

Identifikasi Unsur Utama Penyusun Permukaan Bahan Baja Ringan dengan Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)

Hery Suyanto^{1)*}

¹⁾Jurusan Fisika, FMIPA universitas Udayana
Jl. Kampus Bukit Jimbaran, Badung-Bali
Email : hery6@yahoo.com

Abstrak

Identifikasi unsur utama penyusun permukaan bahan baja ringan telah dianalisis dengan menggunakan teknik laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS). Identifikasi unsur dilakukan dengan pengambilan data setiap kedalaman 20 μm hingga kedalaman 120 μm dari permukaan yang mana disebut metode *depth profile* dengan meninjau homogenitas suatu unsur fungsi kedalaman. Data menunjukkan ada tiga kelompok unsur penyusun permukaan (20–120 μm) bahan baja ringan. Kelompok pertama, unsur Aluminium (Al) dan Zinc (Zn) yang mempunyai tingkat homogen tinggi sampai kedalaman 120 μm dengan fluktuasi kurang dari 8 % dan rata-rata konsentrasi masing-masing lebih besar dari 40,5%, sehingga unsur ini merupakan penyusun utama permukaan baja ringan. Kelompok kedua, unsur krom (Cr), Natrium (Na) dan kalsium (Ca) merupakan unsur penyusun dipermukaan hingga kedalaman 20 μm dengan rata-rata konsentrasi masing-masing sebesar 3,9%. Kelompok ketiga yaitu unsur Fe merupakan unsur penyusun baja ringan yang konsentrasinya meningkat dengan bertambahnya kedalaman dan mulai homogen setelah kedalaman 100 μm dengan rata-rata konsentrasi sebesar 7.2 %.

Kata kunci: Identifikasi unsur, baja ringan, LIBS, *depth profile*, homogenitas.

Abstract

The identification of the main elements in the surface of steel was conducted by applying depth profile method using Laser-Induced Breakdown spectroscopy (LIBS). The investigation based on the homogenous of the elements as a function of the depth started from the surface till 120 μm . The data show that there are three groups of the elements constructed in the surface of steel. The first group, alumina (Al) and Zinc (Zn), is host elements in the surface till 120 μm with a concentration more than 40.5 % of each and fluctuation is less than 8 %. The next group, chromium (Cr), sodium (Na) and calcium (Ca) elements, is in the surface of steel till 20 μm with average concentration of each is 3.9 %. The last group is iron (Fe) element where its concentration rises with the increasing of the depth till 100 μm and its average concentration is about 7.2 %.

Keywords: Surface analysis, LIBS, depth profile, homogeneous.

1. PENDAHULUAN

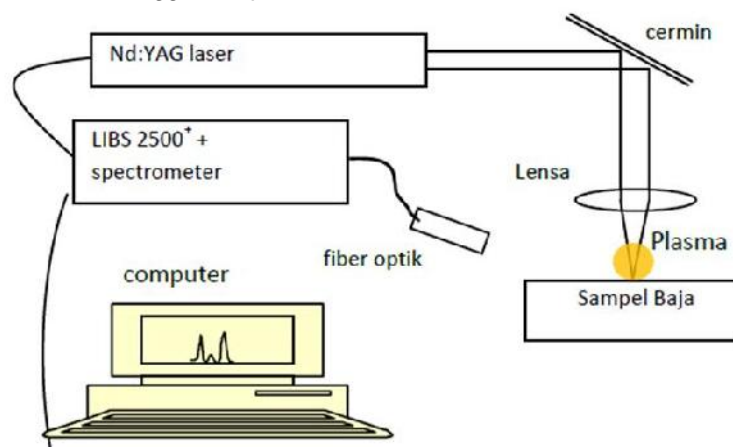
Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) adalah suatu teknik analisis sampel secara kualitatif dan kuantitatif yang cepat [1], tidak merusak (*nondestructive test*) dan hampir tanpa preparasi sampel. Saat laser difokuskan pada permukaan sampel, sebagian kecil (orde μg) dari sampel di ablasikan dan terbentuk plasma yang berisikan elektron-elektron, atom-atom netral, atom-atom tereksitasi dan ion-ion [2]. Elektron-elektron dalam atom yang tereksitasi akan bertransisi ke keadaan dasar (*ground state*) dengan melepaskan atau mengemisikan energi dalam bentuk foton. Foton ditangkap oleh spektrometer dan ditampilkan sebagai intensitas fungsi panjang gelombang. Nilai panjang gelombang dalam spektrum sesuai dengan jenis unurnya dan digunakan untuk analisis kualitatif, sedangkan besarnya intensitas emisi sebanding dengan konsentrasi suatu unsur dalam bahan dan digunakan untuk analisis kuantitatif [1]. Konsentrasi suatu unsur utama penyusun suatu bahan seharusnya konstan (homogen) di semua posisi sampel baik di permukaan maupun di dalam sampel. Tetapi kebanyakan peralatan hanya dapat pengecek jumlah unsur penyusun bahan hanya sampai kedalaman sekitar 40 μm dari permukaan sampel. Sehingga peralatan semacam ini tidak bisa membedakan suatu unsur sebagai pelapis dipermukaan saja atau merupakan penyusun utama suatu bahan. Berdasarkan kelemahan tersebut, pada penelitian ini menggunakan LIBS sebagai pendeteksi dan mengidentifikasi unsur-unsur penyusun suatu bahan baja ringan dengan menghitung konsentrasi suatu unsur dari permukaan hingga kedalaman 120 μm yang disebut metode *depth profile*. Suatu

*Penulis korespondensi, telp.: 623617031812
Email: hery6@yahoo.com

unsur dikatakan unsur utama penyusun bahan, bila nilai konsentrasinya homogen (konstan) dari permukaan hingga bagian dalam sampel.

2. METODE

Susunan peralatan untuk penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 1. Sistem LIBS [3] yang terdiri dari spektrometer *ocean optic* HR 2500⁺, tempat sampel, Nd:YAG laser (model CRF 200 mJ, 1.064 nm, 7 ns) dan perangkat lunak OOILIBS. Pada penelitian ini, Nd:YAG laser dengan frekuensi 5 Hz, energi 100 mJ difokuskan ke sampel melalui lensa cembung dengan panjang fokus 10 cm dan terbentuk plasma. Emisi radiasi unsur tertentu dalam plasma dianalisis dengan spektrometer multikanal optik CCD 14,336 pixels, rentang panjang gelombang dari 200 – 980 nm dengan resolusi 0.1 nm. Pengambilan data dilakukan setiap pertambahan kedalaman 20 μm hingga 120 μm dengan akumulasi 4 dan waktu tunda deteksi (*delay time*) 1 μs serta semua eksperimen dilakukan pada tekanan udara 1 atm [4]. Pembatasan kedalaman hingga 120 μm ini disebabkan karena sistem LIBS yang ada di Laboratorium bersama FMIPA udayana menggunakan lensa dengan jarak fokus 10 cm, sehingga efektif kedalaman hingga 120 μm .



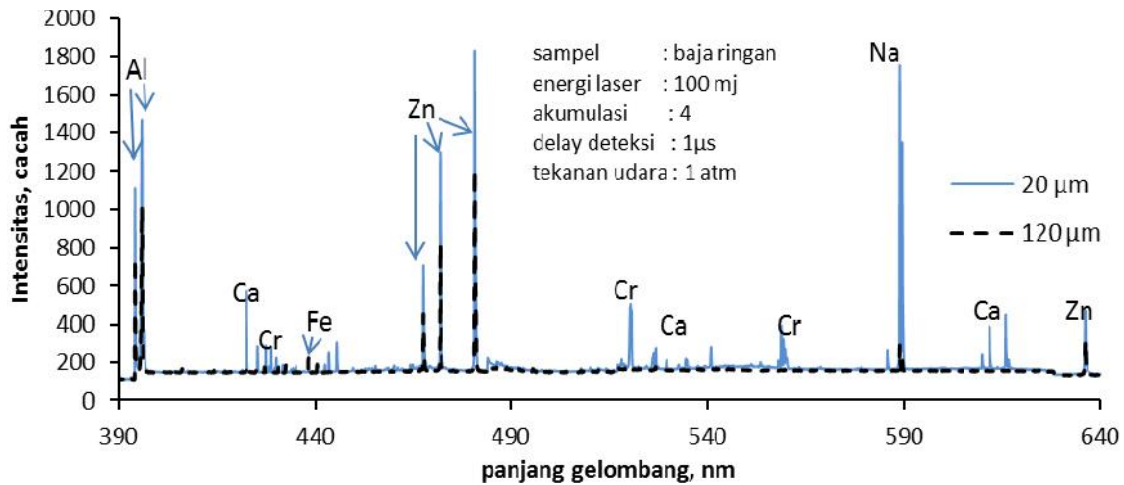
Gambar 1. Susunan peralatan penelitian [3]

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

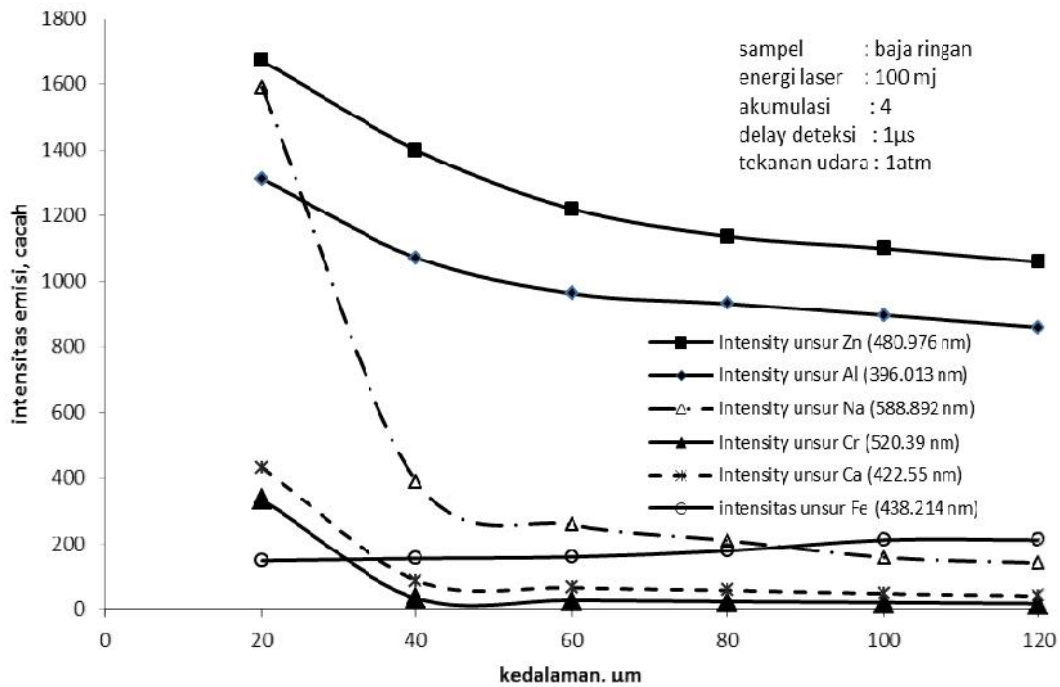
Gambar 2, menunjukkan spektra emisi plasma dari bahan baja ringan pada kedalaman 20 μm dan 120 μm dari permukaan sampel dan pada rentang panjang gelombang 390 sampai 640 nm. Dari gambar terlihat bahwa unsur-unsur dominan yang ada dalam bahan diantaranya Al, Zn, Cr, Ca, Fe dan Na dengan intensitas menurun terhadap pertambahan kedalaman kecuali unsur Fe. Sedangkan unsur karbon (C) tidak muncul pada spektra tersebut. Ini disebabkan penelitian dilakukan di lingkungan udara, sehingga unsur C akan berikatan dengan Nitrogen (N_2) membentuk molekul CN dan tidak tertangkap oleh spectrometer. Untuk menganalisis unsur mana yang merupakan penyusun utama bahan atau unsur tambahan akibat kontaminasi lingkungan, maka perlu dilakukan analisis homogenitas unsur fungsi kedalaman (*depth profile*). Dalam metode ini, diukur intensitas emisi yang sebanding dengan konsentrasi masing-masing unsur dari permukaan sampel hingga 120 μm dengan interval 20 μm dan hasilnya dibuat grafik seperti pada Gambar 3.

Gambar 3 menunjukkan intensitas emisi dari unsur-unsur penyusun bahan baja ringan diantaranya Zn, Al, Na, Cr, Ca dan Fe merupakan fungsi kedalaman. Intensitas ini dideteksi secara akumulasi sebanyak 4 kali irradiasi laser yang setara dengan kedalaman 20 μm . Jadi nilai intensitas pada 20 μm merupakan nilai akumulasi intensitas emisi dari permukaan (kedalaman 0) sampai 20 μm . Dari gambar terlihat bahwa unsur Na, Cr dan Ca mempunyai intensitas cukup tinggi di 20 μm pertama (atau dipermukaan) dan turun tajam pada kedalaman berikutnya dengan rata-rata fluktuasi sekitar 30 % terhadap intensitas di permukaan dan rata-rata konsentrasi masing-masing unsur tersebut sebesar 3,9%. Grafik juga menunjukkan bahwa mulai kedalaman 40 μm hingga 120 μm intensitasnya relative stabil, ini menunjukkan bahwa unsur-unsur tersebut dominan dipermukaan bahan baja sebagai impuritas. Unsur-unsur dipermukaan ini kemungkinan terjadi karena adanya interaksi antara bahan dengan lingkungan terutama unsur-unsur reaktif seperti Na dan Ca. Tetapi kadangkala suatu unsur dipermukaan memang sengaja dilapiskan untuk tujuan tertentu, misalnya sebagai bahan pelindung korosi seperti Cr. Gambar 3, juga memperlihatkan bahwa unsur Zn dan Al mempunyai intensitas rata-rata paling tinggi dibandingkan unsur lainnya dengan konsentrasi rata-rata 40,5% dan

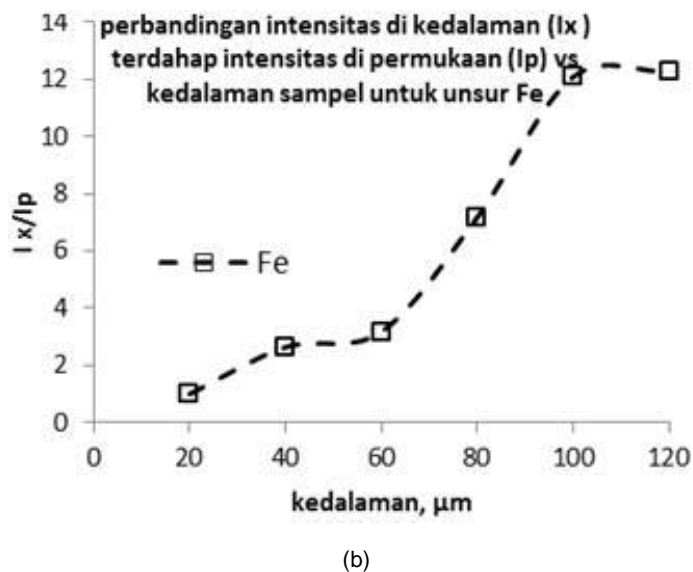
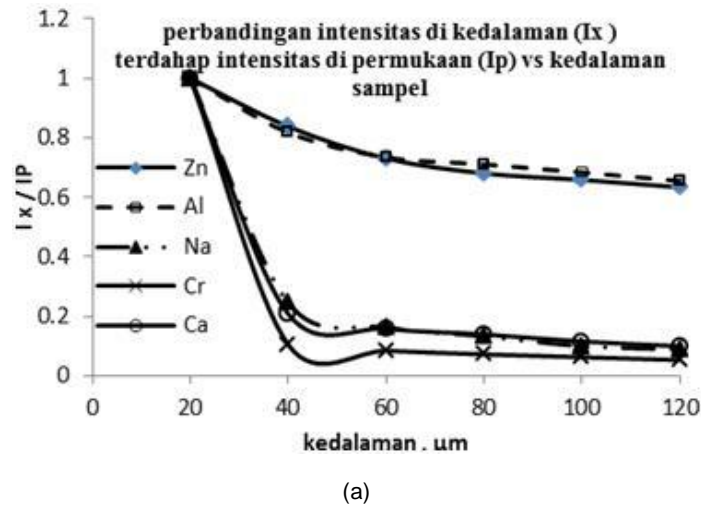
mempunyai homogenitas paling tinggi dengan fluktuasi kurang dari 8% sampai kedalaman 120 μm . Karakteristik intensitas unsur semacam ini dapat dikatakan bahwa unsur-unsur tersebut merupakan penyusun utama bahan baja ringan hingga kedalaman 120 μm . Disisi lain grafik menunjukkan kecenderungan (tren) yang berbeda untuk unsur Fe yang mana intensitasnya meningkat dengan bertambahnya kedalaman, dengan konsentrasi sekitar 7.2 %. Selanjutnya untuk mengidentifikasi unsur-unsur tersebut apakah unsur impuritas, sebagai pelapis atau unsur penyusun utama bahan, maka perlu di buat grafik perbandingan intensitas emisi dikedalaman tertentu (I_x) terhadap intensitas dipermukaan (I_p) fungsi kedalaman dari permukaan sampel dan hasilnya seperti pada Gambar 4.



Gambar 2. Spektra emisi unsur-unsur dalam bahan baja ringan pada kedalaman 20 μm dan 120 μm dari permukaan



Gambar 3. Intensitas emisi unsur Zn, Al, Na, Cr, Ca dan Fe fungsi kedalaman dari permukaan



Gambar 4. Grafik perbandingan intensitas emisi di kedalaman tertentu (I_x) terhadap intensitas emisi dipermukaan (I_p) fungsi kedalaman : (a) unsur Zn, Al, Na, Cr, dan Ca. (b) unsur Fe

Berdasarkan Gambar 4 a, b terdapat tiga kelompok kecenderungan yaitu kelompok unsur yang mempunyai kecenderungan penurunan intensitas emisi secara perlahan-lahan yaitu unsur Zn dan Al, kelompok kedua yaitu unsur dengan intensitas menurun secara tajam (yaitu unsur Ca, Na dan Cr) dan yang terakhir unsur yang mempunyai kecenderungannya meningkat dengan bertambah dalamnya observasi (yaitu unsur Fe). Untuk mengkararakteristik unsur-unsur tersebut, maka perlu dilakukan investigasi hubungan besarnya intensitas emisi fungsi kedalaman melalui analisis regresi pada data grafik di Gambar 4 a,b, dan hasilnya seperti pada Tabel 1.

Tabel 1, merupakan hasil analisis regresi masing-masing unsur dengan jenis regresi pangkat. Jenis ini dipilih karena mempunyai tingkat kepercayaan yang paling tinggi dengan nilai rata-rata lebih besar dari 95% dibandingkan dengan jenis regresi lainnya seperti eksponensial, linear, logaritmik dan polynomial orde 2.

Berdasarkan kenyataan secara visual pada Gambar 4 a, b dan hasil analisis regresi pada Tabel 1, bahwa ada 3 kelompok karakteristik unsur yang berdasarkan nilai koefisiennya (atau gradiennya) dan nilai pangkat dari variabel bebas x. Berdasarkan nilai ini, maka dapat diklasifikasikan dengan ketentuan sebagai berikut : ketentuan pertama, bila nilai pangkatnya 0, maka unsur tersebut homogen mulai dari permukaan hingga kedalaman tertentu dengan nilai konsentrasi sesuai dengan nilai koefisien persamaan pangkat tersebut. Ketentuan kedua, untuk nilai pangkat dari x bernilai negatif : yang mana untuk nilai pangkatnya diantara 0 dan -1, menunjukkan bahwa intensitasnya menurun secara perlahan dengan bertambahnya kedalaman yang mana berarti homogenitasnya berkurang

secara perlahan, sedangkan untuk nilai pangkatnya sama dengan -1 menunjukkan konsentrasinya menurun atau bertambah secara linear dengan bertambahnya kedalaman dan bila nilai pangkatnya lebih kecil dari -1 maka nilai konsentrasinya atau intensitasnya turun secara mendadak yang menunjukkan tidak homogen sampai kedalaman tertentu. Ketentuan ketiga untuk nilai pangkat dari x bernilai positif: untuk nilai diantara 0 dan 1 menunjukan bahwa konsentrasinya naik secara perlahan dengan bertambah kedalaman yang berarti homogenitasnya bertambah dan bila nilai pangkatnya lebih besar dari 1 maka nilai konsentrasinya naik secara mendadak yang menunjukkan tidak homogen sampai kedalaman tertentu.

Tabel 1. Analisis regresi masing-masing unsur-unsur dalam bahan baja ringan

Unsur	Regresi pangkat
Al	$y = 1.9553x^{-0.231}$
Zn	$y = 2.1706x^{-0.261}$
Ca	$y = 27.233x^{-1.209}$
Cr	$y = 55.001x^{-1.511}$
Na	$y = 41.118x^{-1.314}$
Fe	$y = 0.0116x^{1.4594}$

Keterangan: y = intensitas emisi (cacah), x= kedalaman (μm)

Berdasarkan Tabel 1 dan ketentuan di atas, maka unsur Al dan Zn mempunyai nilai pangkat masing-masing adalah - 0,231 dan - 0,261. Karena nilai pangkatnya mendekati 0 maka unsur Al dan Zn mempunyai homogenitas tinggi dengan fluktuasi kurang dari 8% sehingga merupakan unsur utama penyusun baja ringan dari permukaan hingga kedalaman 120 μm dengan tingkat kepercayaan diatas 98 %. Berdasarkan referensi [5], bahwa lebih dari 90% unsur penyusun bahan baja ringan terdiri dari Zn dan Al. Untuk unsur-unsur Ca, Cr dan Na mempunyai nilai pangkat masing-masing adalah -1,209, -1,511 dan -1,314 yang mana merupakan kelompok unsur yang mempunyai konsentrasi turun drastis dari permukaan dan mempunyai homogenitas sangat rendah. Unsur-unsur ini dikategorikan sebagai unsur-unsur di permukaan yang mungkin karena bahan terkontaminasi dengan lingkungan. Tetapi bila dicermati untuk unsur Cr yang mempunyai pangkat negatif lebih besar dari -1,5 serta koefisien 55,001 jauh lebih besar dibandingkan koefisien unsur Ca dan Na, maka dapat diduga bahwa unsur Cr sengaja ditambahkan dipermukaan untuk tujuan melindungi bahan dari korosi. Berdasarkan referensi [5] unsur Cr ditambahkan sekitar 1,5 % untuk melindungi bahan dari korosi. Kelompok terakhir adalah unsur Fe yang mana mempunyai nilai pangkat positif, 1,4594. Ini berarti unsur Fe semakin dalam semakin besar konsentrasinya hingga kedalaman 120 μm . Selanjutnya bila diperhatikan intensitas pada kedalaman 100 dan 120 μm yang mana mempunyai selisih sangat kecil sehingga grafiknya sedikit landai. Ini bisa diprediksi bahwa unsur Fe akan mulai homogen pada kedalaman setelah 120 μm .

4. SIMPULAN

Berdasarkan data yang diperoleh dari analisis LIBS, intensitas fungsi kedalaman, dapat disimpulkan bahwa unsur Zn, Al, dan Cr merupakan unsur-unsur utama penyusun permukaan atau pelapis bahan baja ringan hingga kedalaman 120 μm kecuali unsur Cr hanya sampai kedalaman 20 μm . Untuk unsur Na dan Ca merupakan unsur-unsur dipermukaan hingga 20 μm dan bukan unsur utama melainkan unsur akibat kontaminasi dengan lingkungan. Sedangkan unsur Fe merupakan unsur utama penyusun baja ringan dengan konsentrasi lebih kecil dari Zn dan Al serta berada di dalam baja ringan mulai homogen setelah kedalaman 100 μm .

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada laboratorium riset bersama FMIPA – Unud yang telah memberikan fasilitas peralatan LIBS sehingga penelitian ini hingga dapat terselesaikan

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ciucci, M.Corsi, V. Palleschi, S.Rastelli, A. Salvetti and E. Tognoni, *New Procedure for Quantitative Element Analysis by Laser-Induced Plasma Spectroscopy*, appl. Spectroscopy, vol. 53, numer 8, 1999.

- [2] Radziemski. L.J. and D.A. Cremere (Eds), *Laser-Induced Plasma and Application*, Maecel Dekker, New York, 1989a
- [3] Photon Mechine : *AddLIBSTM and OOLIBS software ; Laser-Induced Breakdown Spectroscopy, and User Guide*, version 2.2 , May 2009
- [4] David A. Cremers and Leon J. Radziemski , *Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy*, first edition, John Wiley & Sons, Ltd, England P. 24, 2006
- [5] Nugroho, *material dasar baja ringan* (10 Oktober 2012)
"http://www.aplikatorbajaringan.com/2012/10/material-dasar-baja-ringan.html diakses 21 April 2013.