

---

## APLIKASI LASER DALAM ANALISA UNSUR DENGAN TEKNIK PEMBANGKITAN PLASMA DAN METODE PELAPISAN

**Maria M. Suliyanti**

Pusat Penelitian Fisika-LIPI, Kawasan Puspiptek Serpong 15314 Tangerang Selatan  
E-mail: mari004@lipi.go.id; msuliyanti@yahoo.com

### ABSTRAK

Telah dilakukan studi penelitian tentang aplikasi laser untuk analisa unsur dalam *hard fossil* dengan menggunakan *Laser Induced Shock Wave Plasma Spectroscopy* (LISPS). Penelitian dilakukan dengan menggunakan laser Nd:YAG (1,064 nm, 100 mJ, 8 ns) yang difokuskan pada sampel *hard fossil* dengan tekanan udara 3 Torr. Hasil penelitian menunjukkan bahwa untuk elemen-elemen tertentu pada sampel *hard fossil* seperti silikon, teknik ablasi langsung tidak dapat digunakan untuk proses analisa unurnya. Hal ini disebabkan bahwa dalam kenyataan silikon mempunyai ikatan yang sangat kuat dibanding unsur-unsur yang lain. Untuk mengatasi hal tersebut, dibuat lapisan tipis dari sampel *hard fossil* dengan anggapan bahwa pada sampel berbentuk lapisan tipis proses atomisasi yang terjadi akan lebih mudah dibanding sampel dalam bentuk bulk yang keras. Hasil eksperimen menunjukkan bahwa dengan sampel lapisan tipis *hard fossil* yang dibuat pada plat perak/Ag pada tekanan 3 Torr, teknik ini memberikan hasil analisa yang bagus dari berbagai elemen yang dikandungnya sebagaimana ditunjukkan dalam spektrum garis emisi yang sangat tajam dari Si (Silikon) 288.1 nm, Ca (Kalsium) II 393.3 nm, Ca II 396.8 nm, Ca I 422.6 nm dan Na (Natrium) I 588.9 nm, Na I 589.5 nm dan H (Hidrogen) I 656.2 nm dengan cacah latar rendah.

**Kata kunci:** *Laser Induced Shock Wave Plasma Spectroscopy* (LISPS), Analisa unsur *hard fossil*, metoda lapisan tipis.

### ABSTRACT

*Research study about laser application for analysis of hard fossil elements using Laser Induced Shock Wave Plasma Spectroscopy (LISPS) has been done using Nd:YAG laser (1,064 nm, 100 mJ, 8 ns) focused at hard fossil on 3 Torr air pressure. The results give impression that for certain elements found in hard fossil such as silicon, the direct laser ablation technique cannot be applied to analyze its elements due to the fact that the silicon is strongly bounded to other constituents. To overcome the above shortcoming, a thin film was prepared from the hard fossil sample because it is assumed that in the case of thin film sample, the atomization process will proceed more easily compared to a hard bulk sample. The result showed that with sample from hard fossil thin film made on Ag plate under 3 Torr air pressure, this technique gives good analysis results from some contained-elements shown in the three strong lines of Silicon Si 288.1 nm, calcium, Ca II 393.3 nm, Ca II 396.8 nm and Ca I 422.6 nm and Na I 588.9 nm, Na I 589.5 nm and H I 656.2 nm with extremely low background signal.*

**Keywords:** *Laser Induced Shock Wave Plasma Spectroscopy* (LISPS), *hard fossil element-analyzes, thin film method.*

### PENDAHULUAN

Metoda analisis spektrokimia merupakan metode analisis yang paling luas digunakan baik untuk analisa elemen secara kuantitatif maupun kualitatif. Penentuan unsur merupakan hal yang paling sering dilakukan dengan menggunakan *atomic emission* atau *atomic absorption spectroscopy*. Ini

---

dikarenakan tidak diperlukannya perlakuan awal sampel yang rumit dalam teknik ini dan penyempurnaan yang selalu berlanjut dalam teknik deteksi emisi ini. Teknik ini sangat tepat terutama untuk analisa elemen berdasarkan pada emisi atomik dari plasma laser hasil pembangkitan dengan memfokuskan laser pada permukaan sampel. Analisa spektroskopik dari pancaran emisi memberikan hasil informasi komposisi elemen dari sampel. Selanjutnya teknik ini dikenal dengan nama *Laser Atomic Emission Spectrochemical Analysis (LAESA)* yang pertama kali diperkenalkan oleh Brech dan Cross pada tahun 1962 [1].

LAESA didorong dalam dua arah pengembangan [2,3]. Pengembangan pertama menggunakan gas lingkungan dengan tekanan tinggi yang dikenal dengan teknik *Laser Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)*, pertama kali diperkenalkan oleh Radziemski dan kawan-kawan [4,5]. Pada teknik ini biasanya digunakan laser pulsa daya tinggi yang difokuskan pada permukaan target di lingkungan udara bertekanan tinggi (1 atm). Akibat interaksi laser dengan target, akan dibangkitkan mikro plasma dengan densitas dan temperatur yang sangat tinggi serta akan dihasilkan spektrum emisi kontinu yang sangat kuat, diikuti oleh proses absorpsi sendiri sehingga kurva kalibrasi yang didapatkan akan tidak linier. Untuk mengurangi cacah latar pada pengamatan spektrum emisi digunakan *Optical Multichannel Analyzer (OMA)*.

Pengembangan kedua dari teknik LAESA melibatkan penggunaan gas lingkungan pada tekanan rendah yang dikenal dengan *laser-induced shock-wave plasma spectroscopy (LISPS)* [6,7]. Pada berbagai eksperimen selanjutnya, telah ditunjukkan bahwa emisi plasma pada tekanan rendah mempunyai karakteristik yang baik untuk analisa spektrokimia. Pertama kali metoda ini diperkenalkan oleh Kagawa dan kawan-kawan [6] dengan menggunakan berkas laser gas atau zat padat yang mempunyai energi tinggi dengan lebar pulsa yang relatif sempit (ns) yang difokuskan pada permukaan sampel pada udara bertekanan rendah (1 Torr).

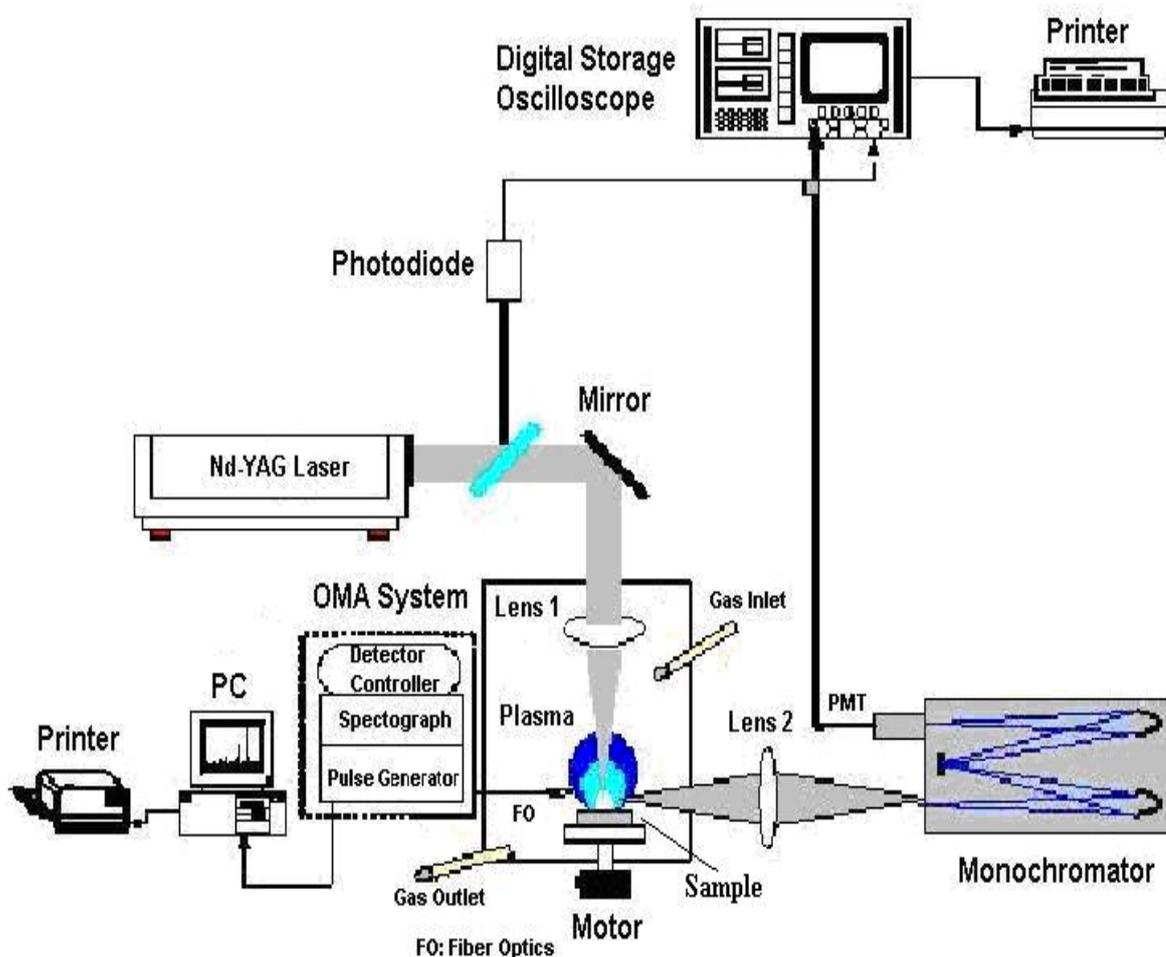
Hasil penelitian dari studi berkelanjutan yang dilakukan oleh Kurniawan dan kawan-kawan [7] dengan menggunakan teknik cacah waktu, menunjukkan bahwa gelombang kejut memegang peranan penting dalam proses eksitasi plasma sekunder ini, dengan plasma primer sebagai sumber energi ledakan awal. Karakteristik spektrum emisi plasma sekunder yang disebutkan diatas menunjukkan keunggulan untuk analisa unsur baik secara kualitatif maupun kuantitatif, karena adanya hubungan yang linier antara intensitas emisi dengan kandungan unsur.

Pada paper ini akan digunakan teknik LISPS untuk analisa element dari sample *fossil* yang sangat tua dengan umur sekitar 1.000.000 tahun. Seharusnya pada *fossil* yang tua, kandungan silikon merupakan kandungan utama [8], tetapi pada kenyataannya silikon tidak terdeteksi. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh kenyataan bahwa silikon mempunyai ikatan yang sangat kuat dengan

elemen yang lain, sehingga untuk analisa dicari metoda lain yaitu dengan membuat lapisan tipis terlebih dahulu dan teknik ini ternyata cukup berhasil.

## METODOLOGI

Pada eksperimen analisa unsur *hard fossil* digunakan laser pulsa Nd:YAG 1064 nm (Quanta Ray, LAB SERIES, 8 ns) yang dioperasikan pada mode *Q-Switch* pada frekuensi repetisi 10 Hz, dengan energi yang diatur pada 100 mJ. Berkas laser difokuskan dengan lensa pemfokus ( $f=100\text{mm}$ ) melalui jendela quartz ke permukaan sampel. Sampel yang digunakan adalah sampel *fossil* yang ditempatkan pada ruang yang terbuat dari logam berukuran ( $11 \times 11 \times 25 \text{ cm}^3$ ), yang dapat divakumkan dengan pompa vakum dan dapat diisi gas sesuai dengan tekanan yang diinginkan. Aliran gas dalam ruang vakum diatur oleh *needle valve* dan tekanan dalam ruang vakum dimonitor dan diukur dengan digital *pirani meter*. *Set-up* eksperimen analisa unsur *hard fossil* ditunjukkan pada Gambar 1.

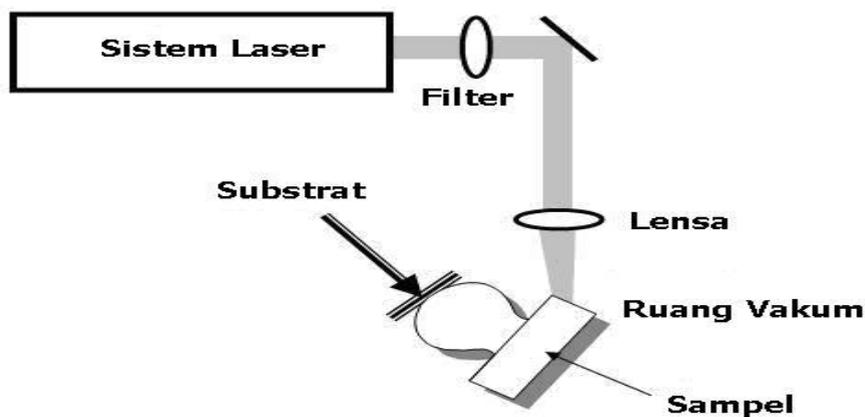


Gambar 1. *Set-up* peralatan untuk proses analisa unsur *hard fossil*.

Sampel dan keseluruhan ruang vakum secara bersamaan dapat digerakkan ke dua arah relatif terhadap arah radiasi laser dengan menggunakan step motor dan pada arah tegak lurus radiasi laser dengan mikrometer. Disamping jendela quartz, ruang vakum dilengkapi dengan dua jendela kaca untuk pengamatan spektral dan visual yang dibuat berukuran besar ( $7 \times 7 \text{ cm}^2$ ) sehingga tidak menghalangi citra plasma jika posisi ruang vakum dirubah. Tekanan ruang vakum diatur pada lingkungan gas udara sebesar 3 Torr. Radasi plasma dideteksi menggunakan *optical multichanel analyzer* (OMA system) dengan bantuan serat optik yang ditempatkan pada daerah emisi plasma sekunder.

Sebagaimana telah dikemukakan terdahulu, agar dapat memperoleh hasil analisa unsur untuk *hard fossil*, pada sampel *fossil* dibuat lapisan tipis terlebih dahulu. Pembuatan lapisan tipis *hard fossil* dilakukan dengan cara iradiasi laser ke sampel *hard fossil* dan di depan plasma *fossil* diletakkan substrat pelat Ag, dengan jarak substrat - sampel sekitar 1 cm dan sudut  $45^\circ$ . Iradiasi laser dilakukan sampai terbentuk lapisan yaitu sekitar 10 sampai 15 menit dengan frekuensi laser 10 Hz.

*Set-up* yang dipakai dalam pembuatan lapisan hard fossil ditunjukkan Gambar 2. Hasil lapisan tipis inilah yang kemudian diiradiasi laser untuk melihat kandungan dari sampel *hard fossil*. Untuk menghindari terjadinya ablasi dari substrat perak maka proses iradiasi laser dibuat tidak pada titik fokusnya tetapi diusahakan masih cukup kuat untuk mengatomisasi sampel lapisan.



**Gambar 2. Set up pembuatan lapisan tipis hard fossil dengan teknik deposisi laser.**

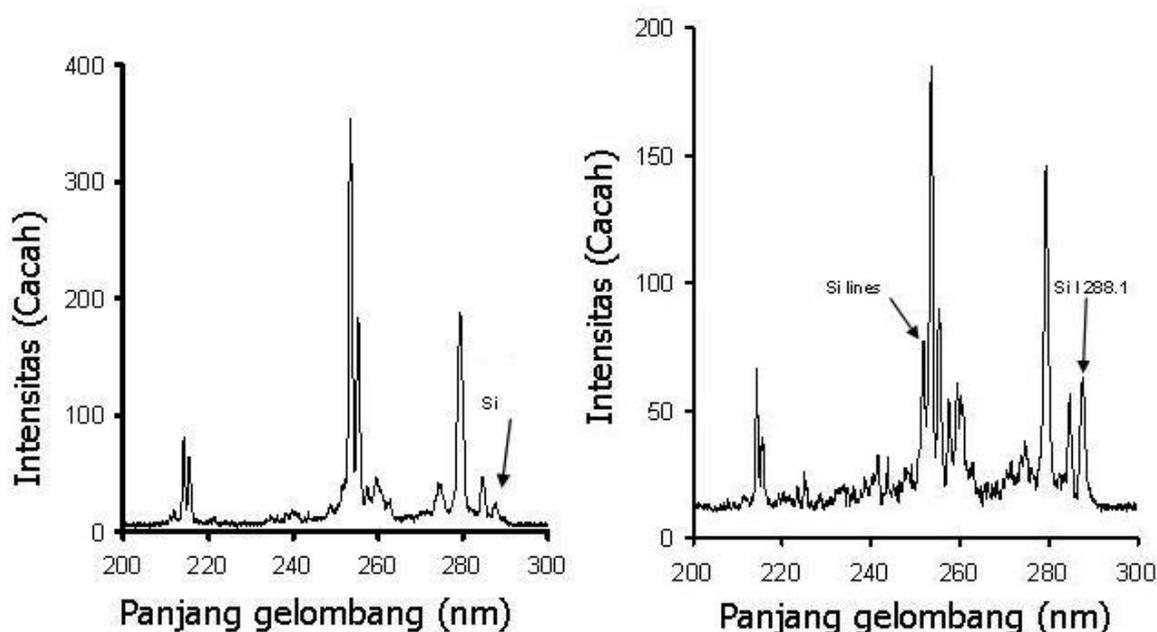
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 3 disajikan hasil eksperimen untuk karakterisasi sampel *hard fossil* berupa spektrum emisi pada daerah panjang gelombang 200 - 300 nm. Spektrum emisi sampel menunjukkan

hasil yang berbeda untuk kedua jenis sampel *hard fossil* terutama pada garis Silikon/Si I 251,6 nm dan Si I 288,1 nm. Pada sampel yang masih berbentuk *bulk* atau belum dibuat lapisan, garis spektrum Si I 251,6 nm tidak tampak dan garis spektrum Si I 288,1 nm terlihat sangat kecil (Gambar 3 kiri).

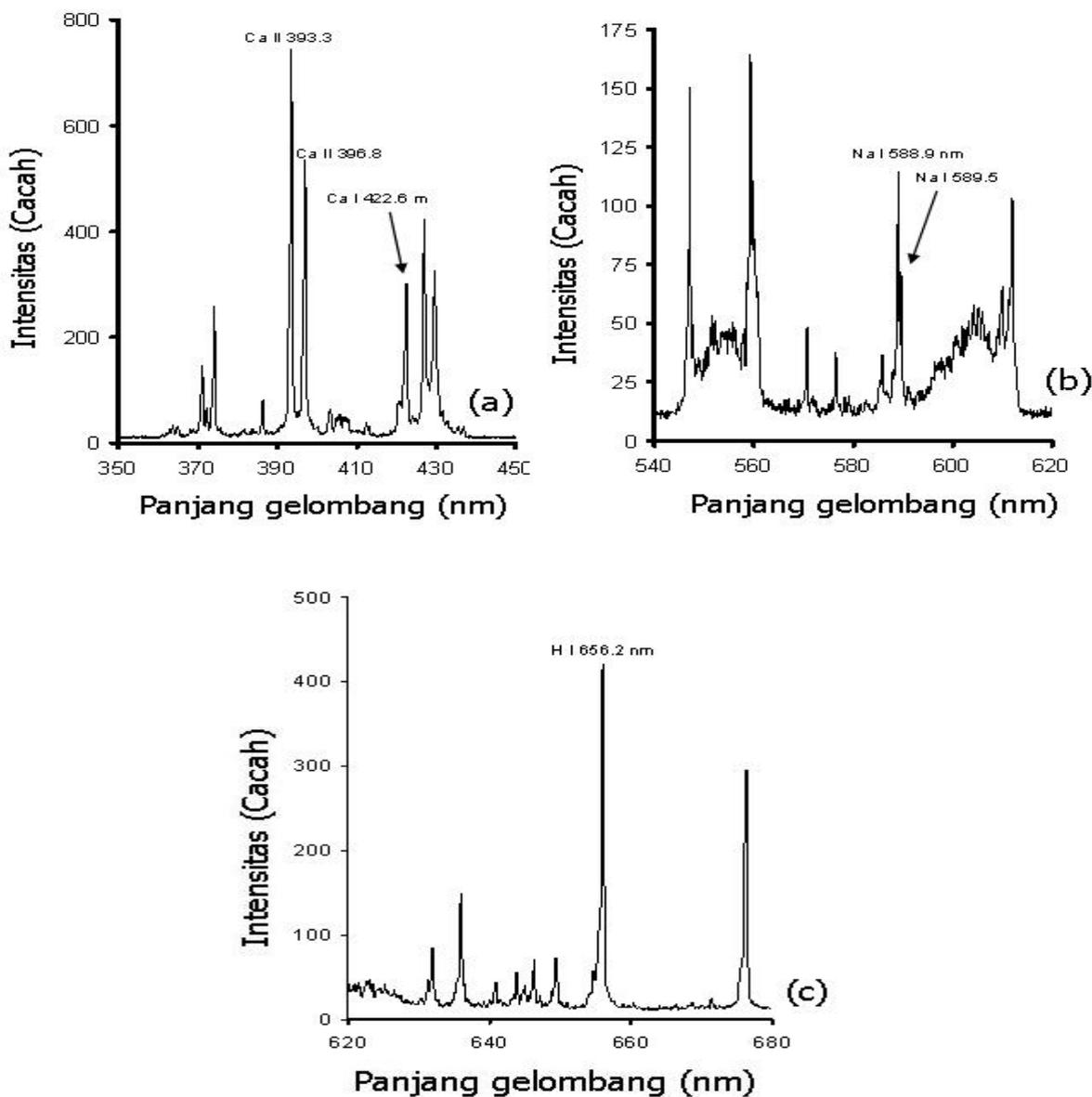
Hasil karakterisasi ini akan sangat berbeda bila dibandingkan dengan hasil setelah sampel diberi lapisan tipis (Gambar 3 kanan) dimana dengan jelas terlihat garis spektrum emisi baik untuk garis spektrum Si I 251,6 nm dan garis spektrum Si I 288,1.

Hasil-hasil yang telah diperoleh ini menunjukkan bahwa teknik pelapisan pada metode *pulse laser deposition* lebih efektif untuk analisa material khususnya untuk material yang mempunyai unsur-unsur ikatan molekuler yang kuat seperti Silikon.



**Gambar 3.** Spektrum emisi dari sampel *hard fossil*, kiri: sebelum dibuat lapisan tipis (*bulk sample*), kanan: setelah dibuat lapisan tipis.

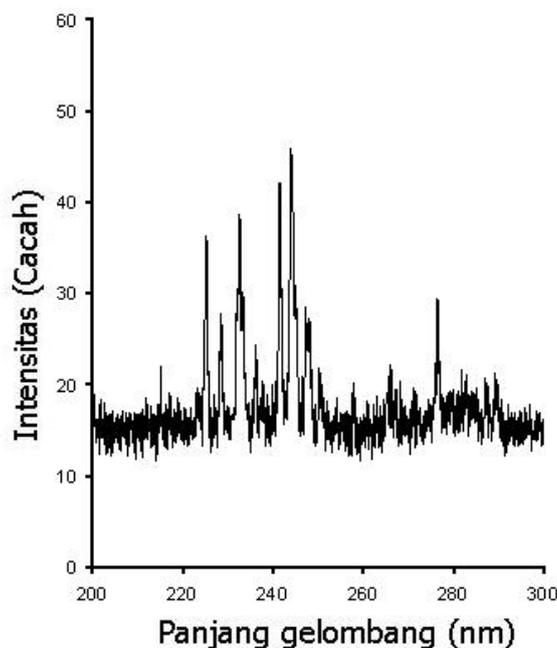
Disamping spektrum garis Si, dapat dilihat dengan jelas juga bahwa pada daerah panjang gelombang 350 nm - 450 nm muncul 3 garis spektrum dari Ca yaitu Ca I 393,3 nm Ca I 396,8 nm dan Ca I 422,6 nm (Gambar 4.a). Kemudian pada daerah panjang gelombang 540 nm -620 nm, nampak 2 garis spektrum dari sodium yaitu Na I 588,9 nm dan Na I 599,5 nm (Gambar 4.b). Sedangkan pada daerah panjang gelombang 620 nm sampai 680 nm terlihat jelas garis spektrum dari Hidrogen yaitu pada daerah H I 656,2 nm (Gambar 4.c).



**Gambar 4.** Spektrum emisi dari sampel lapisan tipis *hard fossil* pada daerah panjang gelombang: a) 350 – 450 nm (b) 540 – 620 nm (c) 620 – 680 nm.

Untuk membuktikan atau meyakinkan bahwa plasma yang terbentuk adalah dari lapisan dan bukan dari subtarget perak (Ag) maka dicoba juga untuk mengambil spektrum dari plasma yang terbentuk dari subtarget Ag sebelum dilapisi dengan *fossil* dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 5. Spektrum ini dihasilkan dari plasma yang terbentuk akibat interaksi subtarget (Ag) dengan laser dan hendak dibandingkan dengan spektrum emisi pada Gambar 3 (kiri) yang dihasilkan dari plasma hasil interaksi dari lapisan *fossil* pada substrat Ag. Dari kedua gambar terlihat hasilnya sangat berbeda dan

untuk spektrum substrat Ag cacah latarnya lebih banyak. Pada akhirnya, dari kedua gambar tersebut dapat diyakinkan bahwa spektrum yang terjadi memang benar-benar dari lapisan *fossil*.



**Gambar 5. Spektrum emisi dari plasma yang terbentuk akibat interaksi subtarget (Ag) dengan laser.**

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat ditunjukkan bahwa dalam analisa unsur material *hard fossil* tidak cukup hanya dengan menggunakan metode *pulsed laser deposition* tapi juga memerlukan teknik pelapisan. Khusus untuk material yang mempunyai unsur-unsur dengan ikatan atom yang sangat kuat seperti Si perlu dibuat lapisan tipis dari material tersebut terlebih dulu dengan menggunakan teknik *pulsed laser deposition*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan teknik laser ini sampel *hard fossil* mempunyai kandungan berbagai unsur seperti Silikon (Si), Kalsium (Ca), Natrium (Na) dan Hidrogen. Diharapkan teknik ini bisa berperan dalam studi penelitian analisa unsur pada material khususnya material yang mengandung berbagai unsur yang mempunyai ikatan atom sangat kuat yang biasanya susah untuk dideteksi dengan metoda lain.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih ditujukan kepada semua pihak yang telah membantu dalam penelitian ini terutama kepada Dr. Hendrik Kurniawan dan Dr. Tjung Jie Lie di Pusat Riset Yayasan Maju Makmur

Mandiri yang telah memfasilitasi peralatan dan sampel yang diperlukan dan teman-teman yang telah membantu dalam pengambilan data.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Cremers, D.A., and L. J. Radziemski. *Spectroscopy and Its Application*, edited by R. W. Solarz and J. S. Paisner \_Marcel Dekker, New York, 1987, pp. 351–415.
2. Laqua, K. *Analytical Laser Spectroscopy*, edited by N. Omenetto, New York: Wiley, 1979, pp. 47–118.
3. Piepmeier, E.H. *Analytical Applications of Lasers*. New York: Wiley, 1986, pp. 627–669.
4. Loree, T.R. and L. J. Radziemski. *Plasma Chem. Plasma Process.* 1 (1981): 271.
5. Radziemski, L.J. and T. R. Loree. *Plasma Chem. Plasma Process.* 1 (1981): 281.
6. Kagawa, K., M. Ohtani, S. Yokoi, and S. Nakajima, *Spectrochim. Acta*, 39B, (1984): 525.
7. Kurniawan, K.H., K. Lahna, T. J. Lie, K. Kagawa, and M. O. Tjia. *Appl. Spectrosc.* 55 (2001): 92.
8. Suliyanti, Maria Margaretha, Sar Sardy, Anung Kusnowo, Rinda Hedwig and Syahrin Nur Abdulmadjid, K. Hendrik Kurniawan, Tjung Jie Lie, Merincan Paedede, Kiichiro Kagawa, May On Tjia. *Journal of Applied Physics* 97 (2005): 053305.