

TEKNIK DEFLEKSI FOTOTERMAL BAHAN PADAT

Subarkah, Sigit Haryanto, Anwar Budianto

PPNY-BATAN, Jl. Babarsari P.O.Box 1008 YOGYAKARTA 55010

ABSTRAK

Teknik defleksi fototermal bahan padat. Telah dilakukan pengamatan serapan panas optis bahan padatan dengan teknik defleksi fototermal. Bahan yang digunakan keramik sebagai cuplikan padatan dengan ukuran panjang 5 Cm, lebar 2 cm dengan ketebalan 0,6 cm. Bahan tersebut diletakkan pada bangku optik yang dilengkapi dengan mikrometer untuk dapat mengatur gerakan cuplikan terhadap sumber cahaya penguji. Cuplikan yang sudah diatur gerakannya ditembaki dengan laser CO₂ serba garis (multiline) sebagai cahaya pemompa yang memiliki panjang gelombang 9 - 11 μ m, cahaya penguji yang dilewatkan diatas cuplikan adalah laser He Ne yang mempunyai panjang gelombang 632 nm. Detektor posisi diletakkan pada posisi 5 m terhadap tempat cuplikan. Serapan panas optis terbesar pada panjang gelombang laser yang digunakan yaitu pada cabang 10P(36).

ABSTRACT

Photothermal deflection technique of solid materials. The photothermal deflection technique the thermally absorption of solid material, has been observed. The solid material is of ceramic as a solid sample with 5 cm long, 2 cm width and 0,6 cm thick. The sample is installed on the optic table with a micrometer as a tool to govern the sample movement in accordance with the laser probe beam. The sample that is already governed is bombarded by modulated CO₂ laser multilines as a pump beam having 9 - 11 μ m wave length. The probe beam thrown on the surface sample is HeNe laser having 632 nanometer wave length. The position sensitive detector is installed at the position of 5 m from the sample. The biggest thermal absorption of the wave length to the ceramic is on the branch of 10P(36).

PENDAHULUAN

Defleksi fototermal merupakan salah satu metode karakterisasi bahan baik padat, cair maupun gas. Metode ini dekat sekali hubungannya dengan metode fotoakustik, sehingga dalam pertumbuhannya ada kaitan yang erat. Gejala fotoakustik pertama kali diamati oleh Alexander Graham Bell pada tahun 1882⁽²⁾, namun gejala ini kemudian kurang mendapat perhatian karena sulitnya mendapatkan data yang kuantitatif. Perhatian spektroskopi fotoakustik mulai bangkit kembali pada tahun 1930 dimana Vingerov menggunakan metode fotoakustik untuk menentukan konsentrasi suatu spesies gas dalam suatu campuran gas. Sejak saat itu metode fotoakustik mendapat perhatian yang sangat serius dan pada gilirannya metode defleksi fototermal dikembangkan sehingga kedua metode itu saling mengisi satu satu sama lain.

Karakterisasi dengan menggunakan defleksi fototermal mencakup berbagai bahan meliputi berbagai hal diantaranya :

1. Menentukan konsentrasi *impuritas* ("pengo-toran") pada suatu bahan (misal menentukan konsentrasi Al, O, Mn, Pb dan sebagainya dalam silikon wafer).
2. Menentukan adanya *defek* ("cacat") pada suatu bahan.
3. Menentukan berbagai parameter bahan (misal tetapan difusi dan koefisien serapan)

Contoh-contoh diatas dapat dikerjakan dengan teknik defleksi fototermal asal sumber pemompa memenuhi syarat serapan masing-masing bahan. Namun dalam penelitian ini difokuskan hanya pada metode penelitian, sehingga uji coba yang dititik beratkan mengingat sumber berkas cahaya pemompa yang terbatas untuk suatu bahan dan cuplikan standar untuk bahan impuritas yang sangat mahal, sehingga yang diamati hanyalah adanya gejala defleksi diatas permukaan cuplikan bila cahaya penguji dilewatkan. Dari hasil pengamatan ternyata bahan keramik yang paling menyerap radiasi laser CO₂, bila dibandingkan dengan bahan lain seperti Si, Al, Si amorf serapan

tidak begitu besar. Sumber cahaya pengujian yang digunakan pada penelitian ini adalah laser HeNe dengan panjang gelombang 632,8 nanometer, daya 2 miliwatt.

SERAPAN RADIASI LASER DAN EFEK FOTOTERMAL

Apabila suatu cahaya laser dikenakan pada suatu cuplikan maka sebagian energinya akan diserap oleh bahan tersebut. Energi yang terserap ini akan menimbulkan molekul-molekul/atom-atom didalam cuplikan menjadi tereksitasi dari tingkat dasar (ground state) E_0 ke tingkat yang lebih tinggi E_i , sehingga molekul-molekul cuplikan mempunyai beda energi sebesar :

$$\Delta E = E_i - E_0 = h \nu \quad (1)$$

dengan h menunjukkan tetapan Planck dan ν frekuensi radiasi yang diserap cuplikan.

Molekul-molekul yang tereksitasi ini mempunyai keadaan yang tidak stabil dan cenderung untuk kembali menuju ke keadaan yang stabil, dengan cara melakukan proses de-eksitasi yaitu proses kembalinya molekul-molekul yang tereksitasi ke keadaan dasar dengan melepaskan kembali energi sebesar ΔE . Proses-proses de-eksitasi tersebut melalui beberapa cara tapi dapat dipisah dalam dua golongan yaitu :

1. De-eksitasi radiatif yakni molekul akan menuju tingkat dasar dengan melepaskan energinya dalam bentuk radiasi yang dapat menempati daerah panjang gelombang ultraviolet sampai infra merah.
2. De-eksitasi non radiatif, dalam prosesnya de-eksitasi ini tidak disertai pancaran radiasi dalam bentuk cahaya, energi yang dilepaskan dalam bentuk tenaga kinetik, bertumbukan dengan molekul-molekul yang lain.

Umur tingkat tereksitasi yang akan de-eksitasi melalui jalur radiatif ternyata amat singkat dibandingkan umur tingkat de-eksitasi radiatif yakni dalam orde 10^{-8} detik maka yang terasa dominan adalah efek pemanasan cuplikan. Dengan demikian didalam spektroskopi defleksi fototermal pemanfaatan proses deeksitasi non radiatif ini sangat efektif. Perlu diingat bahwa proses de-eksitasi non radiatif disini akibat adanya serapan diri oleh adanya radiasi. Jadi jika cuplikan menjadi panas akibat radiasi namun bukan serapan diri

(serapan yang resonan) maka tidak ada efek defleksi.

Spektroskopi defleksi fototermal disini didasarkan atas proses serapan radiasi cahaya laser pemompa (pump beam) oleh cuplikan keramik dengan ketebalan 0,6 cm. Laser CO₂ yang digunakan adalah kontinyu tipe pandu gelombang yang mempunyai cabang P dan R dengan daya rata-rata 3 watt. Akibat serapan cahaya laser terjadi perubahan gradien suhu dipermukaan cuplikan mengakibatkan perubahan indeks bias secara gradien pula. Bila dilewatkan laser HeNe diatas permukaan cuplikan dalam jarak dengan orde milimeter akan terjadi pembelokan pada arah penjalaran berkasnya.

Untuk mendeteksi terjadinya pembelokan berkas laser pengujian dipasang detektor sensitif posisi dengan jarak terhadap cuplikan disesuaikan dengan kemampuan sensitivitas detektor dan propagasi tampang lintang berkas laser pengujian. Dengan demikian besar sudut pembelokan yang terjadi dapat diamati yaitu dengan melihat perubahan sinyal yang ditangkap detektor posisi.

Besar sudut yang terjadi bergantung pada gradien perubahan indeks bias diatas permukaan cuplikan (dn/dx), berarti juga bergantung pada gradien suhu (dT/dx) dan rasio perubahan indeks bias terhadap perubahan suhu (dn/dT). Menurut Bicanic dan kawan-kawan (1989) dapat dinyatakan dalam persamaan:

$$Q = (L/n_0)(dn/dT)(dT/dx) \quad (2)$$

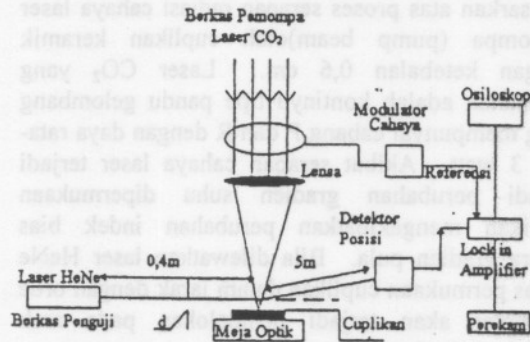
dengan L menunjukkan panjang interaksi antara berkas laser pengujian dengan daerah pemanasan gas, n_0 adalah indeks bias gas mula-mula diatas permukaan cuplikan dan T adalah suhu cuplikan.

TATA KERJA

Peralatan dan set up alat yang digunakan dalam percobaan teknik defleksi fototermal ini ditunjukkan pada gambar 1.

Pada gambar 1. terlihat bahwa jarak permukaan cuplikan ke berkas laser pengujian ditandai huruf d yang melukiskan besaran d dapat diubah-ubah dengan mikrometer yang terpasang pada meja optik (mikrometer tidak ditampilkan dalam gambar). Optimasi dapat diperoleh dengan melihat keluaran sinyal dari detektor posisi yang

disambungkan ke lock-in amplifier dan diteruskan ke osiloskop sebagai penampil sinyal atau perekam (rekorder) Letak detektor posisi sebelum digunakan



Gambar 1. Skema percobaan teknik defleksi foto-termal bahan padat

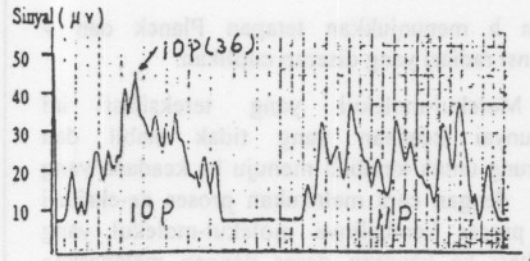
digunakan diamati lebih dahulu daerah mana yang paling peka posisinya dengan cara menjatuhkan laser HeNe yang dimodulasi (sebagai pengetesan awal). Setelah mengetahui daerah yang paling peka maka modulator cahaya dipindahkan letaknya didepan berkas pemompa (laser CO₂ kontinyu) agar berkas laser tersebut termodulasi. Untuk mengetahui serapan terbesar posisi grating pada laser diputar sehingga semua panjang gelombang yang ada didalam laser tampak semua dan sinyal terbesar dipantau dengan melihat sinyal pada recorder. Dari hasil pemantauan ternyata serapan terbesar pada cabang 10P(36). Setelah itu frekuensi modulator diatur agar diperoleh sinyal yang terbesar (teramati pada detektor) untuk jarak d tertentu (pada panjang gelombang tersebut). Kemudian jarak jarak d agar diperoleh sinyal yang paling optimum. Jadi pada penelitian optimasi dilakukan dengan cara mengatur dua parameter yaitu jarak d dan frekuensi modulator (sebagai percobaan pertama dan kedua), sedang percobaan ketiga melihat sinyal terhadap perubahan daya laser pada gelombang tersebut pula. Jarak detektor posisi terhadap cuplikan 5 m yang mana berkas penguji yang divergensi berkasnya masih dapat dipantau oleh sistem deteksi pada jarak tersebut. Untuk memperoleh berkas penguji yang baik dalam eksperimen perlu dipasang lensa fokus didepan laser HeNe dan didepan detektor posisi agar berkas penguji masuk daerah aktif detektor. Untuk jarak laser HeNe terhadap cuplikan lebih baik jangan terlalu jauh, dalam hal ini sebesar 0,4 m agar divergensi ke cuplikan tidak membesar.

Disamping itu untuk memperoleh tampak lintang berkas pemompa yang kecil (agar intensitas tinggi) dipasang lensa didepan laser CO₂ (bisa

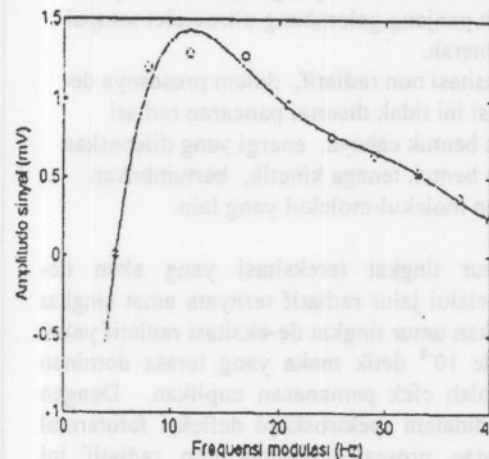
terpasang diantara laser CO₂ dan modulator cahaya atau setelah modulator).

HASIL DAN PEMBAHASAN

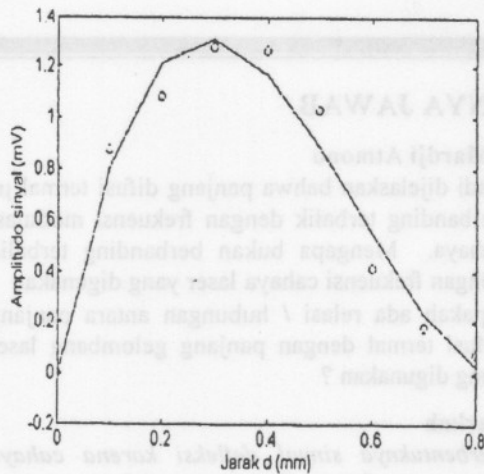
Hasil uji coba dengan bahan keramik diperoleh sinyal defleksi akibat radiasi pemompaan laser CO₂ yang termodulasi. Dari hasil percobaan diperoleh data bahwa radiasi laser CO₂ yang diserap cuplikan keramik terbesar adalah pada cabang 10P(36) atau pada panjang gelombang 10.765 μ m dengan daya 3 watt. Dengan menggunakan cabang tersebut digunakan untuk melihat pengaruh frekuensi modulator cahaya, jarak d dan variasi keluaran daya laser. Hasil selengkapnya sebagai berikut:



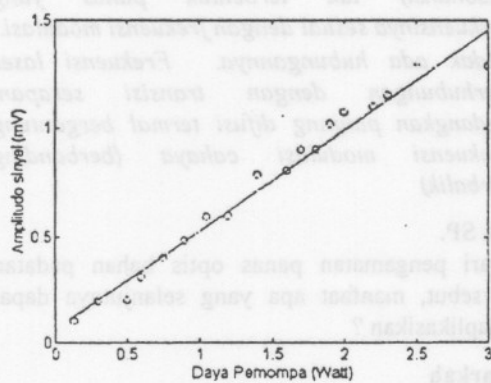
Gambar 2. Spektrum serapan panas optis keramik cabang 9R dan 9P tidak tampak.



Gambar 3. Hasil percobaan pertama, sinyal fungsi frekuensi modulasi cahaya laser CO₂.



Gambar 4. Hasil percobaan kedua, sinyal defleksi sebagai fungsi jarak



Gambar 5. Hasil percobaan ketiga, sinyal defleksi fungsi daya laser Co_2

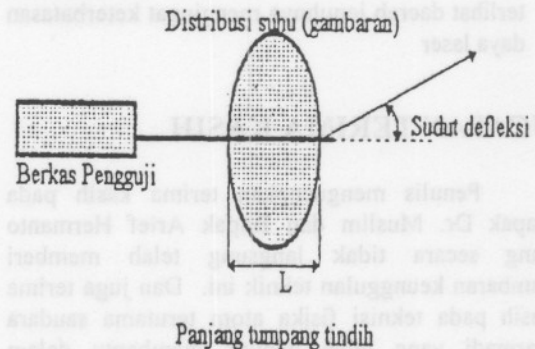
Dari hasil gambar 3. terlihat bahwa sinyal defleksi semakin mengecil dengan kenaikan besaran frekuensi modulasi mulai dari 12 Hz (optimum). Hal ini menunjukkan bahwa panjang difusi termal semakin memendek dengan melihat persamaan (1)

$$\mu_s = \left[\frac{2k}{wpc} \right]^{1/2} \quad (3)$$

dengan μ_s panjang difusi termal, k: konduktivitas termal, ρ : rapat massa, c: kapasitas bahan cuplikan dan w adalah frekuensi cahaya. Semakin w besar maka harga μ_s semakin kecil melihat harga k, ρ dan c tetap untuk setiap bahan. Dengan demikian serapan cahaya semakin kurang dalam, akibatnya

panas yang terjadi (panas de-eksitasi non radiatif) kuantitasnya mengecil karena yang tereksitasi semakin berkurang, maka gambar grafik pertama sesuai dengan teori, sedangkan untuk w besar untuk daerah pinggir sinyal juga mengecil karena operasi modulasi didaerah tersebut belum stabil dan bukan daerah yang resonan.

Untuk gambar 4., sebenarnya ini bisa menggambarkan distribusi suhu diatas permukaan cuplikan karena besarnya tingkat defleksivitas (besarnya sudut defleksi) tergantung dari panjangnya tumpang tindih (*path length interaction*) antara distribusi suhu dengan panjang lintasan laser penguji yang melewatinya. Semakin panjang tumpang tindih antara daerah panas dengan lintasan Laser HeNe semakin besar pula sudut defleksinya, akibatnya semakin besar pula sinyal yang terjadi.



Gambar 6. Melukiskan gambaran panjang tumpang tindih antara berkas penguji dengan distribusi suhu

Pada gambar 5 daya yang terserap oleh cuplikan ternyata berbentuk garis lurus (linier) dengan relasi 98,7 %. Ini juga sesuai dengan teori yang dinyatakan dalam persamaan ini (2) : $D_{abs} = D_o - D_{tran}$ dengan D_{abs} : daya yang terserap cuplikan, D_o : daya awal dan D_{tran} : daya yang ditransmisikan (sampel tidak tembus pandang). Dari persamaan tersebut jelas bahwa daya yang terserap sesuai dengan koefisien bahan yang harganya tetap. Sehingga D_{abs} yang menentukan besarnya suhu di atas permukaan dan mengingat persamaan yang lain yaitu $Q = \eta D_o$ dengan Q: panas (suhu) dan η adalah faktor kesebandingan. Dalam persamaan ini tampak bahwa Q bergantung besarnya daya awal yang diserap cuplikan sedang harga η besarnya tetap tetapi perhitungannya kompleks untuk suatu bahan. Dengan demikian eksperimen untuk percobaan ketiga datanya adalah benar.

KESIMPULAN

Pada hasil penelitian ini dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Telah diuji dengan baik teknik defleksi foto termal dengan bahan keramik dengan merangkai susunan alat seperti gambar 1, dan terjadi efek defleksi fototermal.
2. Pada panjang gelombang IOP(36) belum bisa menunjukkan daerah transisi apa sehingga penelitian selanjutnya perlu dikaji karena kesederhanaan alat.
3. Frekuensi optimum (diperoleh sinyal terbesar) dalam orde Puluhan Hz (yakni 12 Hz) dan jarak d dalam orde mm.
4. Hubungan antara daya laser pemompa dengan sinyal keluaran bersifat linier, disini belum terlihat daerah jenuhnya mengingat keterbatasan daya laser

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih pada Bapak Dr. Muslim dan Bapak Arief Hermanto yang secara tidak langsung telah memberi gambaran keunggulan teknik ini. Dan juga terima kasih pada teknisi fisika atom terutama saudara Karmadi yang telah banyak membantu dalam menyusun peralatan ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. BOCCARA A.C, FOURNIER D., and J. BADOZ, "Thermo-Optical Spectroscopy Detection By the Mirage", Laboratoire d'Optique Physique, Paris, France., 1979
2. MANDELIS, A.(ED.), "Photoacoustic and Photothermal Wave Phenomena In Semiconductor", North-Holland, 1987.
3. ROECENWAIG, A. "Photoacoustic and Photoacoustic Spectroscopy", John Wiley & Sons, New York, 1980.
4. W. B. JACKSON, N. M. ARMER, A. C., BOCCARA, and D. FOURNIER, "Photothermal deflection Spectroscopy and Detection", Calofornia, Paris, 1980.

TANYA JAWAB

Tri Mardji Atmono

- Tadi dijelaskan bahwa panjang difusi termal μs berbanding terbalik dengan frekuensi modulasi cahaya. Mengapa bukan berbanding terbalik dengan frekuensi cahaya laser yang digunakan
- Apakah ada relasi / hubungan antara panjang difusi termal dengan panjang gelombang laser yang digunakan ?

Subarkah

- *Terbentuknya sinyal defleksi karena cahaya pemompa (laser Co_2) termodulasi, sedang frekuensi cahaya laser menentukan daerah transisi serapan. Jika tidak ada daerah serapan bahan terhadap laser (tidak terjadi resonansi) tak terbentuk panas yang frekuensinya sesuai dengan frekuensi modulasi.*
- *Tidak ada hubungannya. Frekuensi laser berhubungan dengan transisi serapan, sedangkan panjang difusi termal bergantung frekuensi modulasi cahaya (berbanding terbalik)*

Djok SP.

- Dari pengamatan panas optis bahan padatan tersebut, manfaat apa yang selanjutnya dapat diaplikasikan ?

Subarkah

- *Dari teknik ini dapat dikembangkan untuk mengamati homogenitas permukaan lapisan tipis seperti Si dan Sel Surya dengan metode mikroskopi*

Agus Purwadi

- Penentuan letak detektor posisi sejauh 5 m apakah pada jarak tersebut betul-betul telah optimum/tercapai ? Atau ada kode-kodenya dalam penentuan jarak 5 m itu ?.

Subarkah

- *Detektor posisi pada jarak 5 m sudah memberikan sinyal cukup peka (besar), biarpun belum optimum. Semakin jauh letak detektor posisi semakin peka, namun berkas penguji semakin lebar berkasnya, pengamatan menjadi masalah (diameter berkas laser penguji harus lebih kecil dari bias permukaan detektor posisi)*