

## SISTEM *ELECTRON SPIN RESONANCE* (ESR) MENGUNAKAN FREKUENSI DAN MEDAN MAGNET PULSA TINGGI

Aripin

Jurusan Fisika, FMIPA - Universitas Haluoleo  
Kampus Bumi Tridharma Anduonohu, Kendari 93232

### ABSTRAK

**SISTEM *ELECTRON SPIN RESONANCE* (ESR) MENGGUNAKAN FREKUENSI DAN MEDAN MAGNET PULSA TINGGI.** Sistem *Electron Spin Resonance* (ESR) menggunakan frekuensi dan medan magnet pulsa tinggi telah dikonstruksi. Sistem ini dilengkapi medan magnetik pulsa dengan intensitas maksimum sampai 35 T, sumber radiasi gyrotron dalam rentang frekuensi-frekuensi pengukuran yang lebar dan suhu pengukuran antara 4,2 K hingga 80 K. Pulsa mempunyai bentuk sinusoidal dengan durasi 2,5 ms. Kapabilitas sistem ESR didemonstrasikan dengan pengukuran spektrum ESR dari kristal tunggal  $MnF_2$  pada suhu 4,2 K. Frekuensi *gap* medan nol ditentukan oleh analisis dari mode-mode resonansi garis spektrum. Nilai frekuensi *gap* hasil percobaan bersesuaian dengan nilai yang dihasilkan dari penelitian sebelumnya. Ini menunjukkan bahwa sistem ESR dapat digunakan untuk penelitian lebih lanjut dalam bidang fisika material.

**Kata kunci :** ESR, Magnet pulsa tinggi, Frekuensi tinggi, Suhu rendah

### ABSTRACT

**ELECTRON SPIN RESONANCE (ESR) SYSTEM USING HIGH FREQUENCY AND PULSE MAGNETIC FIELD.** Electron spin resonance (ESR) system using high frequency and pulse magnetic field has been constructed. This system was completed by the pulse magnetic field with maximum intensity up to 35 T, radiation source of gyrotron in the broad range of measured frequencies and measured temperature at range between 4.2 K and 80 K. The pulse has sinusoidal shape and duration of 2,5 ms. The capabilities of the system are demonstrated with the measurement of single crystal  $MnF_2$  ESR spectra at temperature of 4.2 K. The zero field gap frequency of  $MnF_2$  was determined by the analysis of the resonance modes spectral line. This value of gap frequency is very close to one reported earlier. It showed that the ESR system can be used as an equipment to further study in the field of material physics.

**Key words :** ESR, High pulse magnetic, High frequency, Low temperature

### PENDAHULUAN

Penggunaan teknik gelombang mikro untuk menyelidiki sifat-sifat elektrodinamika dari bahan magnetik bukan hal baru. Tetapi, skala-skala energi karakteristik yaitu lebar pita elektronik atau energi *gap* dari bahan magnetik bersesuaian dengan rentang spektrum gelombang millimeter dan submillimeter. Penggunaan medan magnet tinggi, frekuensi tinggi, dan suhu rendah diharapkan menunjukkan pengetahuan baru dan penting dalam fisika bahan magnetik.

Jika didata, penggunaan kombinasi medan magnet tinggi dan spektroskopi gelombang millimeter untuk percobaan bahan magnetik telah dikerjakan [1]. Alasan untuk ini dapat dihubungkan terhadap dua faktor yaitu ada beberapa sumber radiasi dan detektor yang tersedia secara komersial bekerja dalam rentang frekuensi tersebut tetapi mempunyai daya yang rendah atau *output*

yang tidak stabil, spektroskopi dalam rentang frekuensi tersebut kompleks dimana reflektivitas sampel memerlukan sensitivitas yang kuat supaya dapat mendeteksi perubahan-perubahan kecil dalam sampel dan panjang gelombang radiasi lebih besar dari ukuran sampel-sampel yang tersedia sehingga menyebabkan spektroskopi pantulan konvensional yang tidak bermanfaat.

Penggunaan frekuensi tinggi yang diiringi dengan penggunaan medan magnet tinggi akan memberikan beberapa keuntungan. *Pertama*, jika ada dua garis serapan lebar yang berbeda dalam nilai *g*, maka serapan-serapan tersebut akan tumpang tindih dalam daerah medan magnet rendah. *Kedua*, jika ada garis serapan yang sangat lebar, maka dalam daerah medan rendah tidak dapat mengamati bentuk garisnya. Untuk

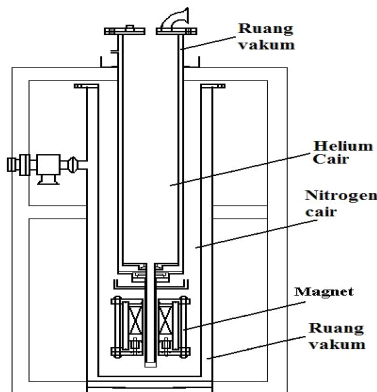
mengamati garis serapan lebar ini, frekuensi tinggi dan medan magnet tinggi diperlukan. *Ketiga*, bahan yang mempunyai *gap* besar pada medan magnet nol, itu perlu menggunakan frekuensi tinggi dimana energinya sebanding dengan lebar *gap*. *Keempat*, dapat menyelidiki transisi fasa magnetik dalam medan magnet tinggi. Penggambaran transisi fase magnetik, mode-mode *ESR* yang berbeda diamati dalam fasa-fasa magnetik yang berbeda. Medan tinggi diperlukan untuk mengamati mode-mode *ESR* dalam medan magnet di atas medan transisinya.

Berdasarkan pembatasan-pembatasan teknologi pengembangan spektrometer *ESR* dan keuntungan-keuntungan yang diperoleh dari pengukuran menggunakan frekuensi dan medan magnet tinggi, maka perlu dibuat sistem *ESR* baru. Sebelumnya, telah ditampilkan pengembangan *ESR* menggunakan kriostat dalam kisaran suhu dari 20 K sampai dengan 300 K dan medan magnet sampai 25 T [2]. Untuk memperluas daerah suhu yang tersedia, maka perlu dibuat sistem kriostat baru. Sistem ini dapat menampilkan percobaan dalam medan magnet sampai 35 T, frekuensi 301 GHz dan suhu dari 4,2 K sampai dengan 80 K. Detail teknik pengembangan *ESR* dan kemampuan sistem untuk meneliti karakteristik magnetik bahan akan dideskripsikan dalam makalah ini.

## METODE PERCOBAAN

### Rancangan Spektrometer *ESR*

Gambar 1 menunjukkan skematik kriostat helium yang dibuat di dalam dewar nitrogen cair yang mempunyai kapasitas 30 liter. Selinder kriostat dibuat dari *stainless steel* dengan diameter luar 105 mm, diameter dalam 102,4 mm dan panjang 672 mm. Tabung *stainless steel* dengan diameter 10 mm dan diameter dalam 7,7 mm melewati pusat kriostat di dalam *bore* magnet dalam nitrogen cair. Kriostat berisi sekitar 3 liter helium cair. Ruang vakum dengan diameter dalam 119 mm, diameter luar 120 mm dan panjang 692 mm memisahkan kriostat helium dari dewar nitrogen cair. Ruang vakum dikosongkan dengan *rotary pump* sampai tekanan



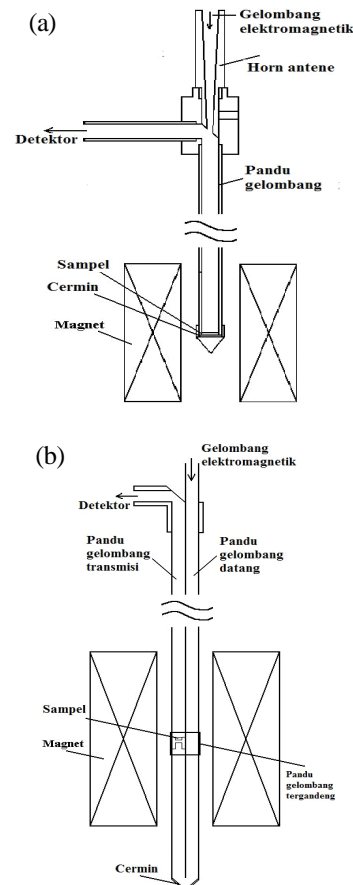
Gambar 1. Diagram skematik kriostat

$10^{-6}$  Torr hingga terjadi pendinginan. Kriostat nitrogen dibuat dari *stainless steel* dengan diameter dalam 261 mm, diameter luar 267 mm dan tinggi 898 mm. Kriostat ini juga mempunyai ruang vakum yang memisahkan dewar nitrogen dari tekanan atmosfer. Koil magnet ditempatkan secara vertikal di dalam nitrogen cair.

Magnet pulsa dibangkitkan oleh 24 kapasitor dengan tegangan sampai 5 kV. Tegangan ini dapat membangkitkan intensitas medan magnet sampai 35 T. Durasi pulsa adalah 2,5 ms. Pembuatan magnet pulsa dilakukan menurut prosedur yang dikerjakan sebelumnya [2].

*Probe* sampel untuk gandingan radiasi gelombang elektromagnetik (GE) *gyrotron* ke sampel dilakukan dengan dua teknik yaitu teknik refleksi dan transmisi. GE dari *gyrotron* ditransmisikan menggunakan sistem pandu gelombang lingkaran dengan diameter dalam 28 mm, dan diteruskan ke sistem *ESR*. Gelombang dari sampel merambat melewati pandu gelombang lingkaran dan berakhir pada detektor *InSb*.

Gambar 2(a) menunjukkan susunan perambatan GE dari *gyrotron* ke *ESR* menggunakan teknik refleksi atau pantulan. Untuk pertama kali GE difokuskan dan kemudian merambat melewati sampel yang diset di pusat magnet, selanjutnya GE dipantulkan oleh cermin di



Gambar 2. (a). Sampel *probe* untuk teknik refleksi dan (b). Sampel *probe* untuk teknik transmisi. Kedua *probe* ditempatkan di dalam *bore* kecil magnet

bawah sampel, dan kemudian melewati sampel untuk kedua kalinya. GE dipantulkan kembali oleh dasar antena yang dimiringkan 45°. Kemudian radiasi dideteksi oleh detektor *InSb*.

Gambar 2(b) menunjukkan susunan perambatan menggunakan teknik transmisi. Pandu gelombang datang dan transmisi tergandeng melewati cermin yang ditempatkan di ujung bawah dua pandu gelombang. Sampel diletakkan pada pusat magnet pulsa. Gelombang yang ditransmisikan dideteksi detektor *InSb* setelah melewati sampel. Signal yang terdeteksi dikuatkan oleh *low noise amplifier*. Signal keluaran dari signal pick up coil untuk pengukuran medan direkam dengan osiloskop dan kemudian dikoneksikan ke komputer.

### Uji Operasi Normal

Sensitivitas dan resolusi sistem *ESR* diuji dengan sampel kristal tunggal  $MnF_2$ . Struktur magnetik  $MnF_2$  ditentukan dengan *XRD* [3]. Konstanta kisi pada suhu ruangan  $a = b = 4,873 \text{ \AA}$  dan  $c = 3,310 \text{ \AA}$ . Pembawa magnetik  $MnF_2$  adalah ion  $Mn^{2+}$  yang memiliki elektron berada di  ${}^6S_{5/2}$ . Sel unit mempunyai simetri tetragonal dan digambarkan sebagai kubus pusat badan yang terkompres sepanjang sumbu  $c$ . Dari penelitian panas spesifik dan susceptibilitas magnetik [4], suhu *Neel* diperkirakan  $T_N = 67.4 \text{ K}$ .

Untuk pengukuran spektrum *ESR* dari  $MnF_2$ , beberapa frekuensi gyrotron digunakan. *Gyrotron* dioperasikan dalam mode pulsa dan *continuous wave* (CW) di bawah kondisi eksperimen yang ditunjukkan dalam Tabel 1. Kristal tunggal  $MnF_2$  dan serbuk DPPH diset dalam sampel *holder* yang ditempatkan pada pusat medan pulsa. Arah medan magnetik  $H$  sejajar dengan sumbu- $c$  dari kristal  $MnF_2$ . Suhu diukur dengan AuFe (0,07 pada %Ag *thermocouple*). Pengukuran ditampilkan pada suhu Helium pada 4,2 K.

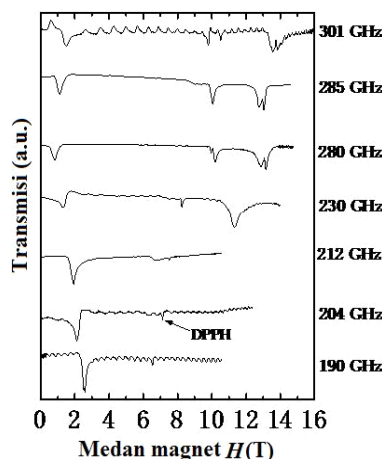
**Tabel 1.** Kondisi operasional untuk mode-mode *output* gyrotron yang berbeda.

$V_k$ (kV)	$V_a$ (kV)	$B_0$ (A)	$I_c$ (mA)	$B_1$ (A)	Mode	$\nu$ (GHz)
-25.5	-8.3	10.77	500	0.39	TE <sub>03</sub>	301
-25.0	-9.5	10.46	580	0.36	TE <sub>81</sub>	285
-28.0	-3.6	10.34	250	0.38	-	280
-27.0	-6.8	8.38	520	0.33	-	231
-28.0	-9.6	7.77	400	0.32	TE <sub>02</sub>	212
-28.0	-9.6	7.43	360	0.32	TE <sub>22</sub>	204
-28.0	-9.0	6.87	280	0.31	TE <sub>51</sub>	190

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Menggunakan sistem *ESR* ini, mode-mode antiferomagnetik resonansi (*AFMR*) dari  $MnF_2$  yang mempunyai energi *gap* sepanjang sumbu- $c$  dapat diamati. *AFMR* mempunyai medan internal yang disebabkan oleh interaksi pertukaran dan anisotropi di bawah suhu  $Ne'$  el  $T_N$ . Medan pertukaran  $H_E$  menunjukkan

bahwa *spin-spin* tetangga terdekat berinteraksi satu sama lainnya dan medan anisotropi  $H_A$  memberikan indikasi bahwa interaksi magnetik bervariasi sebagai fungsi orientasi yang berkaitan terhadap sumbu magnet. Medan magnet luar bertindak sebagai medan efektif tambahan yang merubah frekuensi presisi dan frekuensi signal *AFMR* yang teramati mulai dari medan nol. Frekuensi dari signal *AFMR* yang terdeteksi juga akan tergantung pada orientasi medan magnet luar. Gambar 3 menunjukkan signal-signal *ESR* untuk  $MnF_2$  dan *DPPH* dengan frekuensi sebagai parameter.



**Gambar 3.** Signal-signal *ESR* untuk  $MnF_2$  dan sampel standar *DPPH* sebagai fungsi intensitas medan magnet pada 4,2 K. Arah medan magnet sejajar sumbu  $c$  dari kristal tunggal  $MnF_2$ .

Gambar 4 menunjukkan hubungan frekuensi terhadap medan magnet untuk semua data *ESR* dari  $MnF_2$  pada 4,2 K. Titik-titik terbuka dan tertutup berturut-turut adalah hasil eksperimen dengan gyrotron yang dioperasikan dengan *CW* dan pulsa. Garis padat dan kurva padat adalah garis terhitung secara teoritis. Garis putus-putus adalah garis resonansi paramagnetik dengan  $g = 2,0036$ . Medan pertukaran  $H_E \sim 53 \text{ T}$  lebih besar dari medan anisotropi  $H_A \sim 0,82 \text{ T}$ , maka frekuensi resonansi antiferomagnetik [5,6] adalah

$$\frac{h\nu}{g\mu_B} = \sqrt{\frac{2K_u}{X_{\perp}} + \left(\frac{\chi H}{2X_{\perp}}\right)^2} \pm H \left(1 - \frac{X_{\parallel}}{2X_{\perp}}\right), \quad (H \parallel c, H < H_{SF}), \quad \dots \quad (1)$$

$$\frac{h\nu}{g\mu_B} = \sqrt{H^2 - \frac{2K_u}{X_{\perp}}}, \quad (H \parallel c, H > H_{SF}) \quad \dots \quad (2)$$

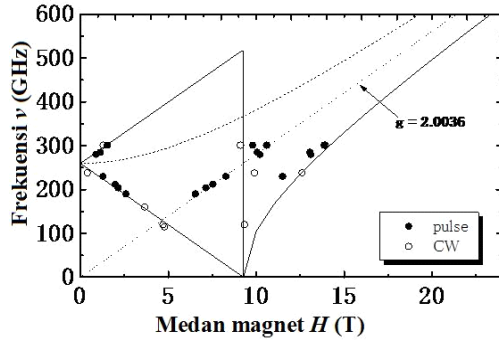
dan

$$\frac{h\nu}{g\mu_B} = \sqrt{H^2 + \frac{2K_u}{X_{\perp}}}, \quad (H \perp c), \quad \dots \quad (3)$$

dimana

- $h$  = konstanta Planck,
- $\nu$  = frekuensi *ESR*,
- $g$  = nilai- $g$ ,

- $\mu_B$  = magneton Bohr,
- $K_u$  = konstanta anisotropi,
- $\chi_{\parallel}, \chi_{\perp}$  = berturut-turut susceptibilitas magnetik sejajar dan tegak lurus terhadap sumbu  $c$
- $H$  = medan magnet luar.



Gambar 4. Hubungan frekuensi terhadap medan magnet untuk signal AFMR dari  $MnF_2$ .

Pada suhu rendah ( $T \ll T_N$ ),  $\chi_{\parallel}$  lebih kecil dari  $\chi_{\perp}$  [7], maka persamaan (1) menjadi

$$\frac{h\nu}{g\mu_B} = \sqrt{\frac{2K_u}{\chi_{\perp}} \pm H} \dots\dots\dots (4)$$

Dua garis padat di bawah medan kritis spin flip flop  $H_{SF} = \sqrt{2K_u/\chi_{\perp}} = 9,27 \text{ T}$  dalam Gambar 4 adalah untuk persamaan (4), kurva padat di atas  $H_{SF}$  untuk persamaan (2) dan garis putus-putus untuk persamaan (3) dengan  $H_{SF} = 9,27 \text{ T}$ . Nilai frekuensi gap untuk medan nol adalah 260 GHz sangat dekat terhadap hasil yang dilaporkan sebelumnya ( $261,4 \pm 1,5 \text{ GHz}$ ) [8]. Garis lurus vertikal pada 9,27 merupakan mode resonansi medan kritis. Dari Gambar 4 terlihat bahwa terdapat persetujuan yang baik antara hasil terhitung dari teori dan hasil eksperimen termasuk untuk daerah frekuensi yang lebih tinggi.

## KESIMPULAN

Sistem ESR menggunakan magnet pulsa tinggi dengan intensitas maksimum 35 T, frekuensi tinggi sampai 301 GHz dari gyrotron dan suhu rendah sampai 4,2 K telah berhasil dikonstruksi. Gandengan optik antara spektrometer (sumber dan detektor) dan sampel yang melewati bore kecil dalam struktur magnet dijangkau dengan teknik refleksi dan transmisi.

Potensial sistem ESR telah diuji menggunakan kristal tunggal  $MnF_2$  pada suhu 4,2 K. Nilai frekuensi gap medan nol adalah 260 GHz yang ditentukan dari mode-mode resonansi spektrum ESR. Nilai frekuensi gap hasil percobaan bersesuaian dengan hasil penelitian sebelumnya. Ini menunjukkan bahwa sistem ESR dapat digunakan untuk penelitian lebih lanjut dalam bidang fisika material.

## DAFTARACUAN

- [1]. S. HILL, *Proc. SPIE*, **2842**(1996)296.
- [2]. ARIPIIN, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **7**(2005)88
- [3]. PHELER, *Phys. Rev.*, **146** (1966)404
- [4]. T. NAGAMIYA, Y.YOSHIDA and R.KUBO, *Adv. Phys.*, **4** (1955) 7
- [5]. E.S.DAYHOFF, *Phys. Rev.*, **107** (1957)84
- [6]. M.MATSUDA, K.KATSUMATA, *Phys. Rev.*, **B53** (1996) 12199
- [7]. M.HAGIWARA, K.KATSUMATA, I.YAMADA, H.SUZUKI, *J. Phys. Condens. Matter.*, **8**(1996)7349
- [8]. F.M. JOHNSON, A.H.NETHERCOT, *Phys. Rev.*, **114** (1959) 705