

ANALISA STRUKTUR MIKRO MATERIAL DENGAN BERKAS ELEKTRON DAN ION

Oleh :

Pudji Untoro*, Munawir Zulkarnaen* dan Rill Isaris*

Abstrak

Adanya kebutuhan analisa material yang makin akurat menuntut suatu metoda analisis yang dapat menganalisa struktur mikro secara lebih teliti dan presisi. Dalam makalah ini disampaikan secara sistematis metoda-metoda analisa dengan berkas elektron dan berkas ion. Selain itu disampaikan pula beberapa contoh analisis dengan metoda yang sering digunakan berdasarkan keuntungan-keuntungan dan problematika yang ada untuk memperoleh informasi lengkap tentang material yang dianalisa. Dengan adanya perbandingan beberapa metoda analisa struktur mikro tersebut diharapkan dapat memberikan gambaran yang mudah dan cepat tentang metoda-metoda apa yang akan digunakan untuk analisis material.

1. PENDAHULUAN

Suatu era perkembangan dalam analisa material saat ini ditunjukkan dengan makin kecilnya dimensi informasi dan ketelitian yang dibutuhkan. Sehingga perubahan mikro dalam permukaan bahan yang dicatat dapat mempunyai dampak yang sangat besar untuk aplikasi selanjutnya.

Saat ini sangat banyak sekali metoda analisa material khususnya dengan berkas elektron maupun ion yang digunakan baik untuk penelitian maupun untuk keperluan industri. Untuk menentukan metoda mana yang akan digunakan sangat tergantung dari kebutuhan informasi analisa yang dibutuhkan. Suatu kebutuhan informasi struktur dan karakteristik material kadang-kadang tidak dapat dipenuhi hanya dengan satu metoda analisa, tetapi diperlukan metoda lain dengan objek yang sama untuk melengkapi hasil analisa yang telah dilakukan. Dan setiap metoda mempunyai keuntungan dan kerugian masing-masing, sehingga dapat dipilih metoda-metoda yang sesuai dengan informasi analisa yang diperlukan. Sebagai gambaran umum metoda-metoda analisa dengan berkas elektron dan berkas ion dapat dilihat pada Gambar 1.

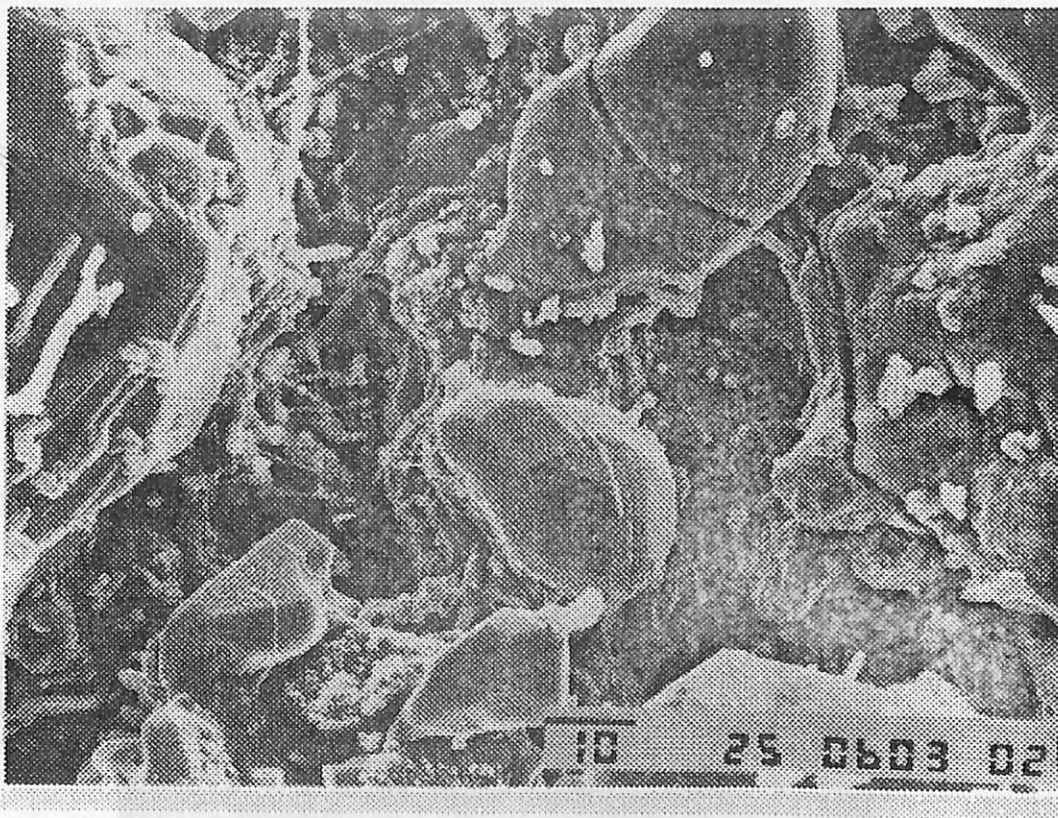
Pada makalah ini diperkenalkan prinsip-prinsip dasar dan kemampuan beberapa metoda analisa tersebut. Dengan disertai contoh-contoh dimaksudkan untuk menjawab problematika riil didalam analisa material.

* Pusat Perangkat Nuklir dan Rekayasa
Badan Tenaga Atom Nasional

2. MIKROSKOP ELECTRON SKANING (Scanning Electron Microscope/SEM)

SEM adalah peralatan yang sangat diperlukan untuk pengamatan mikro suatu material dengan perbesaran yang sangat besar. Prinsip dasar SEM secara garis besar sama dengan mikroskop optik dan sebagai sumber cahaya menggunakan berkas elektron. Sinar elektron melintas setiap baris dan titik permukaan material percobaan, selaras dengan gerakan tersebut bergerak pula sinar elektron pada tabung gambar. Pada setiap tumbukan elektron dengan material, maka terpecah elektron, elektron sekunder dan sinar X. Hasil elektron yang terpecah tersebut dapat diatur kejelasan gambar pada layar. Gambar terang karena elektron yang dihasilkan banyak, gambar yang gelap karena elektron sedikit sedangkan diantaranya dihasilkan gambar abu-abu.

Sebagai contoh pada Gambar 2 menunjukkan permukaan material Incoloy 800H yang teroksidasi/tersulfidasi pada lingkungan uap air dengan $PO_2=4.41 \times 10^{-19}$ bar, $PS_2=1.76 \times 10^{-07}$ bar dan $T=800$ °C. Dari gambar tersebut terlihat jelas bentuk kerusakan permukaan akibat korosi sulfur yang membentuk Chromsulfida.



Gambar 1 : Contoh gambar mikroskop elektron skaning pada permukaan material Incoloy 800H yang teroksidasi/tersulfidasi dengan $PO_2=4.41 \times 10^{-19}$ bar, $PS_2=1.76 \times 10^{-07}$ bar dan $T=800$ °C.

3. MIKROSKOP ELEKTRON TRANSMISI (TEM)

Pada mikroskop elektron transmisi diperlukan berkas elektron dengan energi yang lebih tinggi dan diperlukan pula persiapan khusus material percobaan dengan ukuran yang sangat tipis untuk dapat ditampilkan gambar dan dianalisa dengan resolusi ruang yang tinggi. TEM selain dapat digunakan untuk menampilkan struktur material atau kerusakan didalam kristal juga dapat digunakan untuk topografi. Seperti pada mikroskop konvensional, TEM juga menggunakan sistem lensa untuk memperbesar gambar yang terjadi. Pada Gambar 2 ditunjukkan gambar TEM untuk sampel yang sama seperti Gambar 1 dengan preparasi melintang. Dengan preparasi tersebut dimana dengan menyatukan permukaan lapisan oksida satu sama lain dengan menggunakan perekat khusus M-Bond 610, maka informasi permukaan dan batas antara lapisan oksida dengan material dasar dapat diketahui lebih baik.

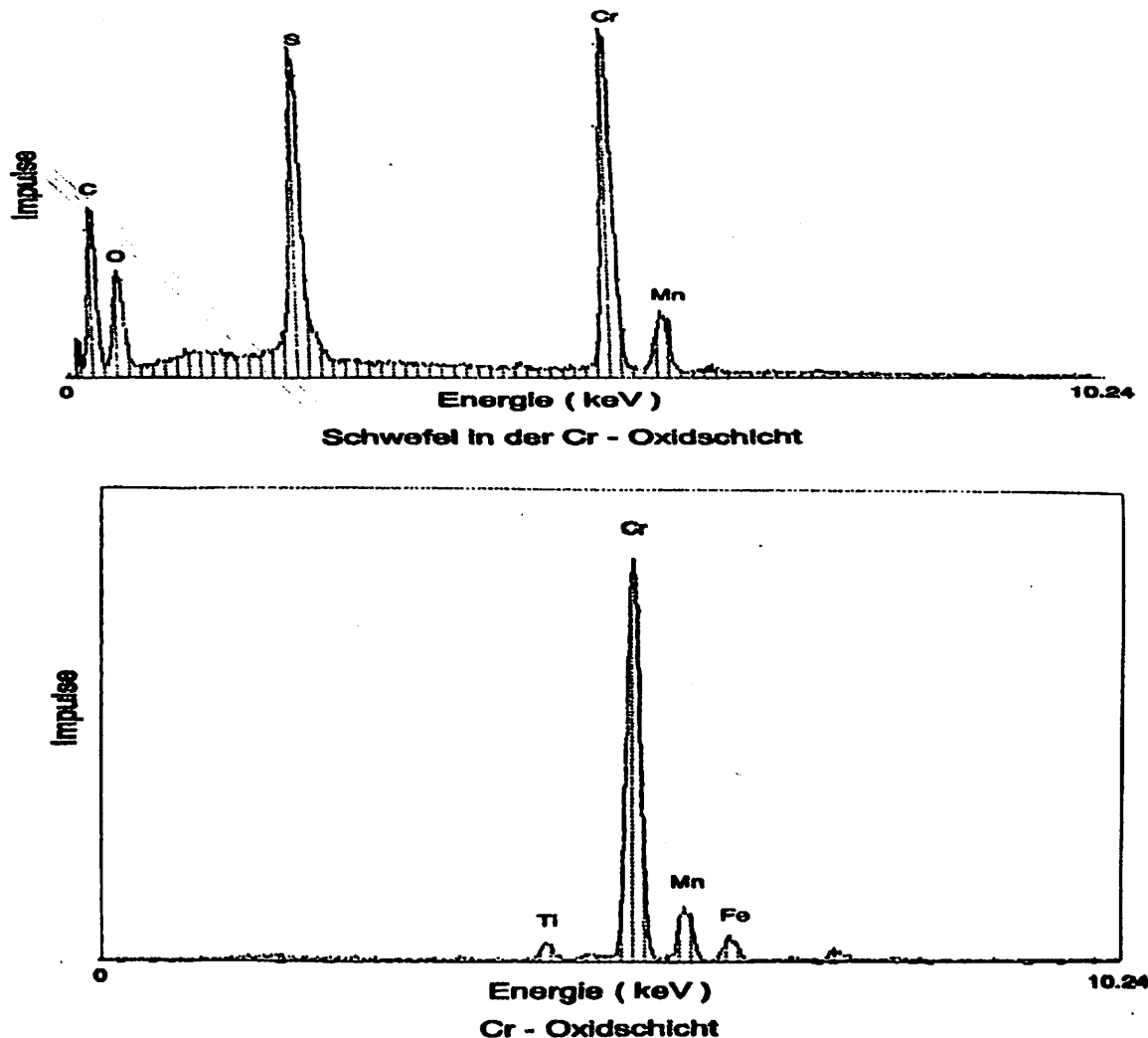


Gambar 2 : Contoh gambar TEM pada Hasteloy X dengan preparasi melintang

4. ENERGY DISPERSIVE X-RAY ANALYSIS (EDX)

Pada mikroskop elektron baik skaning maupun transmisi biasanya dilengkapi dengan peralatan analisa tambahan yang memanfaatkan sinar X yang dihasilkan akibat tembakan elektron tersebut. Inti dari sistem EDX adalah detektor semikonduktor, biasanya Li-Si Detektor yang didinginkan didalam nitrogen cair dan dilengkapi dengan analisator banyak kanal (Multi Channel Analysator/MCA). Setiap sinar X yang ditangkap menghasilkan pulsa yang setara dengan energi. Dengan MCA, pulsa yang sudah diperkuat diseleksi berdasarkan energi yang disimpan didalam kanal masing-masing, sehingga dihasilkan spektrum yang dapat dilihat di layar gambar (Gambar 3). Untuk memperoleh informasi seberapa banyak (dalam atom %) elemen yang ada pada material biasanya dilengkapi pula program perhitungan untuk keperluan tersebut.

Pada Gambar 3 adalah hasil analisa EDX pada batas antara lapisan oksida pada permukaan Hasteloy X dengan material dasar. Dari pulsa-pulsa yang dihasilkan dengan prosentase elemen yang terdeteksi terlihat bahwa pada batas tersebut terbentuk struktur lapisan spinel yang terdiri dari $Cr_2Mn_2O_4$.

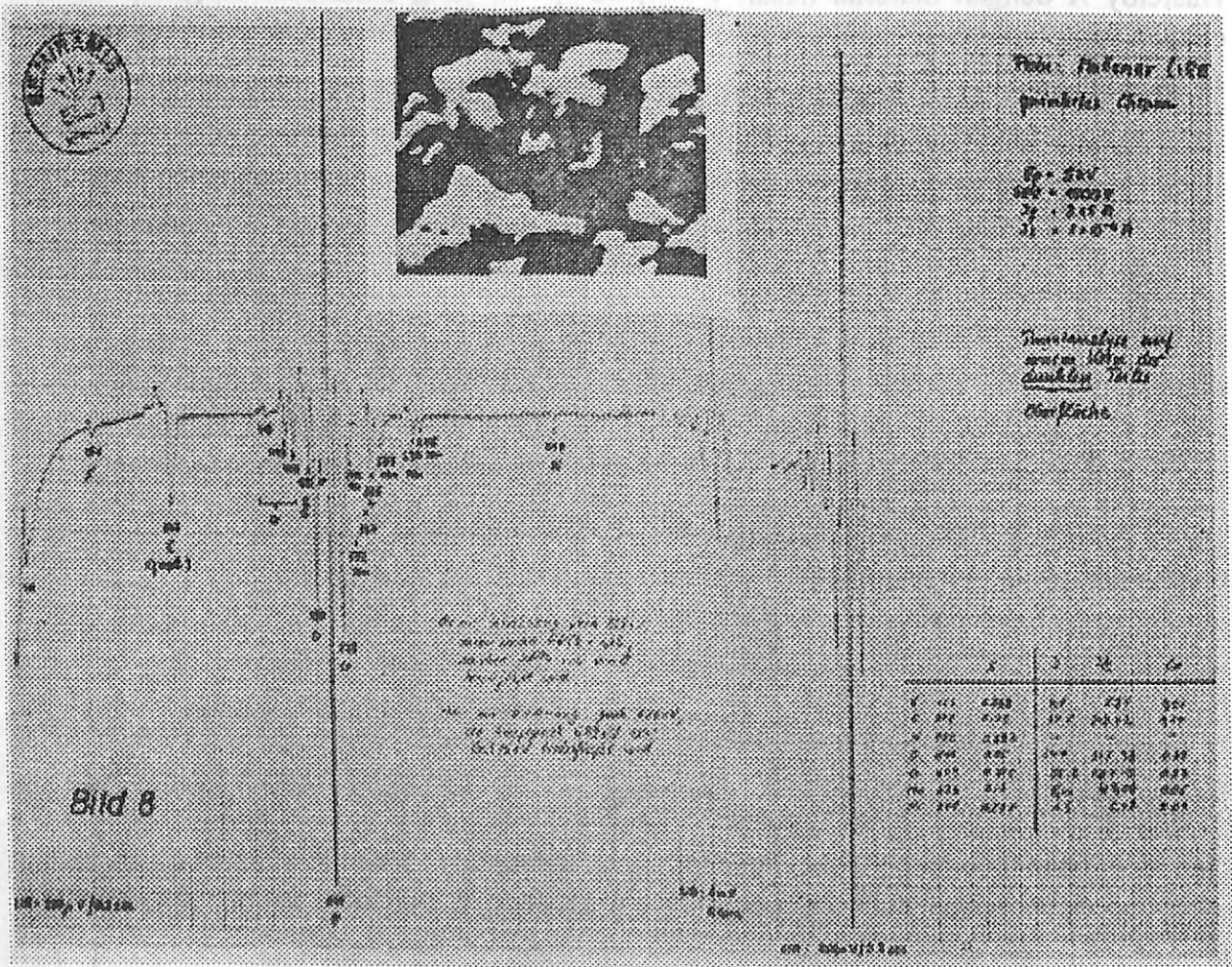


Gambar 3 : Analisa dengan EDX Hasteloy X pada gambar SEM dan TEM

5. SPEKTROSKOPI ELEKTRON AUGER (AES)

Dasar analisa AES adalah memanfaatkan elektron Auger yang dipancarkan akibat tembakan berkas elektron atau sinar X. Dengan tembakan elektron pada material, maka elektron pada kulit dalam tereksitasi. Karena tempat yang kosong tersebut diisi oleh elektron dari kulit dengan energi yang lebih tinggi, sehingga energi sisanya dipancarkan dalam bentuk elektron Auger atau sinar X. Metoda AES ini sangat sensitif terhadap permukaan material dan dapat digunakan untuk analisa semua elemen dalam tabel periode mulai Beryllium.

Pada Gambar 4 terlihat garis-garis Auger yang lemah diantara latar belakang dari elektron sekunder pada material Hasteloy X yang teroksidasi pada proses yang sama dengan sebelumnya.



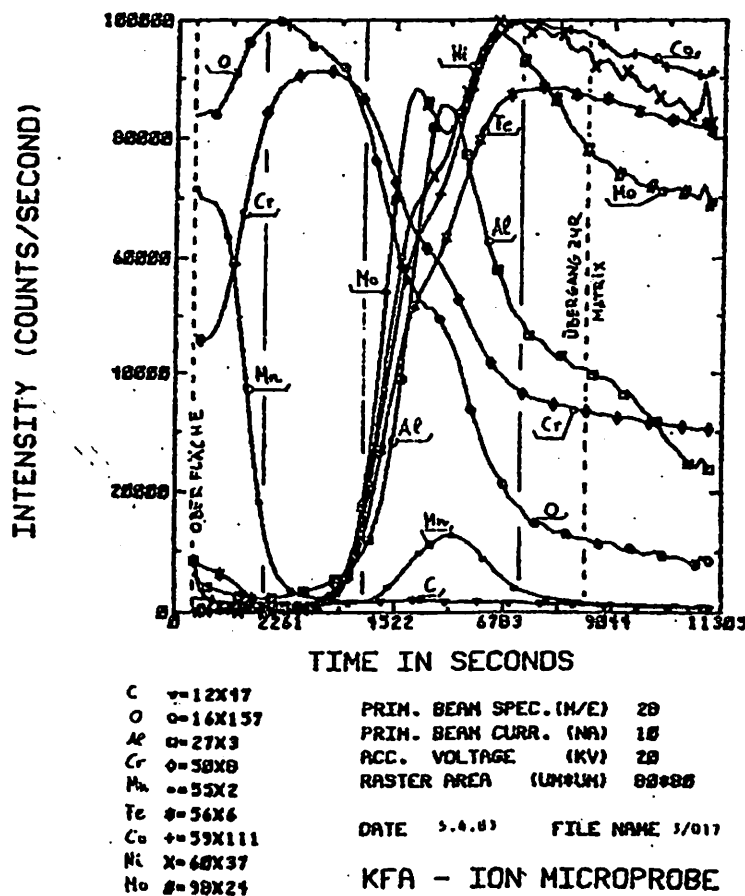
Gambar 4 : Contoh spektrum Auger pada Hasteloy X

6. SPEKTROSKOPI MASSA ION SEKUNDER (SIMS)

Pada SIMS ion energi rendah digunakan untuk memercik atom-atom permukaan material percobaan dalam lingkungan yang vakum, dimana fragmen-fragmen yang terionisasi dideteksi langsung dengan spektrometer massa. Sistem analisa ini dibedakan dua macam mode yaitu : SIMS statis dan SIMS dinamis. SIMS statis digunakan ion cepat dengan arus lemah sehingga analisa sistem ini terbatas pada lapisan permukaan yang paling atas. Sedangkan SIMS dinamis menggunakan ion dengan kerapatan arus tinggi untuk mengikis secara berturut-turut lapisan atom dengan kecepatan relatif tinggi.

Karena sensitifitas yang tinggi maka SIMS sangat ideal untuk mengkarakterisasi material percobaan secara mikro. Suatu contoh analisa dengan SIMS pada Hasteloy X ditunjukkan pada Gambar 5.

Metoda SIMS sangat luas sekali pemakaiannya yang secara detail telah dijelaskan pada Benninghoven dkk.



Gambar 5 : Contoh gambar spektrum SIMS pada Hasteloy X yang teroksidasi dengan $PO_2 \sim 10^{-19}$ bar dengan proses oksidasi standar

7. RUTHERFORD BACKSCATTERING (RBS)

Pada metoda Hamburan Balik Rutherford (RBS) digunakan ion-ion ringan (misalnya : H⁺, D⁺, He⁺) yang ditembakkan pada target material. Akibat tumbukan elastis dengan kisi-kisi atom target, ion-ion tersebut dihamburkan kembali menuju detektor yang akan mencacah ion-ion hamburan dan menentukan energinya.

Informasi yang terkandung dalam hamburan meliputi : komposisi target bahan, distribusi elemen didalam bahan dan kedalaman elemen yang dianalisa. Gambar skema RBS-spektrum ditunjukkan pada Gambar 6.

Sinar ion dengan energi E₀ ditembakkan pada bahan target yang massanya A dan B. Partikel hamburan setelah tumbukan mempunyai energi E_A atau E_B tergantung dari atom target. Energi setelah tumbukan tergantung dari energi awal E₀ dan konstanta K, E_A=K_A E₀ dan E_B=K_B E₀, maka sinyal-sinyal energi pada posisi E_A dan E_B (Gambar 6) dapat diidentifikasi masing-masing sebagai sinyal massa A dan B.

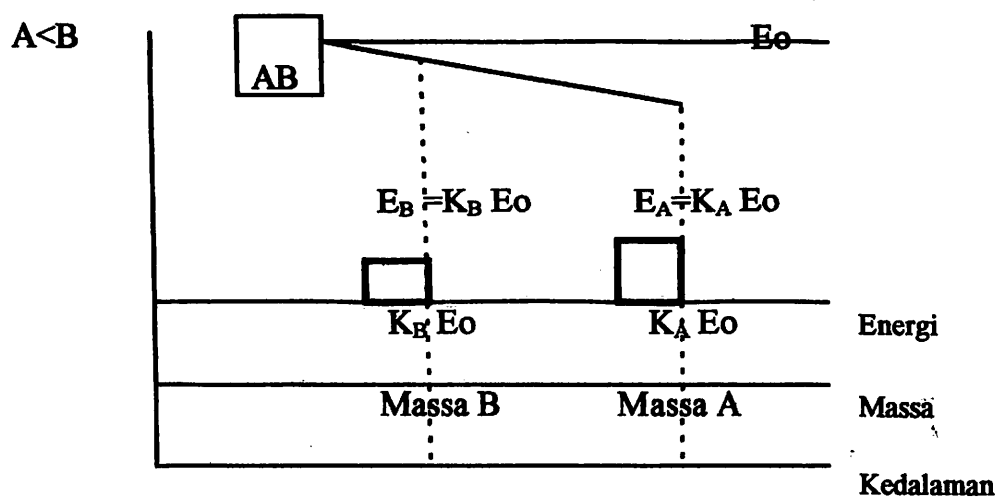
Dasar teori metoda RBS adalah tumbukan antara 2 partikel bermuatan (Hukum Coulomb) masing-masing mempunyai nomor atom Z₁ dan Z₂, makaampang lintang differensial dapat dirumuskan dalam persamaan :

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E_0 \sin^2 \theta/2} \right) [1 + A\gamma^2 + B\gamma^2 + C\gamma^2 \dots]$$

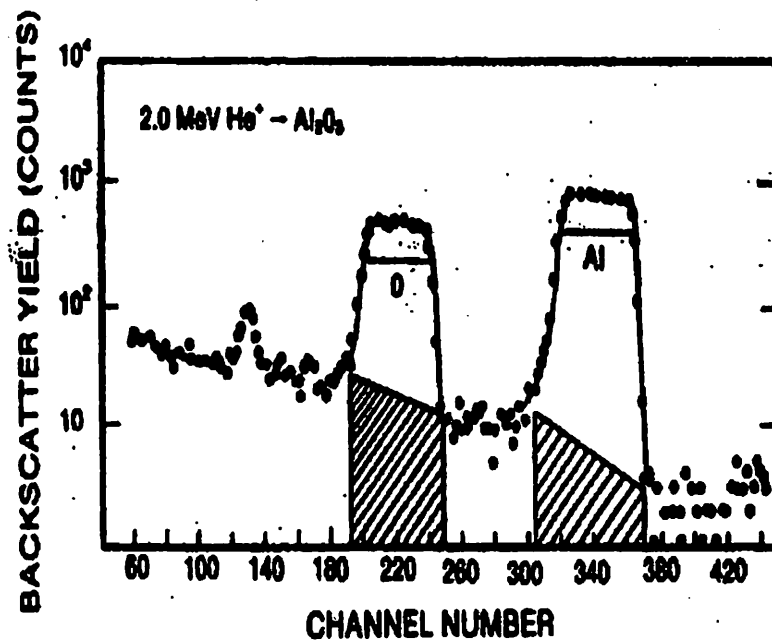
dimana e adalah muatan elektron, γ adalah perbandingan massa M_A/M_B dan θ adalah sudut hamburan. Biasanya untuk sudut hamburan balik 150°, maka harga konstanta A=1.741, B=0.544, C=0.150/8/.

Penggunaan analisa tak merusak RBS ditunjukkan dengan sebuah contoh spektrum energi pada hamburan 150° dari lapisan Al₂O₃ pada Gambar 7, dimana terlihat dengan jelas perbedaan puncak-puncak untuk Oksigen dan Aluminium.

Prinsip RBS ini digunakan juga untuk analisa Ion Scattering Spectroscopy (ISS), tetapi dengan menggunakan sinar energi tunggal. Metoda ini sangat sensitif untuk analisa permukaan dengan sampel yang kecil. Karena metoda ini sangat khusus untuk pemakaian tertentu, sehingga teknik ini tidak berkembang luas untuk analisa.



Gambar 6 : Skema spektrum RBS pada bahan dengan massa yang berbeda



Gambar 7 : Spektrum energi hamburan dari lapisan Alumuniumoksida

8. NUCLEAR REACTION ANALYSIS (NRA)

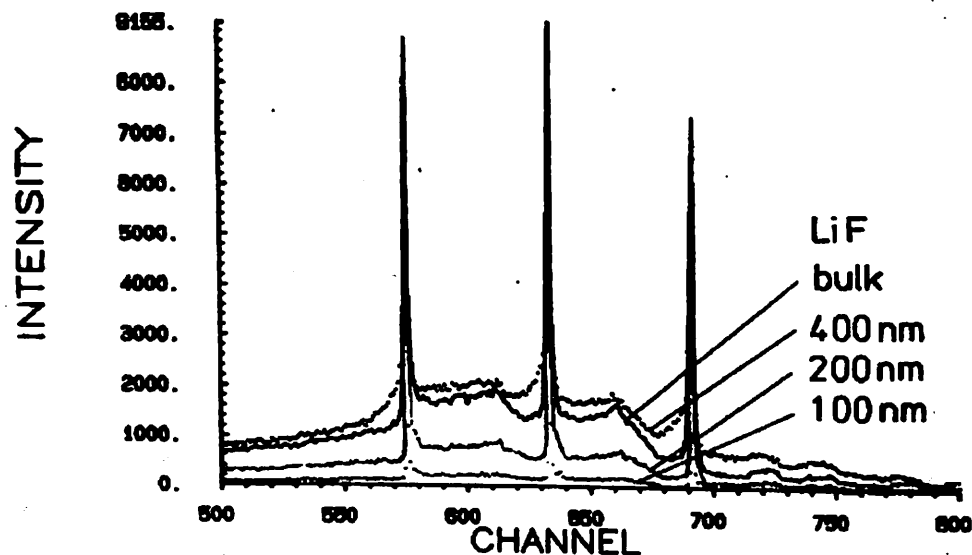
Pemakaian metoda NRA berkembang sangat cepat setelah tahun 1960. Metoda ini merupakan metoda analisa dengan ion yang sangat rumit, karena setiap isotop dapat mengakibatkan bervariasinya reaksi nuklir yang terjadi, karakteristik energi yang diperlukan untuk reaksi dan yang dihasilkan, tampang lintang dan distribusi sudut yang spesifik. Dari bervariasinya reaksi nuklir yang terjadi dapat digolongkan menjadi 4 katagori yaitu :

- Ion \longleftrightarrow Ion
- Ion \longleftrightarrow Gamma
- Ion \longleftrightarrow Netron
- Analisa aktifasi

Sebagai persyaratan suatu reaksi inti maka partikel penembak harus mencapai kedalam inti atom target yang dianalisa. Pada daerah energi sampai dengan sekitar 5 Mev, maka reaksi-reaksi inti hanya mungkin terjadi untuk inti-inti ringan ($Z < 20$). Pada metoda NRA energi partikel penembak, sudut hamburan dan kombinasi reaksi inti harus secara pasti ditentukan. Reaksi-reaksi yang penting dapat dilihat pada Tabel 1. Pada Tabel tersebut dapat dilihat bahwa hasil-hasil reaksi yang terjadi kebanyakan mempunyai energi yang tinggi, sehingga bukan merupakan suatu masalah untuk memisahkan spektrum latar belakang selama bahan substratnya bukan dari elemen ringan. Tetapi secara percobaan ion yang terhambur elastis harus dijauhkan dari detektor dengan memakai lapisan penyerap agar sistem pengukuran tidak terganggu.

Dengan diketahuiampang lintang differensial untuk suatu reaksi inti, maka kerapatan permukaan inti yang dianalisa dapat ditentukan. Secara umum diperlukan suatu standar untuk membandingkannya. Suatu contoh untuk melihat pengotoran F pada permukaan lapisan silikon pada reaksi $^{19}\text{F}(p,\alpha\gamma)^{16}\text{O}$ dengan energi 1.375 Mev pada Gambar 8. Disini terlihat bahwa ketiga sinyal gamma akan naik semua sesuai dengan kenaikan ketebalan LiF pada permukaannya.

Keuntungan utama metoda NRA adalah kemampuan dan sensitifitasnya yang tinggi untuk analisa "depth profiling" inti ringan yang khas. Sehingga metoda ini dapat digunakan sebagai metoda pilihan untuk mendukung metoda analisa yang cocok untuk unsur menengah dan berat.



Gambar 8 : Spektrum LiF pada permukaan Silikon amorph dengan metoda NRA

9. PARTICLE INDUCED X-RAY EMISSION (PIXE)

Tumbukan proton/partikel energi tinggi dapat pula menyebabkan terbentuknya "hole" pada kulit elektron bagian dalam dan dapat menyebabkan terpancarnya sinar X karakteristik akibat pengisian elektron dari kulit elektron diluarnya. Ionisasi pada kulit elektron bagian dalam ini akan paling efektif bila partikel yang menumbuknya mempunyai kecepatan yang kira-kira sama dengan elektron, sehingga berkas partikel tersebut harus mempunyai energi 2000 kali dari energi elektron atau dalam orde Mev.

Proton atau partikel alpha biasanya digunakan pada metoda ini mempunyai energi sekitar 2-3 Mev. Karena eksitasi dengan proton sangat efisien, maka metoda ini banyak menggunakan proton dari pada partikel lainnya dan menunjukkan sensitifitas yang tinggi.

PIXE tidak dapat digunakan untuk analisa kuantitatif, karena tidak mungkin menangkap semua proses ionisasi yang terjadi dimana sangat tergantung dari lingkungan

lokal. Tetapi PIXE sangat menguntungkan dengan ketelitiannya yang tinggi karena perbandingan sinyal dan latar belakang dapat terlihat jelas bila penembaknya partikel berat. Latar belakang tersebut disebabkan adanya Bremstrahlung. Bremstrahlung tersebut akan berkurang banyak bila massa partikel yang digunakan naik. Keuntungan lain metoda PIXE adalah dimungkinkannya sinar proton pada fokus titik, apa lagi sekarang ini sinar dengan diameter lebih kecil dari 1μ dapat mudah diperoleh dan dapat mendeteksi untuk daerah pg sampai fg.

Pemakaian metoda PIXE termasuk untuk analisa mineral, studi polusi udara, analisa jejak air laut dan sampel biologi/biomedis pada demensi sel. Informasi lebih lengkap terdapat dalam konferensi internasional pada "Particle Induced X-ray Emission and its Analytical Applications"

10. KESIMPULAN

Metoda-metoda analisa bahan sampai saat ini masih berkembang sesuai dengan perkembangan informasi tentang bahan itu sendiri. Untuk memperoleh informasi yang lengkap tentang suatu bahan percobaan biasanya diperlukan kombinasi dari beberapa metoda tersebut. Pada Tabel 2 dibawah ini secara singkat diterangkan hal-hal yang pokok tentang proses, batas deteksi, analisa kedalaman, resolusi dsb., sehingga memberi gambaran yang mudah dan cepat tentang metoda-metoda analisa yang akan dipilih untuk digunakan menganalisa bahan sesuai dengan informasi yang dibutuhkan. Dari metoda-metoda tersebut diatas dapat dipilih tiga metoda utama yang saling mendukung yang disarikan dibawah ini :

- Metoda RBS merupakan metoda analisa kuantitatif tak merusak dengan resolusi kedalaman yang tinggi (1nm s/d 10nm) dan digunakan untuk analisa elemen dari Be-U dengan sensitifitas s/d 10^{-4} . Kelemahan metoda ini selain bukan untuk elemen ringan, ketelitian analisa 1 %, juga dapat digunakan hanya untuk beberapa elemen dalam satu sampel.
- Metoda NRA digunakan untuk analisa elemen ringan (H-F) dengan resolusi kedalaman 5-1000 nm tergantung dari jenis reaksinya. Kelemahan metoda ini bukan untuk elemen berat dan untuk analisa kuantitatif diperlukan standar pembanding dan substrat yang berat.
- Metoda PIXE digunakan untuk analisa multi elemen dengan sensitifitas yang tinggi. Kelemahan metoda ini untuk analisa kuantitatif selain perlu standar pembanding yang kandungannya sama dengan bahan sampel juga tidak bisa digunakan untuk analisa kedalaman.

Ketiga metoda pilihan tersebut diatas dapat digunakan dalam suatu kombinasi sistem analisa secara bersamaan dalam suatu instalasi dengan saluran berkas yang terpisah, sehingga setiap metoda dapat dioptimasi untuk mendapatkan hasil yang sempurna.

INTI	REAKSI	ENERGI PRIMER E_1/MeV	ENERGI SEKUNDER E_2/MeV
^1H	$^1\text{H}(^11\text{B},\alpha)^8\text{Be}$	1,6–2,3	1–4
$^2\text{H}(\text{D})$	$\text{D}(^3\text{He},\text{p})^4\text{He}$	0,7–1,0	14,7 17,6 γ
$^2\text{H}(\text{D})$	$\text{D}(\text{d},\text{p})\text{T}$	0,55	2,45
$^3\text{H}(\text{T})$	$\text{T}(\text{p},\text{n})^3\text{He}$	2,5	$\sim 1\text{ n}$
^3He	$^3\text{He}(\text{d},\text{p})^4\text{He}$	0,5	2–4 α
		0,4–3,0	12–14 p
^6Li	$^6\text{Li}(\text{d},\alpha)^4\text{He}$	1,56	9,25
^7Li	$^7(\text{p},\alpha)^4\text{He}$	1,00	7,84
^{10}B	$^{10}\text{B}(\text{n},\alpha)^7\text{Li}$	Thermische Neutronen	1,47 1,78
^{11}B	$^{11}\text{B}(\text{p},\alpha)^8\text{Be}$	0,70	4,07
^{12}C	$^{12}\text{C}(\text{d},\text{p})^{13}\text{C}$	1,00	3,01
^{11}N	$^{11}\text{N}(\text{d},\alpha)^{12}\text{C}^a$	1,30	6,76
^{16}O	$^{16}\text{O}(\text{d},\text{p}_1)^{17}\text{O}^a$	0,83	1,52
^{18}O	$^{18}\text{O}(\text{p},\alpha)^{15}\text{N}$	0,73	3,58
^{19}F	$^{19}\text{F}(\text{p},\alpha)^{16}\text{O}$	1,26	6,93
	$^{19}\text{F}(\text{p},\alpha\gamma)^{16}\text{O}$	1,34	6,97
		0,87	7,12 γ
			6,92
			6,13

Tabel 1 : Beberapa kemungkinan reaksi inti untuk energi partikel penembak (energi primer) < 3 MeV

Metoda	Partikel		Informasi	Sensitifitas	Kedalaman	Resolusi
	Primer	Sekunder				
SEM	elektron	elektron	permukaan	100		$10^{-3} \mu\text{m}$
TEM	elektron	elektron	molekul	500		$10^{-5} \mu\text{m}$
EDX	elektron	sinar X	Na-U		10.000 A	$1 \mu\text{m}$
AES	elektron	Auger el.	Li-U	10^{-3}	20 A	$>200 \mu\text{m}$
SIMS	Ar/Xe	ion	H-U	$10^{-6} - 10^{-9}$	10 A	$0.1 \mu\text{m}$
RBS	H/He/ion	ion	Be-U	10^{-3}	100 A	$0.3 \mu\text{m}$
ISS	Ar/He/ion	ion	Be-U	$10^{-1} - 10^{-4}$		$>10 \mu\text{m}$
NRA	H/He/N/F	el/n/ γ /ion	el. ringan	10^{-1}	$10^{-2} - 10^{-4} \text{A}$	10-1000
PIXE	H/He/prot.	sinar X	multi el.	0.1 ppm	$10^{-3} - 10^{-4} \text{A}$	10-1000

Tabel 2 : Perbandingan beberapa metoda yang dijelaskan

11. DAFTAR PUSTAKA

- Benninghoven A. et.al, 1987, **Secondary Ion Mass Spectrometry**, Wiley-Interscience
- Bird J.R. and Williams J.S, 1984., **Ion Beams for Material Analysis**, Springer Verlag
- Mallener W., **Moeglichkeit und Grenzen von Oberflaecheanalyse**, Juel-Spez-313, 1985
- Davis L.E., 1976, **Handbook of Auger Electron Spectroscopy**, Physical Electronic Industries Eden Prarie
- Grant W.A., 1989, **Methods of Surface Analysis**, Cambridge University Press
- MacDonald et.al, *J. Appl. Phys.*, 54, 1800, 1983
- Martin B., 1984, **Particle Induced X-ray Emission and its Analytical Applications**, *Nucl. Instr. Methods*, B3,
- Raimer L., 1989, **Tranmission Electron Microscopy**, Prentiss Hall
- Rinnsvelt V. et.al., **Particle Induced X-ray Emission and its Analytical Applications**, *Nucl. Instr. Methods*, B22, 1987
- Untoro P., 1993, **Oberflaecheuntersuchungen mit Elektronen und Ionen**, Doktorvortrag