOICOR. Pendeteksian spektrum dilakukan dengan akumulasi 4 dan memvariasi umur plasma dengan melakukan variasi waktu tunda deteksi (delay time) mulai dari 0 μ s sampai dengan 4 μ s

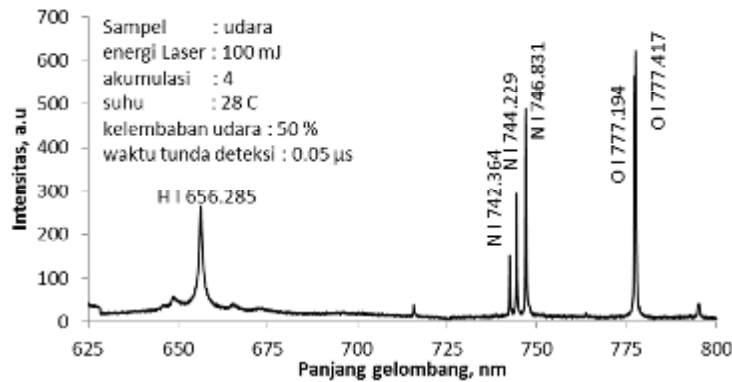


Gambar 1 set-up eksperimen

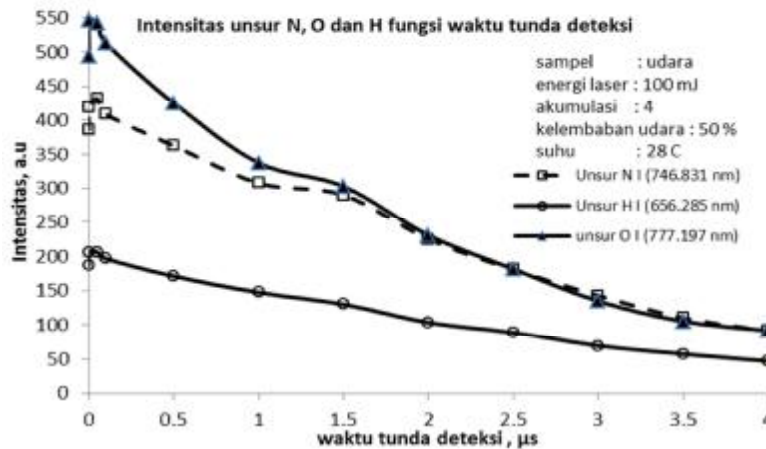
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2, menunjukkan potongan spektra dengan panjang gelombang 625 – 800 nm dari sampel udara yang dieksitasi dengan energi laser 100 mJ dan dideteksi 0.05 μ s setelah terbentuk plasma. Dari gambar terlihat bahwa tiga unsur utama dalam udara yaitu atom netral hidrogen H I,

Nitrogen N I dan oksigen O I. Untuk melihat karakteristik dari masing-masing unsur tersebut, maka dilakukan menelitian intensitas, ratio signal terhadap signal(background) S/B dan lebar tengah maksimum (full width half maximum, FWHM) fungsi waktu tunda deteksi (delay time).



Gambar 2. Spectra H, N dan O fungsi panjang gelombang



Gambar 3. Intenstas dari unsur H I 656.285 nm, N I 746.831 nm dan O I 777.417 nm sebagai fungsi umur plasma

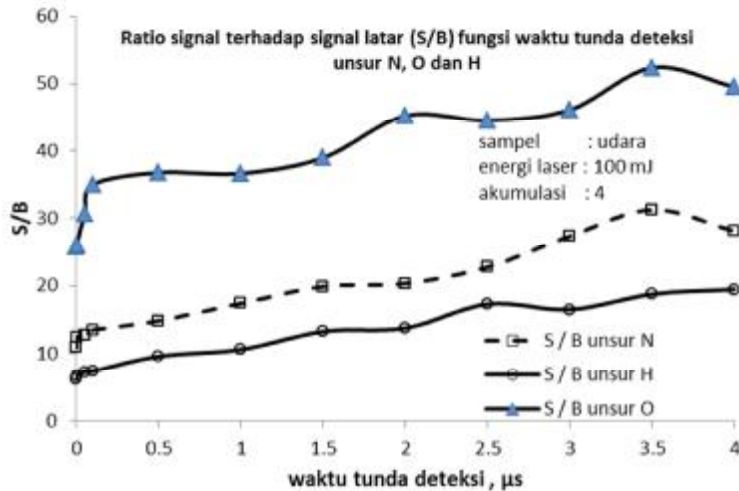
Gambar 3, menunjukan intenstas dari unsur H I 656.285 nm, N I 746.831 nm dan O I 777.417 nm sebagai fungsi umur plasma (atau waktu tunda deteksi). Pemilihan panjang gelombang tersebut, karena intensitas probabilitas terjadinya emisi pada panjang gelombang tersebut adalah paling besar dibandingkan panjang gelombang yang lain pada unsur yang sama⁽⁶⁾. Terlihat pada

gambar bahwa ketiga unsur tersebut mempunyai kecenderungan yang sama, intensitasnya meningkat sampai puncak 0.05 μ s kemudian menurun dengan bertambahnya umur plasma. Ini berarti jumlah emisi foton masih tinggi pada saat itu mencapai puncaknya. Sehingga waktu tersebut merupakan waktu pendeteksian terbaik untuk analisis kuanlitatif dari ketiga unsur

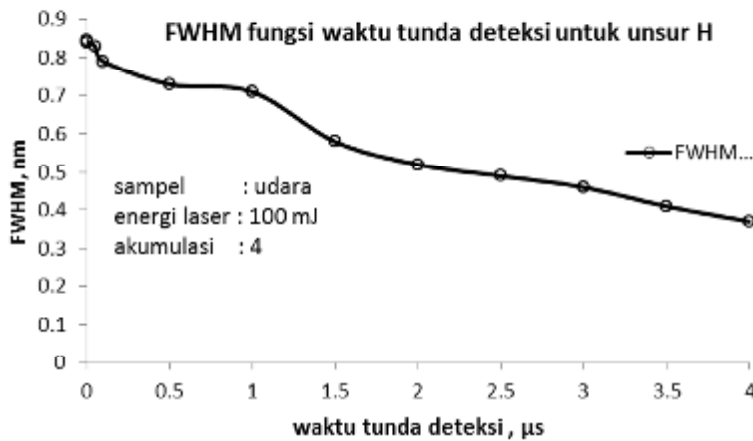
tersebut. Selain dari itu, grafik juga menunjukkan bahwa jumlah oksigen lebih besar dari nitrogen, (N =39 %, O = 55%, H = 5 % dan 1 % gas-gas lain) pada saat plasma berumur 0.05 μ s. Perubahan komposisi ini disebabkan karena molekul uap air (H₂O) terurai menjadi oksigen dan hidrogen saat ditembak oleh laser, sehingga jumlah oksigennya bertambah. Hal ini sangat

menguntungkan bagi kesehatan manusia, karena berkurangnya kelembahan udara dan bertambahnya oksigen.

Dalam keperluan analisis kuantitatif dan kualitatif maka perlu dilakukan karakteristik unsur yang berhubungan dengan ratio S/B dan FWHM yang masing-masing ditampilkan pada Gambar 4 dan Gambar 5.



Gambar 4. S/B fungsi waktu tunda deteksi unsur N, O dan H



Gambar 5. FWHM fungsi waktu tunda deteksi dari unsur H

Gambar 4, menunjukkan ratio signal terhadap signal latar (S/B) untuk unsur N, O dan H fungsi umur plasma atau waktu tunda deteksi. Ketiga unsur menunjukkan tren yang sama, semakin lama umur plasma

semakin meningkat nilai S/B nya. Ini menunjukkan nilai signal latar semakin kecil dengan bertambahnya umur plasma. Di awal terbentuknya plasma, kerapatan elektron sangat tinggi (dalam plasma primer).

Elektron-elektron ini bergerak dengan kecepatan tinggi dan bertumbukan dengan ion-ion dan melepaskan sebagian energinya dalam bentuk photon dengan panjang gelombang kontinu. Panjang gelombang ini yang menyebabkan terjadinya signal latar⁽⁵⁾. Dengan bertambahnya umur plasma kerapatan elektron menurun sehingga signal latarnya menurun. Namun pada saat umur plasma 4 μ s nilai S/B cenderung menurun. Ini disebabkan nilai signal latar konstan tetapi intensitas emisi atom netral baik N, O maupun H sudah menurun dengan makin lamanya umur plasma (life time).

Untuk keperluan analisis kualitatif dalam hal untuk memisahkan unsur-unsur yang mempunyai panjang gelombang sangat berdekatan agar tidak tumpang tindih, maka perlu dicari waktu tunda deteksi yang menghasilkan FWHM sempit. Berdasarkan spektra pada Gambar 2, bahwa unsur H yang mempunyai spektrum agak melebar (broadening) dibandingkan unsur N maupun O, untuk itu unsur H sebagai sampel untuk mencari FWHM fungsi waktu tunda deteksi dan hasilnya seperti pada Gambar 5. Gambar 5, menunjukkan lebar tengah dari spektrum H fungsi umur plasma. Semakin lama umur plasma semakin sempit spektrum dari spektrum H. Pada awal terbentuknya plasma, kerapatan partikel adalah tinggi. Keadaan ini menyebabkan atom-atom netral atau molekul-molekul bergerak dan saling bertumbukan yang menyebabkan terjadinya pergeseran panjang gelombang emisi yang ditangkap spektrometer dan menghasilkan pelebaran spektrum, proses ini sering disebut *Doppler broadening*⁽⁵⁾. Selain itu pelebaran spektrum juga akibat tumbukan antara ion-ion dengan elektron-elektron yang biasa disebut *stark broadening*⁽⁵⁾. Keadaan pelebaran spektrum ini akan menyebabkan kesulitan dalam aplikasi analisis kualitatif, karena kesulitan dalam memisahkan unsur-

unsur yang mempunyai panjang gelombang yang sangat berdekatan.

V. KESIMPULAN

Waktu pendeteksian terbaik untuk emisi atom netral hidrogen, oksigen dan nitrogen dalam udara dengan LIBS adalah berkisar dari 0.05 μ s sampai dengan 1 μ s dari setelah laser mengirradiasi sampel udara. Pada range waktu tersebut intensitas, S/B dan FWHM dari ketiga unsur tersebut masing-masing lebih besar dari 150 a.u, 10 dan lebih kecil dari 0.7 nm. Fenomena yang muncul setelah laser difokuskan ke udara bahwa persentasi oksigen lebih besar dari pada nitrogen

DAFTAR PUSTAKA

1. <http://ms.wikipedia.org/wiki/Udara/oksigen/Nitrogen>) diunduh pada tanggal 28-12-2012
2. K. Kagawa, M. Ohtani, S. Yokoi, and Najima: Spectrochim. Acta B, 39, (1984) p.525.
3. K. kagawa, T. Manda, M. Ueda, and Z Li : J. Spectrosc. Soc. Jpn, 40, (1991) p.150
4. H. Kurniawan, T. Kobayashi, and K. Kagawa :Appl. Spectrosc, 46, (1992) p.581.
5. David A. Cremers and Leon J. Radziemski : Handbook of Laser Induced-Breakdown Spectroscopy, John Wiley & Sons, Ltd, 2006 p. 23-27 dan p. 201-203
6. J. E. Sansonettia and W.C. Marti : *Handbook of Basic Atomic Spectroscopic Data*, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland 20899-0001, American Institute of Physics, 28 September 2005