

SISTEM ELEKTRON *SPIN* RESONANSI (*ESR*) BERBASIS MAGNET PULSA

Aripin

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

ABSTRAK

SISTEM ELEKTRON *SPIN* RESONANSI (*ESR*) BERBASIS MAGNET PULSA. Spektroskopi elektron *spin* resonansi (*ESR*) dalam daerah gelombang milimeter sampai submilimeter menggunakan medan magnet tinggi telah membuktikan sebagai peralatan yang potensial untuk penelitian sifat-sifat magnetik dalam bidang fisika material. Pengembangan lebih lanjut dari teknik ini menemui masalah yang perlu untuk dipecahkan. Diantara beberapa masalah yang ada adalah kesulitan menyediakan sistem magnet dalam sistem *ESR*. Untuk mengatasi ini telah dikembangkan magnet pulsa, yang membangkitkan medan magnet tinggi dengan intensitas 35 T. Pulsa magnet dihasilkan oleh lucutan bank kapasitor dengan tenaga tersimpan 30 kJ ke dalam koil magnet. Pulsa mempunyai bentuk sinusoidal dengan durasi 2,5 ms. Kapabilitas peralatan *ESR* didemonstrasikan dengan pengukuran spektrum *ESR* dari *powder* MnO dalam rentang suhu 77 K sampai dengan 300 K. Suhu Neel (T_N) MnO ditentukan dari lebar garis spektrum *ESR*. Nilai T_N hasil percobaan bersesuaian dengan T_N 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

ABSTRACT

ELECTRON SPIN RESONANCE (*ESR*) SYSTEM BASED PULSED MAGNET. Electron spin resonance (*ESR*) spectroscopy in the millimeter to submillimeter wave region using high magnetic field has been proven to be powerful technique to investigate the magnetic characteristics in field of material physics. Further development of the technique poses serious problems. One of some problems is difficulty in constructing the magnet in *ESR* system. Therefore, it has developed a pulse magnet, which generates a strong magnetic fields with intensity up to 35 T. The magnetic pulse is produced by discharging a capacitor bank with stored energy of 30 kJ into the magnetic coil. The pulse has sinusoidal shape and duration 2.5 ms. The capabilities of the equipment are demonstrated with measurement of *ESR* spectra of MnO sample in the range temperatures between 77 and 300 K. The Neel temperature (T_N) of MnO was determined from the analysis of the width of the spectral line. The T_N value 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*, pulse magnet

PENDAHULUAN

Spektroskopi elektron spin resonansi (*ESR*) dalam daerah gelombang milimeter sampai submilimeter menggunakan medan magnet tinggi telah membuktikan sebagai peralatan yang potensial untuk penelitian sifat magnetik pada bahan. Pada waktu yang sama, pengembangan spektrometer *ESR* menggunakan medan magnet tinggi menjadi bertambah sulit, sebab memerlukan pemanfaatan teknologi gelombang mikro yang rumit dalam daerah gelombang milimeter sampai submilimeter.

Untuk itu, pengembangan yang diperlukan memiliki masalah-masalah serius. Alasan ini dihubungkan terhadap beberapa faktor. Pertama, sumber-sumber yang tersedia bekerja dalam rentang frekuensi ini menghantarkan radiasi daya rendah dan keluaran daya

yang tidak stabil. Kedua, jika frekuensi *ESR* bertambah, teknik perambatan gelombang konvensional menjadi hilang, dan komponen untuk konstruksi jembatan mikro tidak tersedia di atas 150 GHz [1]. Sebagai contoh, teknik *ckavity* terbatas terhadap kenyataan bahwa pengembangan *high-Q cavities* lebih kompleks pada panjang gelombang kecil. Ketiga, kesulitan menjangkau gandengan optik yang tepat antara spektrometer (sumber dan detektor) dan sampel yang melewati *bore* kecil dalam struktur magnet yang besar.

Meskipun secara teknik timbul masalah-masalah di atas, akan tetapi spektrometer *ESR* menggunakan pulsa magnet mempunyai keuntungan bahwa pada spektrometer ini tersedia medan magnet tinggi dan waktu pengukuran sangat cepat [2] sehingga mengurangi

pembebanan stabilitas waktu dari suhu sampel dan operasi *gyrotron* sebagai sumber radiasi.

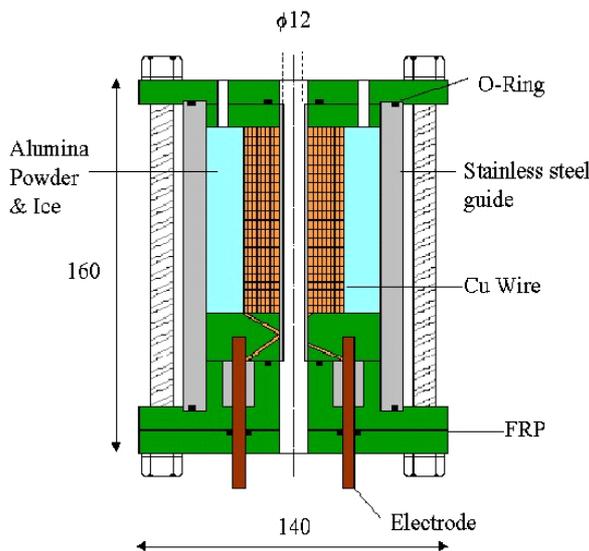
Didasarkan pada pemikiran di atas, maka dalam makalah ini akan disajikan rancangan dan pengembangan sistem baru yang lebih efektif dan serbaguna menggunakan *gyrotron* sebagai sumber radiasi untuk mengatasi pembatasan-pembatasan spektrometer *ESR* sebelumnya. Disamping itu, juga akan didemonstrasikan kemampuan sistem untuk meneliti karakteristik magnetik bahan.

METODE PERCOBAAN

Rancangan Magnet Pulsa

Gambar 1 menunjukkan rancangan magnet pulsa. Rancangan magnet didasarkan pada koil tembaga (Cu) dengan tampang lintang persegi (2x3) cm². Koil dililitkan mengelilingi selinder *stainless steel* dengan panjang 80 mm dan diameter dalam 12 mm. Untuk mencegah gerakan koil dalam lilitan, celah-celah antar lilitan diisi epoksi resin. Koil solenoida ditempatkan di dalam selinder *stainless steel* untuk menyediakan penguatan luar. Campuran es dan *powder* alumina mengisi ruangan antara koil solenoida dan permukaan *stainless steel*.

Pada ujung koil dipasang *flange glass fiber reinforcement plastic (GFRP)* dengan ketebalan radial 10 mm dan 20 mm. Terminal-terminal koil untuk koil dalam dan koil luar dibengkokkan dari arah semula untuk dibuat sejajar sumbu koil dan dihantarkan keluar melewati *flange* dengan *rod* tembaga sebagai stabiliser. Terminal-terminal ini dihubungkan ke rangkaian *bank* kapasitor.



Gambar 1. Rancangan magnet pulsa

Tes Magnet

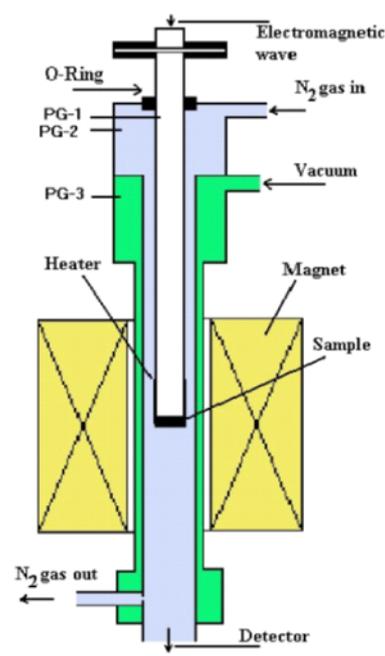
Magnet pulsa dibangkitkan oleh 24 kapasitor dengan variasi tegangan 1 kV sampai 5 kV. Magnet dites dengan pengukuran medan selama pulsa berlangsung. *Trace* signal *electromagnetic force* (EMF) terinduksi

sebagai turunan waktu dari medan dB/dt direkam osiloskop. *Trace* kemudian ditransfer ke komputer dan diubah menjadi medan magnet fungsi waktu.

Induktansi dan resistansi koil pada 77 K dimonitor selama pengukuran. Besarnya induktansi dan resistansi koil untuk semua pengukuran konstan ($L = 248 \mu\text{H}$ dan $R = 132 \text{ m}\Omega$ untuk frekuensi 120 Hz, dan $L = 490 \mu\text{H}$ dan $R = 166 \text{ m}\Omega$ untuk frekuensi 1 kHz). Koil tidak mengalami kerusakan pada tegangan 5 kV.

Rancangan Spektrometer ESR

Gambar 2 menunjukkan diagram skematik spektrometer *ESR* menggunakan magnet pulsa. Kryostat berisi sekitar 18 liter nitrogen cair. Panjang kryostat adalah 380 mm dan tingginya 280 mm. Koil ditempatkan secara horisontal di dalam kryostat. Gelombang elektromagnetik (GE) ditransmisikan melewati pandu gelombang-1 (PG-1) dengan diameter 5 mm yang dikelilingi pandu gelombang-2 (PG-2) dengan diameter 9 mm. Pandu gelombang luar diisi dengan gas nitrogen untuk mengatur suhu. Pandu gelombang-3 (PG-3) dengan diameter dalam 10 mm dan diameter luar 11 mm disediakan untuk insulasi termal vakum. Ruang vakum dikosongkan dengan *rotary pump* sampai tekanan 10^{-6} Torr hingga terjadi pendinginan. Suhu sampel divariasi dari suhu nitrogen cair sampai suhu ruangan dengan mengontrol laju aliran gas nitrogen. Suhu dapat dinaikan sampai suhu ruangan dengan menggunakan pemanas yang dililitkan mengelilingi sampel. Termokopel FeAu 0.07 at.%-Ag digunakan untuk pengukuran suhu.



Gambar 2. Diagram skematik spektrometer *ESR* menggunakan magnet pulsa

Sampel *holder* dirancang sedemikian sehingga dapat meminimumkan jumlah serapan radiasi. Sampel *holder* dibuat dari teplon dengan diameter dalam 6 mm, diameter luar 7 mm dan panjang 3 mm dan mempunyai atenuasi gelombang milimeter kecil, tergendeng dengan pipa pandu gelombang dengan diameter luar 6 mm.

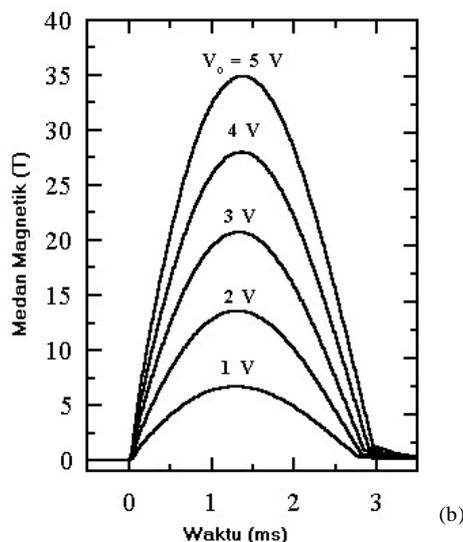
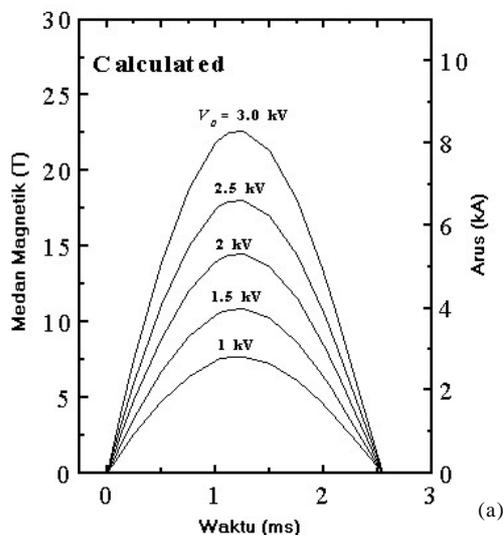
GE ditransmisikan melewati pandu gelombang dan diteruskan ke sistem *ESR*, untuk selanjutnya GE melewati sampel yang ditempatkan di pusat magnet. Setelah melewati sampel, GE dideteksi oleh detektor hot elektron InSb. Signal yang terdeteksi dikuatkan oleh *low noise amplifier*. Signal keluaran dan signal dari *pick up* koil untuk pengukuran medan direkam oleh osiloskop dan kemudian dikoneksikan ke komputer.

Pengukuran intensitas medan magnet ditampilkan dengan integrasi tegangan terinduksi dari *pick up* koil. Pengukuran *ESR* ditampilkan dalam pulsa medan dengan lebar pulsa 2,5 ms.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Tes Magnet Pulsa

Sebelum dilakukan perancangan dan pembuatan magnet pulsa, dilakukan perhitungan medan magnet. Gambar 3a menunjukkan bentuk gelombang medan magnet dan arus hasil perhitungan pada berbagai tegangan. Tegangan $V_0 = 3 \text{ kV}$ dapat membangkitkan intensitas medan magnet sampai 22 T. Durasi pulsa adalah 2,5 ms. Durasi pulsa sebanding dengan tenaga tersimpan dan massa koil cukup besar untuk menyerap tenaga hilang oleh pemanasan *Joule*. Selanjutnya setelah magnet dibuat dilakukan pengukuran medan magnetnya. Gambar 3b menunjukkan bentuk gelombang medan magnet yang teramati secara eksperimen dibangkitkan pada nilai tegangan V_0 yang bervariasi. Bentuk pulsa teramati sesuai dengan pulsa magnet terhitung. Medan magnet pulsa maksimum adalah 35 T dapat dibangkitkan oleh potensial 5 kV.

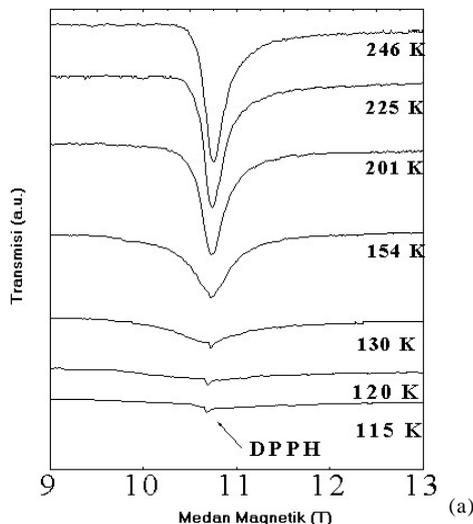


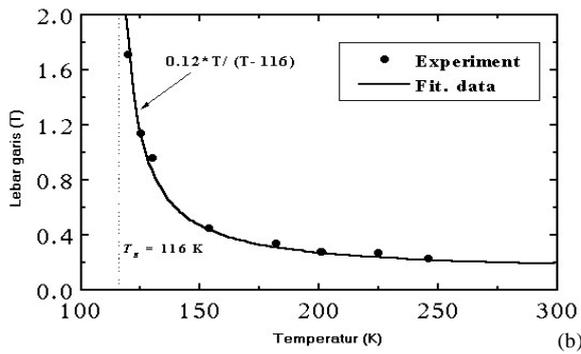
Gambar 3. (a). Bentuk gelombang medan magnet dan arus hasil perhitungan dan (b). Bentuk gelombang medan magnet hasil eksperimen.

Operasi Normal Spektrometer ESR

Sampel *powder* MnO dan *powder* DPPH diset dalam sampel *holder* yang ditempatkan pada pusat magnet. *Powder* DPPH digunakan sebagai sampel standar dengan $g = 2,0036$. Suhu sampel divariasikan dari 77 K hingga 300 K dengan mengontrol aliran gas nitrogen.

Gambar 4a menunjukkan ketergantungan suhu dari kurva serapan *ESR* dalam MnO diukur pada frekuensi 301 GHz. Kurva serapan ini diperoleh dari 9 T hingga 13 T dengan sapuan medan magnet. Di atas 225 K, kurva serapan mempunyai bentuk yang sama. Pada suhu di bawah 201 K, kurva serapan menjadi lebih lebar dan posisi resonansi bergeser menuju medan magnet yang lebih kecil. Pada 115 K, signal serapan *ESR* tidak dapat diamati kecuali untuk signal serapan DPPH, sebab orde antiferomagnetik pada suhu $Ne\ el\ T_N = 116$ [3].





Gambar 4. (a). Ketergantungan suhu dari serapan ESR dalam MnO diamati pada frekuensi 301 GHz dan (b). Ketergantungan suhu dari lebar garis ESR dalam MnO diamati pada frekuensi 301 GHz

Lebar garis ESR ΔH dari bahan antiferomagnetik diberikan oleh persamaan dibawah ini [4,5],

$$\Delta H \propto \left(\frac{C}{T\chi_{\perp}}\right)^2 \xi^2, \quad \xi \cong \left(\frac{5\eta}{6}\right)\left(\frac{T}{T - T_N}\right) \dots\dots\dots(1)$$

dimana C dan η adalah parameter konstan (η dihubungkan terhadap $spin$ dan interaksi tetangga pertama dan kedua), dan χ dan T_N adalah suseptibilitas magnetik dan suhu $Ne'el$. Jika $T > T_N$, maka suhu mendekati T_N yaitu :

$$\chi_{\perp} = \frac{C}{T - T_N} \dots\dots\dots(2)$$

sehingga lebar garis dapat ditulis sebagai :

$$\Delta H \propto \frac{T}{T - T_N} \dots\dots\dots(3)$$

Gambar 4b menunjukkan ketergantungan suhu dari lebar garis ESR ΔH dalam MnO diamati pada frekuensi 3001 GHz. Garis padat merupakan pencocokan terhadap data eksperimen menggunakan persamaan (3). suhu $Ne'el$ untuk MnO diperkirakan $T_N = (115.4 \pm 0.8)$ K. Nilai ini mendekati $T_N = 116$ K dari hasil pengukuran suseptibilitas [3]. Dengan demikian, hasil eksperimen bersesuaian dengan hasil penelitian sebelumnya.

KESIMPULAN

Spektrometer ESR menggunakan magnet pulsa tinggi dengan intensitas 35 T telah berhasil dikonstruksi. Magnet pulsa mempunyai bentuk sinusoidal dengan durasi 2,5 ms. Sistem ini cocok untuk pengukuran resonansi magnetik dari bahan magnetik. Potensial spektrometer ESR telah diuji menggunakan powder MnO dalam rentang suhu dari 77 K sampai 300 K. Suhu $Ne'el$ (T_N) MnO ditentukan dari lebar garis spektrum ESR. Nilai T_N MnO hasil eksperimen bersesuaian dengan T_N

hasil penelitian sebelumnya. Ini menunjukkan bahwa sistem ESR dapat digunakan untuk penelitian lebih lanjut dalam bidang fisika material.

DAFTARACUAN

- [1]. S. MCCALLUM, F. RESMER, *Rev. Sci. Inst.*, **70** (1999) 4706
- [2]. M. MOTOKAWA, H. NOJIRI, Y. TOKUNAGA, *Pysica B*, **155** (1989) 96
- [3]. P.W. ANDERSON, *Phys. Rev.*, **79** (1950) 350
- [4]. H. MORI, *Prog. Theor. Phys.*, **30** (1963) 478
- [5]. H. MORI, *Prog. Theor. Phys.*, **28** (1962) 971

TANYA JAWAB

Mahardika, UNNES

Pertanyaan

1. Berapa besar keluaran dari medan magnet pulsa yang digunakan.

Jawaban

1. Keluaran medan magnet pulsa pada percobaan ini maksimal 30 Tesla.

Agus Dwi, Jurusan Fisika FMIPA - ITS

Pertanyaan

1. Bagaimana proses pembuatan coil.

Jawaban

1. Pemasangan coil dilakukan secara manual dengan cara dilumuri kemudian dianyam tetapi jangan sampai ada space yang terjadi lucutan.