



No Kontrak : 015/DCRG/URGE/2000

Laporan Akhir Penelitian DCRG

Judul Penelitian

Improvement in Elemental Analysis of Solid Sample by Laser Bombardment
At Reduced Pressure Using Confinement Plasma Technique

Peneliti

1. Dr. Wahyu Setia Budi, MS
2. Drs. Indras Marhaendrajaya, MSi
3. Dra. Wuryanti, MSi

Perguruan Tinggi Asal : FMIPA-Universitas Diponegoro
Host Institusi : Lab. Spektroskopi Terapan
Universitas Indonesia

DOMESTIC COLLABORATIVE RESEARCH GRANT
PROYEK PENELITIAN UNTUK PENGEMBANGAN PASCASARJANA/URGE
DIREKTORAT JENDERAL PENDIDIKAN TINGGI
DEPARTEMEN PENDIDIKAN NASIONAL
2000/2001

**LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN
LAPORAN HASIL PENELITIAN
PROGRAM DOMESTIC COLLABORATIVE RESEARCH GRANT
PROYEK PENELITIAN UNTUK PENGEMBANGAN PASCASARJANA/URGE**

A. Judul Penelitian : Improvement in Elemental Analysis of Solid Sample by Laser Bombardment at Reduced Pressure Using Confinement Plasma Technique

B. Tim Peneliti

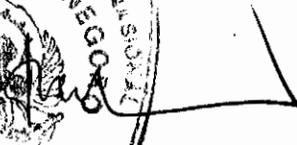
Nama Lengkap dan Gelar	Jenis Kelamin	Pangkat/Golongan/NIP	Bidang Keahlian	Fakultas / Jurusan	Perguruan Tinggi
1. Dr. Wahyu Setia Budi,MS	Pria	Pembina / IV a / 131 459 438	Fisika / Spektroskopi	MIPA Fisika	UNDIP
2. Drs. Indras Marhaendrajaya,MSI	Pria	Penata Muda/ III a / 132 000 000	Fisika / Ilmu Material	MIPA Fisika	UNDIP
3. Dra. Wuryanti, MSI	Wanita	Penata Tk II/ III d/ 131 672 946	Kimia / Biokimia	MIPA Kimia	UNDIP

**C. Pembimbing / Host Institusi : Dr. Hendrik Kurniawan /
Lab. Spektroskopi Terapan Program Pascasarjana Opto-Elektroteknika
dan Aplikasi Laser, Universitas Indonesia**

D. Pendanaan dan Jangka waktu Penelitian

1. Jangka Waktu penelitian di Host Institusi : 6 bulan
Jangka Waktu penelitian di tempat asal : 3 bulan
2. Biaya : Rp 109.204.300,-

**Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UNDIP**



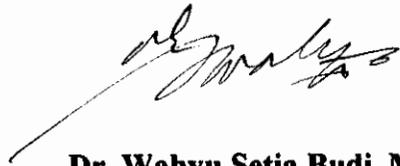
Drs. Mustafid, MEng, Ph.D
NIP. 130 877 409

**Mengetahui,
Ketua Lembaga Penelitian
Universitas Diponegoro**



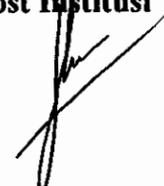
Prof. Dr. dr. Iga. Riwanto
NIP. 130 529 454

Peneliti



Dr. Wahyu Setia Budi, MS
NIP. 131 459 438

**Pembimbing dari
Host Institusi**



Dr. Hendrik Kurniawan

PRAKATA

Dalam buku ini disajikan laporan hasil penelitian Domestic Collaborative Research Grant Project URGE berjudul ; “*Improvement in Elemental Analysis of Solid Sample by Laser Bombardment at Reduced Air Pressure Using Confinement Plasma Technique*”, nomor kontrak 015/DCRG/URGE/2000. Laporan ini terdiri atas dua bagian. Bagian pertama mengenai proses pelaksanaan kegiatan, meliputi kegiatan magang dan pelaksanaan penelitian, bagian kedua berisi laporan hasil penelitian yang dilakukan.

Dalam laporan ini disampaikan pula alur penelitian baru yang merupakan pengembangan dari penelitian ini. Dalam alur baru ini dikembangkan teknik baru karakterisasi plasma dengan metode listrik guna melengkapi metode optik yang umum dilakukan untuk keperluan tersebut. Disamping itu dikembangkan pula metode “*new rainbow technique*” untuk mendeteksi gerakan muka gelombang kejut (*shock-wave front*) hasil interaksi laser target.

Pada kesempatan ini kami mengucapkan terimakasih kepada Pemimpin dan segenap jajaran Proyek URGE Ditjen Dikti, Depdiknas yang telah berkenan membiayai penelitian ini, juga kepada Kepala Laboratorium Spektroskopi Terapan, Program Studi Opto-Elektroteknika dan Aplikasi Laser, Universitas Indonesia; Dr. Hendrik Kurniawan, Meng.Sc yang telah memberikan kesempatan kepada kami untuk memanfaatkan segala fasilitas yang ada, sehingga penelitian ini dapat terlaksana. Terimakasih kami sampaikan pula kepada tim Laboratorium Laser, Jurusan Fisika FMIPA-Universitas Diponegoro atas segala dukungan maupun bantuan yang diberikan telah membantu hingga selesainya penelitian ini.

Semarang, Pebruari 2001

Tim peneliti,

Wahyu Setia Budi

Indras Marhaendrajaya

Wuryanti

BAGIAN 1. PROSES PELAKSANAAN KEGIATAN

PROSES PELAKSANAAN PENELITIAN

1. Efektivitas magang

- Intensitas komunikasi dengan pembimbing.

Selama magang penelitian di lembaga host “Lab. Spektroskopi terapan Universitas Indonesia” kami melakukan penelitian selama 5 hari dalam satu minggu, dari pukul 08.00 s/d 16.00 dengan efektivitas kerja (dikurangi waktu istirahat) antara 4 sampai 6 jam per hari. Intensitas komunikasi dengan pembimbing rata-rata 3 sampai 4 kali pertemuan dalam satu minggu. Pembimbing berada di laboratorium dari jam 08.00 s/d 16.00. Selama waktu tersebut, kami melakukan kegiatan penelitian bersama dengan pembimbing meliputi; pengamatan/pengambilan data, analisa data, diskusi, presentasi hasil serta menyusun paper hasil penelitian untuk dipublikasikan.

- Kecukupan peralatan dan efektivitas penggunaan.

Peralatan yang tersedia sangat memadai, termasuk untuk melakukan penelitian spektroskopi laser bertaraf internasional. Peralatan digunakan untuk penelitian DCRG, penelitian dalam rangka penyusunan disertasi, maupun penelitian dalam rangka penyusunan thesis magister, sehingga efektivitas penggunaan peralatan cukup tinggi. Setiap penelitian yang dilakukan ditargetkan untuk dapat dipublikasikan dalam journal internasional.

- Efektivitas pelaksanaan kerja di laboratorium.

Setiap peneliti diharapkan mengikuti seluruh kegiatan penelitian, meliputi seluruh topik yang dilakukan dari pukul 08.00 sampai 16.00. Kegiatan penelitian tersebut dimulai dengan penyusunan set-up eksperimen, pengamatan/pengambilan data, analisa dan pengolahan data, diskusi, presentasi hasil serta penyusunan paper hasil penelitian untuk dipublikasikan. Seluruh tahapan kegiatan penelitian tersebut dilakukan di laboratorium. Hal ini dimungkinkan dengan tersedianya kelengkapan fasilitas yang tidak terbatas pada peralatan spektroskopi tetapi sejumlah komputer dengan akses internet di laboratorium, termasuk perlengkapan makan dan minum.

2. Kontribusi magang terhadap kompetensi sebagai peneliti/akademisi.

Memberikan pengalaman melakukan kerjasama penelitian dengan peneliti dari berbagai institusi, meningkatkan intuisi untuk mengembangkan alur penelitian baru sebagai pengembangan dari penelitian yang telah dilakukan. Selain itu juga meningkatkan kemampuan untuk mengatasi masalah-masalah ilmiah maupun teknis yang dihadapi, pada saat pengamatan, pengambilan data, analisis dan pengolahan data.

3. Hambatan-hambatan yang terjadi dalam proses pelaksanaan.

Pemakaian alat diatur bergiliran dengan mahasiswa S2 dan S3, meskipun pada saat mahasiswa melakukan penelitian kami tetap mengikuti serta membantu pelaksanaan penelitian tersebut. Disisi lain, hal ini justru menambah pengalaman meneliti dengan berbagai topik dan metode.

4. Specific lessons learned

Memberikan pengalaman dalam merancang pengembangan penelitian meliputi; pengembangan alur baru, pengembangan metode baru, peningkatan keterlibatan mahasiswa dalam pengembangan laboratorium dan pelaksanaan penelitian. Untuk lebih meningkatkan penelitian dan mengembangkan laboratorium di institusi asal, peneliti DCRG yang telah memiliki rencana kelanjutan penelitiannya diberi kesempatan melanjutkan alur baru penelitiannya, dan lamanya waktu pelaksanaan program penelitian collaborative berikutnya dilakukan lebih lama di institusi asal.

5. Rencana kerja setelah penelitian DCRG

Mengembangkan Laboratorium Laser di Jurusan Fisika FMIPA UNDIP, dalam rangka melanjutkan alur baru hasil penelitian DCRG. Sebagai kelanjutan penelitian DCRG di institusi asal direncanakan pengembangan pembangkitan plasma dengan lucutan listrik, sedang pengamatan plasmanya dilakukan dengan metode optik dan metode listrik serta metode *new shadowgraph* dan *new rainbow technique* menggunakan laser He-Ne sebagai *probe light* yang merupakan alur baru hasil penelitian DCRG ini.

BAGIAN 2. LAPORAN HASIL PENELITIAN

IMPROVEMENT IN ELEMENTAL ANALYSIS OF SOLID SAMPLE BY LASER BOMBARDMENT AT REDUCED AIR PRESSURE USING CONFINEMENT PLASMA TECHNIQUE

Wahyu Setia Budi¹, Indras Marhaendrajaya¹ and Wuryanti²

ABSTRACT

Improvement in elemental analysis of solid sample by a Q-switched Nd-YAG laser bombardment at 2 Torr air pressure has been carried out by using a unique confinement technique, with the objective of suppressing the emission intensity of the plasma spectrum in order to increase sensitivity and accuracy of the spectrometer.

The procedure was accomplished by confining the plasma expansion region with two parallel glass plate 2.5 cm in width and 6 mm separation, so that the plasma expansion region was limited between the glass plates. By using this technique, we able to observe the cross sectional view of the plasma radiation at a certain growth of the plasma, revealed the occurrence of two-stage emission process; the shock excitation stage and the cooling stage.

Measurements performed on the time-profile of the plasma and relationship of the propagation length of the emission front with time, proved this two-stage hypothetical model. Furthermore, measurements on signal-to-background ratio for the two stage shows that the sensitivity and detection limit of the spectrometer on shock excitation stage for confined plasma increases five times compare with free expansion plasma. The calibration curve also shows the good linear relationship between secondary plasma emission intensity and element concentration in the target. This experiment results has provided that by using this confinement technique the laser spectrometer with high sensitivity and accuracy has been realized.

¹Department of Physics, Faculty of Mathematics and Sciences,
Diponegoro University, Tembalang Campus , Semarang 50275, Indonesia.

²Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Sciences,
Diponegoro University, Tembalang Campus , Semarang 50275, Indonesia.

RINGKASAN

Telah dilakukan pembangkitan plasma sekunder dari sampel-sampel padat berupa pelat tembaga, seng dan alloy (15% perak, 10% tembaga dan 70% emas) dengan memfokuskan laser Nd-YAG yang dioperasikan pada modus Q-switched pada permukaan target dilingkungan udara bertekanan 2 Torr. Plasma sekunder yang proses eksitasinya melalui mekanisme gelombang kejut memancarkan emisi berupa garis-garis atomik yang tajam dengan latar belakang rendah, diketahui pula bahwa kandungan ion dalam plasma sangat rendah, hal ini menjanjikan teknologi baru bagi aplikasinya untuk analisis elemen dengan sensitivitas tinggi tanpa perlakuan awal (*pretreatment*) pada sampel. Metode ini selanjutnya dinamakan "*Laser Induced Shock Wave Plasma Spectroscopy*" (LISPS). Namun semua keunggulan tersebut bergantung pada karakteristik plasma yang dibangkitkan, pengendalian dan peningkatan karakteristik tersebut merupakan salah satu tujuan penelitian ini.

Pada penelitian ini dilakukan improvement metode LISPS dengan menggunakan teknik pembatasan daerah ekspansi plasma (*confinement technique*). Pembatasan tersebut dilaksanakan dengan pemasangan dua kaca paralel selebar 2,5 cm dan jarak pemisahan 6 mm. Dengan demikian pengamatan plasma sekunder hanya dilakukan dalam batas kedua kaca tersebut, sehingga setiap tampang lintang (*cross section*) dalam batas itu bersesuaian dengan tahap ekspansi yang sama, dan tidak terjadi tumpang tindih data emisi dari tahap ekspansi yang berlainan. Profil waktu intensitas emisi plasma dan hubungan antara kecepatan propagasi muka emisi dengan waktu untuk confined plasma menunjukkan bahwa, proses proses dinamika plasma sekunder terdiri atas dua stage yaitu; daerah tahap eksitasi gelombang kejut ("the shock excitation stage") dan tahap pendinginan ("the cooling stage"). Selanjutnya dilakukan pengambilan spektrum, pengukuran intensitas emisi meliputi emisi atom neutral dan emisi ionik, pengukuran S/B rasio dan pengukuran sensitivitas deteksi pada ; "tahap eksitasi gelombang kejut" (*the "shock excitation stage"*) dan pada "tahap pendinginan" (*the "cooling stage"*) sebagai fungsi parameter operasi. Data yang diperoleh selanjutnya dianalisis untuk menentukan kondisi operasi yang optimal guna meningkatkan sensitivitas.

Dari hasil penelitian ini diketahui bahwa teknik pembatasan daerah ekspansi plasma (*confinement technique*) dapat memisahkan tumpang tindih data emisi dari tahap ekspansi yang berbeda. Sedang dalam aplikasinya untuk analisis elemental mampu

meningkatkan S/B rasio dari spektrometer laser hampir lima kali lipat, sehingga sensitivitasnya meningkat menjadi lima kali lebih peka. Confined plasma yang dibangkitkan dengan pembatasan daerah ekspansi plasma (*confinement technique*) ini dapat diterapkan untuk analisa kuantitatif karena hubungan intensitas emisi terhadap konsentrasi unsur dalam sampel memiliki linearitas yang sangat baik dengan koefisien korelasi sebesar 0,99. Dengan demikian metoda teknik pembatasan daerah ekspansi plasma (*confinement technique*) ini dapat diterapkan untuk analisa kualitatif dan kuantitatif dengan sensitivitas dan akurasi yang tinggi.

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR.....	v
DAFTAR GAMBAR.....	vi
DAFTAR TABEL.....	vi
DAFTAR LAMPIRAN.....	vi
I. PENDAHULUAN	1
II. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN.....	2
II.1. Tujuan Penelitian.....	2
II.2. Manfaat Penelitian.....	2
III. TINJAUAN PUSTAKA	3
IV. METODOLOGI / PROSEDUR PENELITIAN	4
V. HASIL DAN PEMBAHASAN	6
VI. KESIMPULAN DAN ALUR PENELITIAN BARU	
HASIL PENELITIAN DCRG.....	13
VI.1. Kesimpulan.....	13
VI.2. Alur penelitian baru hasil penelitian DCRG.....	14
DAFTAR PUSTAKA.....	15
LAMPIRAN.....	17

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. S/B rasio untuk sampel <i>alloy</i> (KI8-5B).....	12
Tabel 2. Limit deteksi spektrometer untuk sampel <i>alloy</i>	12

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Spektrometer dengan menggunakan monokromator.....	6
Gambar 2. Spektrometer dengan sistem OMA	6
Gambar 3a. Foto free expansion plasma pada tekanan udara 2 Torr, energi laser 80 mJ.....	7
Gambar 3b. Foto confined plasma pada tekanan udara 2 Torr, energi laser 80 mJ.....	7
Gambar 4a. Profil waktu intensitas emisi Cu (I)521.8 nm dari free expansion plasma pada tekanan udara 2 Torr.....	7
Gambar 4b. Profil waktu intensitas emisi Cu (I)521.8 nm dari confined plasma pada tekanan udara 2 Torr.....	7
Gambar 5. Hubungan jarak propagasi muka plasma sebagai fungsi waktu.....	8
Gambar 6a. Spektrum emisi plasma sekunder dari free expansion plasma, sampel tembaga pada tekanan 2 Torr, posisi <i>shock excitation stage</i>	8
Gambar 6b. Spektrum emisi plasma sekunder dari free expansion plasma, sampel tembaga pada tekanan 2 Torr, posisi <i>cooling stage</i>	8
Gambar 6c. Spektrum emisi plasma sekunder dari confined plasma, sampel- tembaga pada tekanan 2 Torr, posisi <i>shock excitation stage</i>	9
Gambar 6d. Spektrum emisi plasma sekunder dari confined plasma, sampel- tembaga pada tekanan 2 Torr, posisi <i>cooling stage</i>	9
Gambar 7a. Spektrum emisi plasma sekunder dari free expansion plasma, sampel <i>alloy</i> (KI8-5B) pada tekanan 2 Torr, posisi <i>shock excitation stage</i>	11
Gambar 7b. Spektrum emisi plasma sekunder dari free expansion plasma, sampel <i>alloy</i> (KI8-5B) pada tekanan 2 Torr, posisi <i>cooling stage</i> ..	11
Gambar 7c. Spektrum emisi plasma sekunder dari confined plasma, sampel <i>alloy</i> (KI8-5B) pada tekanan 2 Torr, posisi <i>shock excitation stage</i>	11
Gambar 7d. Spektrum emisi plasma sekunder dari confined plasma, sampel- <i>alloy</i> (KI8-5B) pada tekanan 2 Torr, posisi <i>cooling stage</i>	11
Gambar 8. Kurva hubungan intensitas emisi confined plasma.....	13

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

LAMPIRAN 1. Paper berjudul; <i>“Direct Charge Current Measurement of the Plasma Induced by Nd-YAG Laser at Low Pressure”</i> Accepted to presented and published on International Conference on Electrical, Electronics, Communication, and Information (CECI’2001, March 7-8).	17
--	----

I. PENDAHULUAN

Pembangkitan plasma dengan memfokuskan pulsa laser daya tinggi pada permukaan target padat merupakan pokok penelitian yang menarik, dan menjanjikan teknologi baru bagi aplikasinya dalam bidang analisis spektrokimia dengan sensitivitas tinggi, tanpa perlakuan awal (*pretreatment*) pada sampel. Sebagai aplikasinya, plasma tersebut di atas dapat dikembangkan untuk menentukan kandungan kontaminasi dalam suatu material padat, seperti kadar unsur ringan dalam sampel yang sukar dideteksi dengan AAS (*Atomic Absorption Spectrometry*) dan NAA (*Neutron Activation Analysis*).

Dari studi yang telah dilakukan diketahui bahwa penembakan pulsa laser terhadap target padat pada tekanan rendah akan membangkitkan plasma primer dan plasma sekunder¹⁻¹¹. Plasma sekunder ini merupakan daerah emisi yang sangat berguna untuk analisis elemental secara kualitatif maupun kuantitatif, karena absorpsi diri dapat diabaikan sehingga sinyal spektral dapat diamati dengan jelas berbentuk spektrum garis-garis atomik yang tajam dengan hubungan intensitas emisi yang bersifat linear terhadap kandungan material yang bersangkutan^{8,12-14}. Telah ditunjukkan pula bahwa proses eksitasi plasma sekunder melalui mekanisme gelombang kejut, dan plasma primer berfungsi selaku sumber energi ledakan awal³⁻¹¹. Selanjutnya teknik analisis elemen dengan pembangkitan plasma sekunder hasil irradiasi laser ini disebut *Laser Induced Shock Wave Plasma Spectroscopy* (LISPS). Diketahui pula bahwa kandungan ion dalam plasma sangat rendah^{10,15}, berarti emisi latar belakang sangat rendah sehingga memungkinkan realisasi metoda pengukuran dengan sensitivitas tinggi. Namun semua keunggulan tersebut bergantung pada karakteristik plasma yang dibangkitkan. Pengendalian dan peningkatan karakteristik tersebut merupakan salah satu tujuan penelitian ini.

Pada penelitian sebelumnya dengan menggunakan teknik pembatasan daerah ekspansi plasma (*confinement technique*)¹¹, kami telah berhasil mengkaji proses dinamika plasma sekunder hasil pembangkitan laser Nd-YAG yang dioperasikan pada modus Q-switched. Analisis data yang diperoleh menghasilkan kesimpulan bahwa plasma sekunder dibangkitkan melalui mekanisme gelombang kejut, sedangkan proses dinamika plasma sekunder terdiri atas dua tahap, yaitu ; “tahap eksitasi gelombang kejut” (*the “shock excitation stage”*) dan “tahap pendinginan” (*the “cooling stage”*).

Pada spektrometri atomik umumnya atom-atom dieksitasikan dengan lucutan listrik, sedang pada *Laser Induced Shock Wave Plasma Spectroscopy* (LISPS) atom-atom

dalam plasma sekunder mengalami mekanisme proses eksitasi termal dan bersifat transien. Mekanisme eksitasi ini memberikan kemungkinan kondisi yang menguntungkan untuk analisa elemental dengan sensitivitas yang tinggi untuk dapat menekan laju produksi ion dan menurunkan emisi latar belakang yang bersifat kontinu.

Dalam penelitian ini dilakukan karakterisasi terhadap tampang lintang (*cross sectional view*) dari ekspansi plasma sekunder tanpa gangguan tumpang tindih data. Guna keperluan karakterisasi tersebut digunakan teknik pembatasan daerah ekspansi plasma yang unik (*confinement technique*). Pembatasan tersebut dilaksanakan dengan pemasangan dua kaca paralel di depan target. Dengan demikian setiap tampang lintang dalam batas tersebut bersesuaian dengan tahap ekspansi yang sama. Selanjutnya dilakukan pengambilan spektrum, pengukuran intensitas emisi plasma sekunder, meliputi emisi atom neutral dan emisi ionik, pengukuran S/B ratio dan pengukuran sensitivitas deteksi pada ; “tahap eksitasi gelombang kejut” (*the “shock excitation stage”*) dan pada “tahap pendinginan” (*the “cooling stage”*) sebagai fungsi parameter operasi. Data yang diperoleh selanjutnya dianalisis untuk menentukan kondisi operasi yang optimal guna meningkatkan sensitivitas. Dari hasil penelitian ini diketahui bahwa teknik pembatasan daerah ekspansi plasma (*confinement technique*) dapat memisahkan tumpang tindih data emisi dari tahap ekspansi yang berbeda. Sedang dalam aplikasinya untuk analisis elemental mampu meningkatkan S/B rasio dari spektrometer laser hampir lima kali lipat, sehingga sensitivitasnya juga menjadi lima kali lebih peka. Selain itu dapat diterapkan untuk analisa kuantitatif karena hubungan intensitas emisi bersifat linear terhadap konsentrasi unsur dalam sampel seperti halnya free expansion plasma.

II. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

II. 1. Tujuan Penelitian

1. Mengkaji, mengendalikan dan meningkatkan karakteristik dinamika plasma.
2. Menentukan korelasi antara karakteristik dinamika plasma dengan parameter operasi yang optimal, guna meningkatkan sensitivitas dan akurasi dalam rangka aplikasinya untuk analisis elemental.

II.2. Manfaat Penelitian

Memperoleh pedoman parameter operasi optimal guna mengendalikan dan meningkatkan sensitivitas metoda pembangkitan plasma gelombang kejut, sebagai