

APLIKASI ELECTRON PROBE MICROANALIZER DI BIDANG TEKNIK METALURGI

Lusiana dan Ika Kartika

P3M - LIPI Kawasan PUSPIPTEK Serpong 15314

ABSTRAK

APLIKASI ELECTRON PROBE MICROANALIZER DI BIDANG TEKNIK METALURGI. Elektron Probe Micro Analyzer merupakan perpaduan dua alat X-Ray Fluorescence dan scanning elektron microscope yang mempunyai kemampuan untuk analisa kualitatif dan semi kuantitatif. Salah satu keunggulan elektron probe micro analyzer adalah kemampuannya untuk menganalisa benda uji sebesar 1 μm dengan cepat, akurat dan tidak merusak. Dibidang teknik metalurgi sifat-sifat material ditentukan oleh struktur mikro dan elemen-elemen penyusunnya. Dengan adanya alat elektron probe mikro analyzer ini sangat membantu untuk terwujudnya perkembangan material baru.

ABSTRACT

Electron Probe Micro Analyzer is a combination of X-Ray fluorescence and Scanning Electron Microscope, and has capability for semi quantitative and qualitative analysis. This instrument has several capabilities for fast, accurate, and non destructive analysis of small specimen (1 μm). The material behaviour in Metallurgical engineering is determined by its elements and microstructure. This instruments plays an important role in research and development for new material.

1. PENDAHULUAN

Alat EPMA (*Electron Probe Micro Analyzer*) merupakan salah satu instrumen modern yang dapat digunakan untuk melihat struktur mikro dari suatu material, dan mampu untuk menganalisa baik secara kualitatif maupun semi kuantitatif. Prinsip yang digunakan oleh alat ini adalah memanfaatkan sinyal-sinyal yang diperoleh dari hasil tumbukan antara elektron yang mempunyai energi tinggi dengan permukaan spesimen untuk mengamati keadaan material spesimen.

Kelebihan dari analisa material dengan EPMA adalah :

1. Material dengan ukuran 1mm dapat dianalisa dengan cepat dan akurat tanpa melakukan perusakan pada material tersebut (non destructive analysis).
2. Dengan memanfaatkan spektrum X-Ray yang dihasilkan, unsur-unsur penyusun dari suatu material dapat diketahui (analisa kualitatif)
3. Dengan memanfaatkan sifat X-Ray yang dihasilkan, distribusi elemen dalam luas tertentu dari material yang sedang dianalisa dapat diketahui sehingga komposisi mikro dari suatu material dapat diketahui.

Apabila suatu elektron bertumbukkan dengan spesimen, maka antara elektron dengan spesimen akan terjadi interaksi yang sifatnya elastis dan tidak elastis.

Pada interaksi yang bersifat elastis, energi yang dimiliki oleh elektron sebelum dan sesudah bertumbukan mempunyai nilai yang hampir sama, sedangkan pada

interaksi yang tidak elastis sebagian dari energi yang dimiliki oleh elektron sebelum tumbukan akan dipindahkan pada spesimen, akibatnya akan timbul elektron sekunder, X-Ray, cahaya, panas, dll.

Elektron sekunder merupakan elektron yang dimiliki oleh spesimen dan keluar dari spesimen akibat spesimen tersebut ditumbuk oleh elektron yang datang dari luar. Besarnya energi yang dimiliki oleh elektron sekunder berkisar antara 50 ev.

Back Scattered elektron (BSE) adalah elektron yang dipantulkan oleh permukaan spesimen. Besarnya energi yang dipantulkan oleh BSE berkisar diantara $0 < E < E_0$ dimana E_0 adalah energi yang dimiliki oleh elektron beam yang menumbuk spesimen.

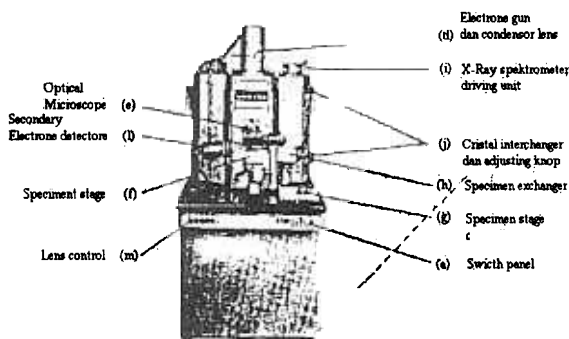
X-Ray terbentuk apabila suatu unsur ditembak oleh photon yang mempunyai energi cukup tinggi. Di laboratorium, X-Ray dibangkitkan dengan menembak unsur dengan elektron yang mempunyai energi tinggi sehingga dihasilkan " *Primary X-Ray*", atau dengan memberikan radiasi pada unsur dengan X-Ray yang mempunyai energi tinggi sehingga dihasilkan elektron sekunder atau " *X-Ray Fluorescence*", yang mempunyai energi photon rendah.

2. ALAT ELEKTRON PROBE MICRO ANALYZER

Komponen utama dari EPMA terdiri dari :

1. Sistem elektron optik.
2. Sistem pengamatan optik.
3. Sistem deteksi sinyal elektron.
4. Spesimen stage system.
5. Sistem pemvakuman.
6. Ruang pemvakuman awal.
7. Sistem deteksi sinyal X-Ray.

Komponen-komponen tersebut dapat dilihat pada Gambar 1.

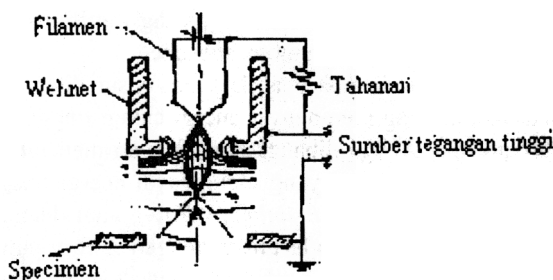


Gambar 1. Komponen utama peralatan EPMA

Sistem elektron optik terdiri dari elektron gun, lensa kondensor 2 tahap, scanning coil, objective aperture dan unit-unit lainnya.

Elektron gun merupakan sumber elektron yang stabil dan digunakan untuk memproduksi elektron beam. Elektron-elektron ini diperoleh dari elektron gun dengan proses disebut *Thermionic emission*, yaitu proses yang menggunakan temperatur cukup tinggi untuk mengeluarkan sebagian dari elektron dari sumbernya.

Didalam elektron gun (lihat Gambar 2) terdapat filamen yang berfungsi sebagai katoda. Filamen ini mempunyai bentuk lancip pada ujungnya menyerupai huruf V dengan diameter antara 5-10m. Bahan yang digunakan untuk filamen biasanya Wolfram atau LaB6.



Gambar 2. Skema elektron gun

Lensa kondensator terdiri dari 2 buah lensa, dimana lensa objektif digunakan untuk memperbesar beam yang telah dibentuk pada crossover, sehingga dapat diperoleh ukuran akhir spot pada sampel sebesar 5-200 nm. Dengan

cara ini besarnya arus beam yang akan menumbuk sampel dapat ditentukan. Sedangkan scanning coil merupakan alat untuk menggerakkan beam.

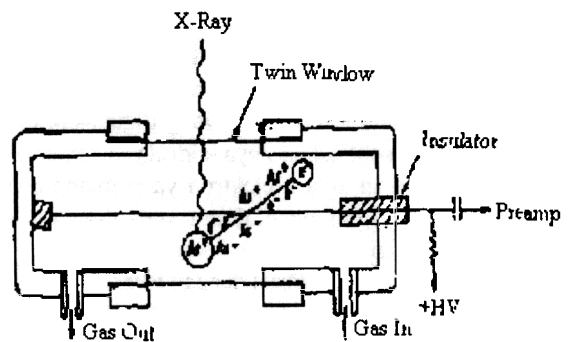
Sistem pengamatan optik berfungsi sebagai mikroskop untuk mengamati spesimen.

Spesimen stage system merupakan alat untuk menempatkan dan mengatur posisi sampel dalam peralatan EPMA. Untuk EPMA type 8705, sampel dengan ukuran maksimum 127 mm dan ketebalan maksimum 40 mm dapat digunakan secara langsung dan penempatan posisi sampel dalam alat dapat diatur dengan tepat menggunakan joy stick yang dikontrol dengan mikro processor.

Sistem deteksi sinyal elektron, merupakan alat untuk merubah elektron yang keluar dari spesimen menjadi sinyal-sinyal listrik yang dapat digunakan untuk membuat *Scanning Electron Microscope (SEM)* image. Vakum sistem merupakan alat untuk mengatur kevakuman dalam alat EPMA.

Ruang pemvakuman awal, alat ini merupakan tempat untuk mengeluarkan dan memasukkan spesimen kedalam alat EPMA. Dengan membuat system vakum lokal, mengeluarkan dan memasukkan spesimen kedalam alat dapat dilakukan tanpa mengganggu system vakum secara total.

Detektor X-Ray yang paling banyak digunakan untuk sistem spektrometer adalah gas proportional control (Gambar 3). Alat ini terdiri dari tabung yang dilengkapi dengan kawat tungstem tipis, diisi dengan gas dan diberi potensial sebesar 1-3 KV.



Gambar 3. Gas proportional control

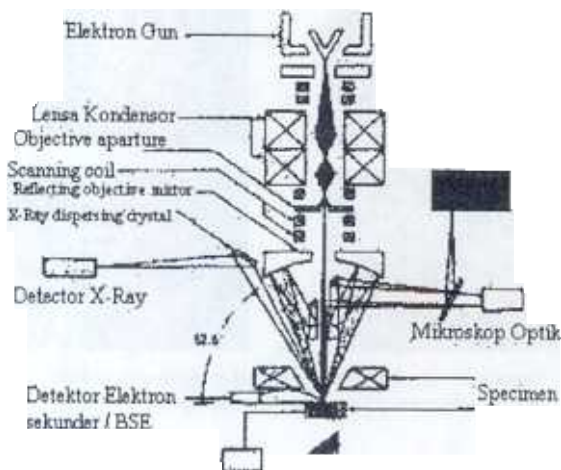
Pada saat photon X-Ray memasuki tabung melalui window, photon tersebut akan diserap oleh atom-atom gas untuk menghasilkan photoelektron yang kemudian energinya akan turun karena digunakan untuk mengionisasi atom-atom gas lain. Elektron yang dihasilkan kemudian melakukan interaksi dengan kawat tungstem untuk menghasilkan pulsa-pulsa. Gas yang digunakan umumnya adalah campuran argon dengan metan (90% argon-10% metan).

System deteksi sinyal X-Ray terdiri dari 5 buah kristal yaitu LIF, ADP, RAP, dan PbST. Kristal ini mampu mendeteksi panjang gelombang yang dihasilkan dari hasil tumbukan antara elektron dengan atom-atom yang

terdapat dalam spesimen. Panjang gelombang dapat dideteksi oleh kristal-kristal tersebut adalah panjang gelombang untuk unsur dari nomor atom 4 yaitu Be sampai panjang gelombang yang berasal dari unsur uranium dengan nomor atom 82.

3. MEKANISME KERJA ALAT EPMA

Mekanisme kerja alat EPMA dapat dilihat pada Gambar 4. Elektron gun merupakan alat untuk menghasilkan elektron beam yang mempunyai energi tinggi, kemudian difokuskan pada permukaan spesimen yang akan dianalisa dan berfungsi sebagai target.



Gambar 4. Mekanisme kerja alat EPMA

Pada waktu alat EPMA dioperasikan, filamen dipanaskan dan diberi tegangan negatif sebesar 1-50 KV. Saat itu elektron akan keluar dari ujung filamen yang lancip dan gerakannya dipercepat oleh perbedaan potensial yang tinggi antara katoda dan anoda (1.000 sampai 50.000 volt).

Didalam elektron gun terdapat wehnelt yang mempunyai bentuk silinder dan diberi potensial antara 0-2500 volt. Fungsi dari wehnelt adalah memfokuskan elektron yang keluar dari filamen, sehingga terbentuk *crossover* dengan diameter (do) 10-50 μ .

Elektron beam yang terbentuk pada *crossover* kemudian diperbesar oleh lensa kondensator untuk selanjutnya dilewatkan pada lensa objektif dan digunakan untuk menembak spesimen. Pada waktu elemen ditumbukkan dengan spesimen, sebagian dari elektron tersebut dipantulkan oleh permukaan spesimen. Elektron yang dipantulkan ini disebut *Back Scattered Electron (BSE)*. BSE yang dihasilkan kemudian ditangkap oleh BSE detektor dan sinyal yang diperoleh detektor ini kemudian digunakan untuk memberikan informasi mengenai topography permukaan spesimen.

Elektron-elektron lain yang tidak dipantulkan oleh permukaan spesimen, akan melakukan penetrasi ke bagian dalam spesimen sampai kedalaman 1-2 μ m dan mengeksitasi elektron yang terdapat pada atom-atom

spesimen sebagai hasil dari eksitasi elektron tersebut akan dihasilkan *X-Ray* dengan panjang gelombang tertentu, tergantung pada atomnya. Panjang gelombang *X-Ray* yang dihasilkan kemudian ditangkap oleh detektor *X-Ray*. Karena panjang gelombang untuk tiap unsur mempunyai harga tertentu maka panjang gelombang *X-Ray* yang terdeteksi dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang terdapat dalam suatu spesimen. Analisa unsur dengan cara ini dikenal sebagai analisa kualitatif.

Hal yang perlu diperhatikan untuk analisa EPMA adalah sifat material yang akan dianalisa. Untuk material yang tidak konduktif, penembakan spesimen oleh elektron kemungkinan akan menimbulkan penumpukan muatan pada permukaan spesimen (*charge up*). Penumpukan muatan ini akan sangat mengganggu terutama untuk analisa dengan menggunakan BSE, yaitu gambar yang diperoleh akan menjadi kabur. Untuk menghindari terjadinya *charge up*, spesimen tidak konduktif perlu dibuat konduktif dengan cara melapisi permukaan spesimen dengan material yang konduktif seperti emas, perak, aluminium atau karbon.

4. PREPARASI SAMPEL UNTUK ANALISIS EPMA

Material yang akan di analisa harus diketahui terlebih dahulu konduktor atau tidak, karena hal ini bergantung ke proses selanjutnya.

2. Ukuran sampel $\pm 3 \text{ mm}^2$, dan apabila sampel yang tidak konduktor harus disputering yaitu dilapisi Au atau C.
3. Setelah disputering baru bisa dianalisis bagian yang akan dianalisa.
4. Dari panjang gelombang masing-masing dari semua unsur dapat diketahui unsur-unsur yang ada pada material tersebut.

5. CONTOH APLIKASI EPMA DI BIDANG METALURGI

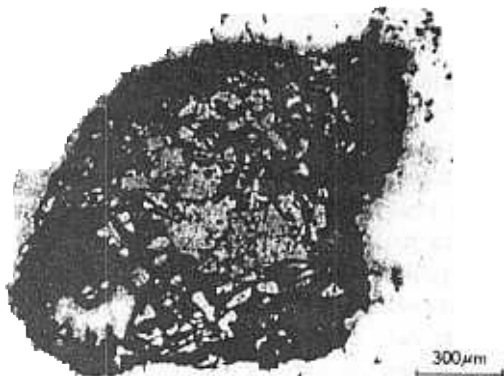
Sebagai contoh untuk memahami kegunaan alat EPMA di bidang metalurgi, diambil hasil analisa unsur-unsur impuritis ataupun unsur pepadu dalam logam utama dari aluminium dengan alat EPMA.

Logam cor aluminium yang mempunyai sifat ringan dan lunak, dapat diubah menjadi bahan yang ringan tetapi mempunyai sifat mekanik yang tangguh. Sehingga logam aluminium tersebut dapat digunakan untuk bahan konstruksi pesawat terbang, mobil, komponen mesin, dan sebagainya.

Perubahan sifat tersebut karena adanya unsur-unsur pepadu di dalam logam utama aluminium.

Untuk mengetahui perilaku dan keberadaan unsur-unsur pepadu maupun unsur-unsur asing di dalam logam aluminium, dapat dengan mudah dilakukan dengan alat EPMA.

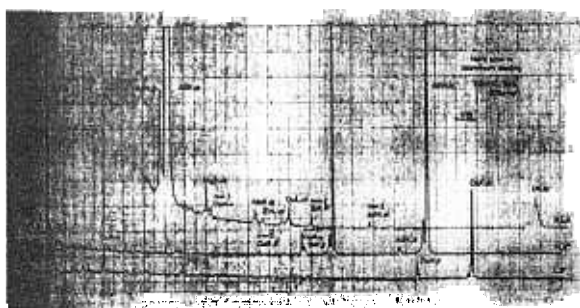
Pada gambar 5 ditunjukkan titik inklusi *hard spot* dalam logam cor aluminium dengan skala pembesaran 300 μm .



Gambar 5. *Hard spot* dalam logam cor aluminium

Pada Gambar 6, ditunjukkan data analisa kualitatif dengan metoda *scanning* kecepatan tinggi. Dengan metoda tersebut, unsur-unsur dari oksigen (^{16}O) hingga uranium (^{92}U) dapat dideteksi dengan kecepatan kurang dari dua menit dengan pencatat simultan.

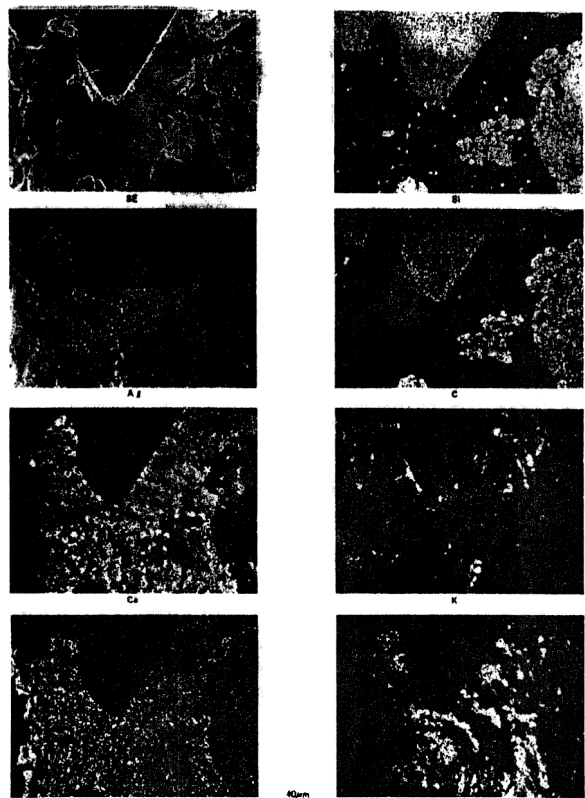
Dari Gambar 6, dapat diketahui bahwa unsur-unsur yang terdapat pada paduan logam cor aluminium adalah Al, Mg, Ca, Na, Zn, Cu, Si dan O yang terdeteksi pada chanel RAP atau chanel I; Ca, Cu, Si dan Al yang terdeteksi pada chanel ADP atau chanel II dan unsur-unsur Cu, Fe, Ca dan Li yang terdeteksi pada chanel LiF atau chanel III.



Gambar 6. Hasil analisa kualitatif dengan metoda *scanning* kecepatan tinggi

Pengamatan lebih lanjut dengan alat EPMA untuk mengetahui distribusi unsur-unsur impuritis atau inklusi dari logam cor aluminium termasuk gambar kuantitatifnya dapat dilihat pada Gambar 7. Gambar 7, memperlihatkan hasil analisa kuantitatif dari *hard spot* logam cor aluminium. Jumlah titik-titik putih dalam gambar menunjukkan jumlah unsur-unsur yang dimaksud.

Dari Gambar 7, yang menampilkan unsur-unsur Si, Al, C, Ca, K, O dan Na dalam logam cor aluminium dapat diketahui bahwa unsur silikon dan karbon terdistribusi pada tempat yang sama.



Gambar 7. Hasil analisa *hard spot* yang menunjukkan jumlah unsur pada logam cor aluminium

5. KESIMPULAN

Perkembangan ilmu metalurgi tidak lepas dari perkembangan penelitian bentuk atau struktur kristal logam, distribusi unsur-unsur pepadu dan karakteristik mikro struktur lainnya.

Dengan bantuan alat EPMA yang merupakan kombinasi dua sistem alat yang terdiri dari *Scanning Electron Microscopy* dan *X-Ray Fluorescence*, kesulitan yang ditemui pada penelitian dan pengembangan material baru dapat diatasi dengan mudah.

Demikian juga dengan bantuan alat EPMA kita dapat dengan mudah melakukan analisa kualitatif dan semi kuantitatif terhadap benda uji yang sangat kecil sekalipun. Besar benda uji yang teramati dengan alat EPMA, minimal sebesar 1 mm. Penelitian dengan alat ini, dapat dilakukan dengan cepat, akurat dan tidak merusak. Pada akhirnya dengan alat tersebut sangat membantu untuk mendapatkan terobosan-terobosan dalam pengembangan teknologi ilmu metalurgi.

6. DAFTAR PUSTAKA

- ASM HandBook, "Metallography and Microstructure", 9th edition.
- Application Data, "Electron Probe Micro Analyzer", Shimadzu Electron Probe Micro Analyzer and Scanning Electron Microscope.