

PENGAMATAN STRUKTUR MIKRO PERMUKAAN BAJA YANG DIIRRADIASI ION TITANIUM MENGGUNAKAN TEM

Dwi Gustiono^{*)}

Pusat Teknologi Material,
Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi,
Puspitek, Serpong - Banten 15310

^{*)} Email: dwi.gustiono@bppt.go.id

Abstrak

Telah dilakukan pengamatan mikrostruktur permukaan material baja yang diirradiasi ion titanium pada suhu ruang menggunakan mikroskop elektron transmisi (transmission electron microscope/TEM). Pada dosis iradiasi rendah, mikrostruktur permukaan baja banyak dipenuhi oleh cacat titik, cacat bidang dan dislokasi. Seiring dengan meningkatnya dosis iradiasi terjadi perubahan mikrostruktur pada beberapa bagian atau daerah permukaan material baja yang semula kristalnya berstruktur kubus berpusat muka (*face centered cubic/ fcc*) menjadi kubus berpusat badan (*body centered cubic/ bcc*). Bagian permukaan yang mengalami perubahan struktur kristal karena proses iradiasi ion titanium ini memiliki bentuk melingkar seperti partikel dan memiliki ukuran luas yang beragam dari skala nano hingga mikron. Pengamatan penampang lintang memperlihatkan bahwa daerah bcc terinduksi iradiasi ini hanya terjadi pada daerah dekat permukaan sekitar 150 nm dari permukaan material baja.

Keywords: Perubahan struktur kristal, iradiasi-ion, implantasi-ion, baja, mikroskop elektron.

1. Pendahuluan

Material baja adalah material yang memiliki peranan penting baik dalam dunia industri, transportasi, infrastruktur, dan lain sebagainya. Walaupun konsumsi baja di Indonesia masih rendah dibanding dengan negara ASEAN lainnya tapi tingkat konsumsi baja nasional per kapita per tahun sudah mencapai 40 kilogram (kg)per-tahun [1].

Penelitian dan pengembangan material baja untuk meningkatkan kualitas dan kehandalan dalam lingkungan operasinya serta mengurangi biaya produksinya merupakan aktivitas strategis yang harus selalu dilakukan. Selama beberapa tahun terakhir para peneliti manca negara telah melaporkan berbagai hasil penelitian terkait dengan peningkatan pemahaman dasar (teori) terhadap fenomena sifat permukaan baja maupun peningkatan kualitas permukaan baja untuk mendapatkan sifat-sifat yang lebih unggul dari sebelumnya seperti ketahanan terhadap lingkungan yang sangat ekstrim [2,3].

Para peneliti telah memahami perubahan sifat baja dari struktur kristal fcc ke struktur kristal bcc dapat dilakukan dengan beberapa metode diantaranya dengan perlakuan penurunan suhu yang sangat cepat (*quenching*), perlakuan penaikan tekanan secara hidrostatik, perlakuan pemuatan gas hidrogen dan perlakuan mekanik (*cold working*) [4-12]. Sejak tiga dasawarsa terakhir para peneliti mengetahui bahwa perlakuan iradiasi atau implantasi ion terhadap permukaan baja bisa menginduksi perubahan struktur kristal [13-26].

Pengamatan sifat permukaan bahan dengan metode iradiasi melalui pengendalian jenis ion, besarnya energi atau kecepatan ion, suhu lingkungan operasional dan pemberian perlakuan target bahan sebelum proses iradiasi telah dilakukan para peneliti menggunakan berbagai metode analisis seperti *glancing angle X-ray diffraction* (XRD), *Rutherford backscattering* (RBS), *Mossbauer spectroscopy*, and *Transmission electron microscopy* (TEM) [13-26].

Pengamatan struktural yang dilakukan menggunakan TEM selain menguatkan pembuktian perubahan struktural yang terjadi pada daerah terinduksi iradiasi yang telah dilakukan dengan metode analisis lainnya, juga memberikan informasi baru yang lebih akurat terkait dengan bentuk dan ukuran daerah terinduksi iradiasi serta sumber penyebab terjadinya fase terinduksi iradiasi [19-23]. Namun hingga saat ini para peneliti masih terus melakukan pengamatan yang lebih detil terhadap faktor penyebab utama terjadi perubahan struktur kristal terinduksi iradiasi guna pembuktian terhadap teori yang telah disusun oleh para peneliti terdahulu maupun koreksi atau penyusunan teori yang baru.

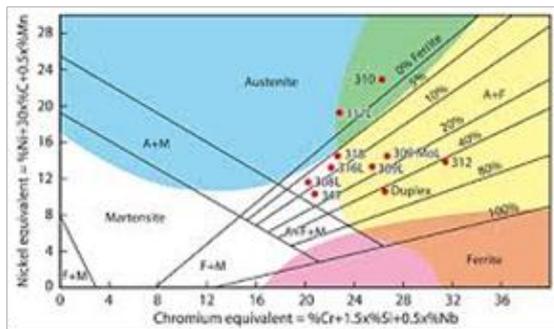
Pada makalah ini akan dilaporkan hasil pengamatan yang dilakukan menggunakan TEM terhadap bahan baja stainless jenis SUS301 yang diirradiasi oleh ion Titanium (Ti^+) pada suhu ruang. Tujuannya adalah untuk memberikan bukti yang lebih akurat terhadap faktor utama terjadinya perubahan struktur kristal yang diinduksi oleh iradiasi ion dan karakteristik dari daerah terinduksi iradiasi.

2. Metode Penelitian

Baja stainless tipe SUS301 ditetapkan sebagai objek penelitian karena sifatnya yang metastabil dimana perubahan struktur kristal akan lebih mudah teramati. Sifat metastabil tersebut diketahui dari hasil penelitian para peneliti terdahulu yang ditampilkan melalui komposisi kimia SUS301 pada Tabel-1 dan diagram fasa Schaeffler pada Gambar-1.

Tabel 1. Komposisi kimiawi Baja tipe SUS301

Cr	Ni	Mn	Si	Mo	N
17.460	6.190	1.600	0.480	0.180	0.167
Cu	P	Al	C	O	S
0.16	0.025	0.003	0.021	0.002	0.002

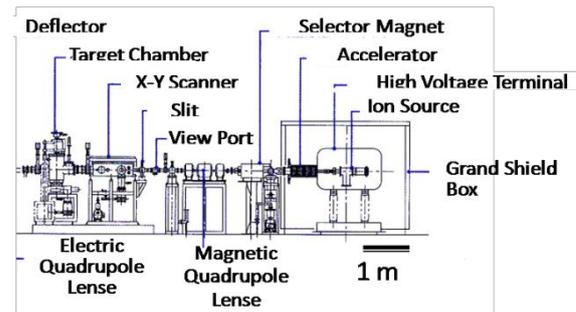


Gambar 1. Diagram fasa 'Schaeffler' yang memperlihatkan posisi bahan baja SUS301 berdasarkan komposisi kimiawi..

Pembuatan spesimen TEM berbentuk cakram didahului dengan pembentukan sampel berdiameter 3 mm dan tebal 0.3 mm. Untuk menghilangkan kerusakan struktur yang diakibatkan oleh proses pemotongan dan penipisan maka sampel diberi perlakuan pemanasan (*annealing*) pada suhu 1050°C. Selanjutnya bagian tengah sampel ditipiskan kembali dengan metode elektrokimiawi menggunakan peralatan Jet-Electropolishing bermerek *Strue* menggunakan campuran larutan asam asetat 95% dan asam perklorik 5% pada suhu 25°C. Untuk pengamatan penampang lintang, spesimen TEM dibuat dengan menggunakan metode *Focused ion beam* (FIB), pemotongan dan penipisan bagian permukaan dengan berkas ion Galium berenergi 30 keV.

Spesimen diirradiasi dengan ion Titanium berenergi 300 keV pada suhu ruang menggunakan peralatan akselerator ion berenergi tinggi. Dosis irradiasi diberikan dari 0.8×10^{20} ions/m² sampai dengan 30×10^{20} ions/m².

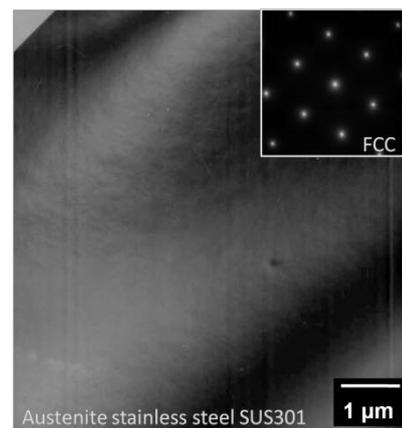
Pengamatan structural dilakukan menggunakan TEM bertipe H-700, JEM-2000FX dan JEM-2010F buatan JEOL yang dioperasikan pada tegangan 120 dan 200 kV.



Gambar 2. Ilustrasi profil penampang lintang dari peralatan akselerator bertegangan tinggi yang digunakan dalam penelitian ini.

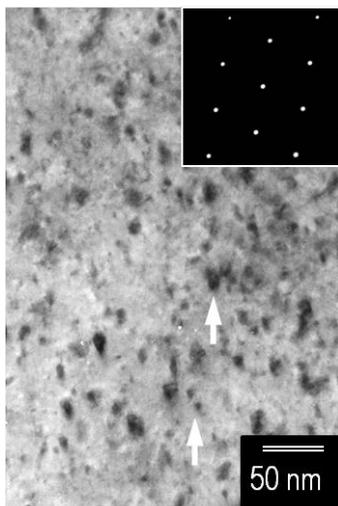
3. Hasil dan Pembahasan

Gambar 3 memperlihatkan kondisi struktur mikro permukaan spesimen sebelum diberikan perlakuan irradiasi ion. Profil struktur mikro tersebut terlihat bebas dari defects dan tak ada endapan atau fasa baru yang berbeda dengan struktur kristal fasa induknya, yakni fcc yang dapat dibuktikan dari pola difraksi electron pada Gambar 1. Hal ini membuktikan bahwa spesimen telah dipreparasi dengan baik.



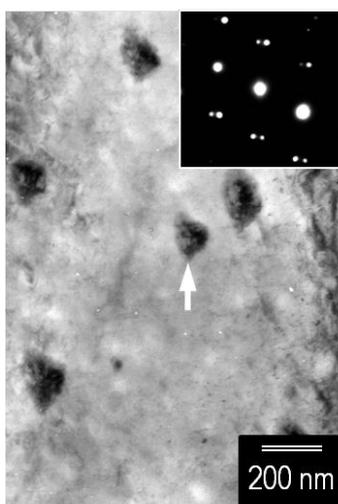
Gambar 3. Citra TEM dari struktur mikro permukaan spesimen sebelum diberi perlakuan irradiasi ion Titanium.

Gambar 4 memperlihatkan citra TEM dari spesimen yang telah diberikan perlakuan irradiasi ion Titanium pada dosis rendah dan yang lebih tinggi. Struktur mikro permukaan yang diirradiasi pada dosis rendah mengandung banyak cacat titik dan cacat planar seperti dislokasi. Belum terlihat adanya fasa baru terinduksi irradiasi dari hasil pengamatan pola difraksi electron yang diambil dari beberapa daerah yang mengalami kerusakan karena proses irradiasi.



Gambar 4. Citra TEM dari spesimen yang diberi perlakuan irradiasi ion Titanium pada dosis 0.8×10^{20} ions/m².

Peningkatan dosis irradiasi selain menimbulkan peningkatan kerusakan permukaan seperti adanya point defects dan dislokasi tapi juga menyebabkan munculnya endapan seperti partikel berbentuk melingkar dengan berbagai ukuran seperti yang terlihat pada Gambar 5 citra TEM dari spesimen yang telah diiradiasi ion Titanium pada dosis yang lebih tinggi, yakni sekitar 3×10^{20} ions/m². Ukuran partikel ini semakin membesar dengan kenaikan dosis irradiasi hingga pada dosis tinggi tertentu, sekitar 10×10^{20} ions/m² seluruh permukaan spesimen dipenuhi oleh partikel yang sangat besar atau dengan kata lain struktur mikro spesimen berubah menjadi seperti partikel,



Gambar 5. Citra TEM dari spesimen yang diberi perlakuan irradiasi ion Titanium pada dosis 3×10^{20} ions/m².

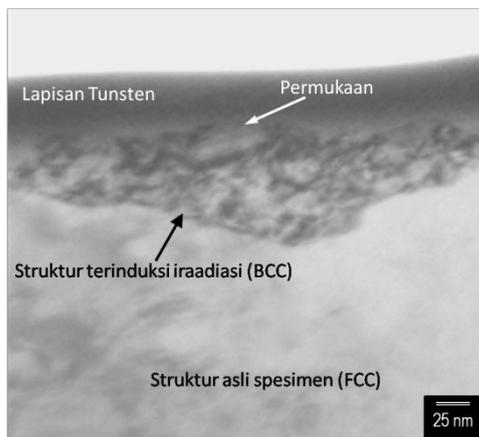
Pola difraksi electron dari endapan seperti partikel yang terlihat pada Gambar 5 membuktikan bahwa partikel yang dihasilkan setelah perlakuan proses irradiasi adalah bagian daerah permukaan spesimen

yang mengalami perubahan struktur kristal dari fcc ke bcc. Pada dosis irradiasi tertinggi yakni sekitar 3×10^{20} ions/m², hampir seluruh permukaan spesimen telah mengalami perubahan structural yang diinduksi irradiasi ke struktur Kristal baru, bcc.

Perubahan struktur kristal dari fcc ke bcc pada suhu ruang atau yang lebih rendah dimana sedikit sekali kemungkinan adanya intervensi proses diffuse, sering dikenal dengan istilah perubahan structural Martensite. Para peneliti terdahulu menganalisis penyebab utama (*driving force*) terjadinya transformasi martensit yang diinduksi irradiasi baik secara teori maupun hasil eksperimental yakni 1) kerusakan selama proses irradiasi dan berbagai cacat titik dan planar yang dihasilkannya, 2) efek sekunder dari proses irradiasi yaitu disperse dari ion-ion irradiasi dan endapan, 3) efek pepaduan atau perubahan komposisi mikimiawi yang disebabkan ion-ion terirradiasi. [24-26] Pengamatan yang dilakukan para peneliti terhadap irradiasi ion tipe unsur penstabil (*stabilizer*) struktur matriks maupun tipe ion dari unsur penyusun (*constituent*) bahan baja mendapatkan bahwa tidak adanya struktur sekunder hasil pepaduan unsure kimia local maupun unsur ion terirradiasi. Mereka mendapatkan struktur baru terinduksi irradiasi (bcc) yang memiliki komposisi kimiawi yang sama dengan induknya atau struktur spesimen sebelum irradiasi (fcc). Hal ini dikuatkan dengan pengamatan pada spesimen yang diiradiasi dengan ion-ion gas mulia seperti Argon dan Xenon dimana tidak dimungkinkan terjadinya fasa sekunder dari proses pepaduan [15,19, 22]. Struktur baru bcc terinduksi irradiasi ion gas mulia memiliki ukuran yang lebih besar dibandingkan dengan ion gas metal baik tipe konstituen maupun penstabil. Ini menguatkan analisis yang pertama dimana akumulasi stress yang dihasilkan selama proses irradiasi ion diduga menjadi *driving force* perubahan struktur kristal fcc menjadi bcc.

Gambar 6 memperlihatkan citra TEM penampang lintang spesimen yang diiradiasi dengan ion Titanium pada dosis 5×10^{20} ions/m². Hasil pengamatan penampang lintang ini mengkonfirmasi posisi terjadinya struktur baru terinduksi irradiasi terletak dekat permukaan dan awal terjadinya perubahan struktur dimulai dari permukaan dan berlanjut hingga ke bagian dalam. Menurut hasil perhitungan dengan menggunakan software TRIM code, permukaan memiliki gradient konsentrasi stress tertinggi dan konsentrasi defects berada lebih dekat permukaan dibanding dengan konsentrasi ion terirradiasi. Fakta eksperimen ini dan hasil perhitungan perangkat lunak TRIM sangat sesuai dan menguatkan analisis awal terjadinya perubahan struktur dimulai dari permukaan yang disebabkan oleh akumulasi stress terinduksi irradiasi ion. Fakta penelitian ini juga menguatkan bahwa TEM merupakan metode

analisis yang sangat potensial atau penting dalam mengidentifikasi sumber perubahan struktural berskala nano.



Gambar 6. Citra TEM dari spesimen penampang lintang yang diberi perlakuan iradiasi ion Titanium pada dosis 5×10^{20} ions/m².

4. Kesimpulan

Perubahan struktur kristal fcc ke bcc telah diamati pada baja stainless tipe SUS301 yang diiradiasi dengan ion Titanium pada suhu ruang. Luas daerah berstruktur bcc terinduksi iradiasi semakin meluas dengan meningkatnya dosis iradiasi. Perubahan struktur ini dimulai dari permukaan hingga bagian dalam yang disebabkan oleh akumulasi stress yang sangat tinggi karena kerusakan radiasi dan bukan karena konsentrasi dispersi ion terirradiasi atau adanya efek sekunder pepaduan dari ion terirradiasi dengan unsur penyusun lokal.

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terima kasih yang sangat mendalam baik kepada Pemerintah Indonesia, BPPT maupun kepada Prof. Takahasi beserta staf *Center for Advanced Research of Energy Technology – Hokkaido University* yang telah memberikan dukungan dan bimbingan selama penelitian dilakukan.

Daftar Acuan

[1] <http://www.kemenperin.go.id/artikel>
 [2] Mary P. Ryan, David E. Williams, Richard J. Chater, Bernie M. Hutton & David S. McPhail, Nature 415 (2002) 770-774

[3] H.V. Atkinson and G. Shi, Progress in Materials Science, Vol 48, Issue 5 (2003) 457–520
 [4] Z. Nishiyama, K. Shimizu, and K. Sugino: Acta Metall. 9 (1961) 620-622.
 [5] R. P. Reed: Acta Metall. 10 (1962) 865-877.
 [6] J. Dash and H.M. Otte: Acta Metall. 11 (1963) 1169-1178.
 [7] R. Lagneborg: Acta metall. 12 (1964) 823-843.
 [8] H. M. Otte: Acta Metall. 5 (1957) 614-627.
 [9] B. Cina: Acta Metall. 6 (1958) 748-762.
 [10] J. A. Venables: Philos. Mag. 7 (1962) 35-44.
 [11] P. Bentley and G. C. Smith: Metall. Trans. A 17A (1986) 1593-1599.
 [12] P. Rozenak and D. Eliezer: Acta Metall. 35 (1987) 2329-2340.
 [13] A. Ali, W. A. Grant, and P. J. Grundy: Philos. Mag. B 37 (1978) 353-376.
 [14] R. M. Boothby and T. M. Williams: J. Nucl. Mat. 96 (1981) 64-70.
 [15] M. Song, K. Mitsui, M. Takeguchi, K. Furuya, T. Tanabe, and T. Noda:
 [16] J. Nucl. Mater. 307-311 (2002) 971-975.
 [17] T. Laursen, J. Whitton, and G. Dearnaley: Mater. Sci. Eng. A116 (1989) 97-101.
 [18] S. Raud, H. Garem, A. Naudon, J. P. Villain and P. Moine: Mater. Sci. Eng. A115 (1989) 245-251.
 [19] E. Johnson, T. Wohlenberg, and W. A. Grant: Phase Trans. 1 (1979) 23-34.
 [20] E. Johnson, A. Johansen, L. Sarholt-Kristensen, H. Roy-Poulsen, and A. Christiansen: Nucl. Instrum. Meth. B7/8 (1985) 212-218.
 [21] E. Johnson, U. Littmark, and A. Johansen: Philos. Mag. A 45 (1982) 803-821.
 [22] G. Xie, M. Song, K. Mitsuishi, and K. Furuya: J. Nucl. Mater. 281(2000) 80-83.
 [23] E. Johnson, A. Johansen, L. Sarholt-Kristensen, L. Graabaek, N. Hayashi and I. Sakamoto: Nucl. Instrum. Meth. B19/20 (1987) 171-176.
 [24] N. Hayashi, E. Johnson, A. Johansen, L. Sarholt-Kristensen and I. Sakamoto: Proc. The International Conference on Martensitic Transformations JIM, Nara-Japan (1986) 539-544.
 [25] N. Hayashi, I. Sakamoto, and E. Johnson: Proc 12 th Symp. On ISIAT'89 Tokyo (1989) 495-500.
 [26] A. Johansen, E. Johnson, L. Sarholt-Kristensen, S. Steenstrup, E. Gerritsen, C.J.M. Denissen, H. Keetels, J. Politiek, N. Hayashi and I. Sakamoto: Nucl. Instrum. Meth. B50 (1990) 119-126